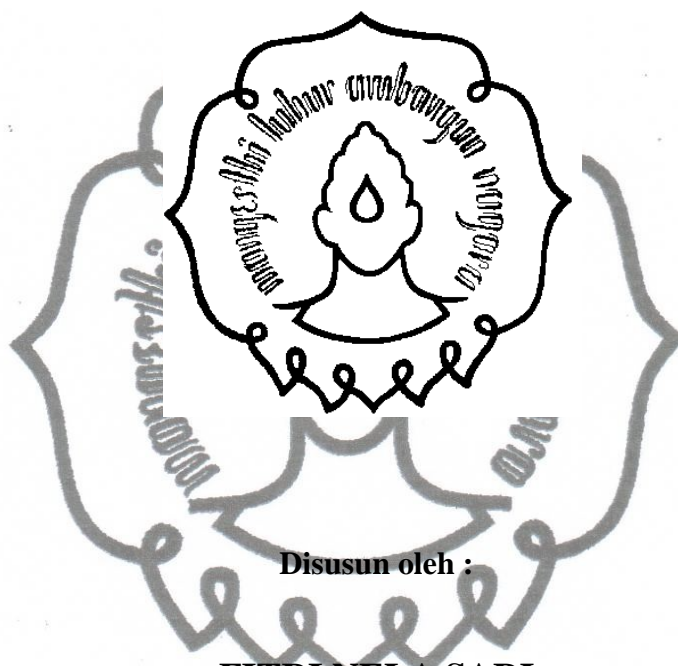


**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK BESI  
OKSIDA/KARBON DENGAN METODE *SUBMERGED ARC-  
DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR ETANOL/UREA UNTUK  
BIOAPLIKASI**



Disusun oleh :

**FITRI NELA SARI**

**M0311028**

**SKRIPSI**

**Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan  
mendapatkan gelar Sarjana Sains dalam Bidang Ilmu Kimia**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SEBELAS MARET**

**SURAKARTA**

**Agustus, 2016**

*commit to user*

HALAMAN PENGESAHAN

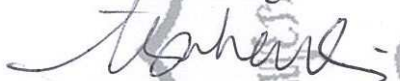
**Skripsi**  
**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK BESI**  
**OKSIDA/KARBON DENGAN METODE *SUBMERGED ARC-***  
***DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR ETANOL/UREA UNTUK**  
**BIOAPLIKASI**

FITRI NELA SARI


NIM. M0311028

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

  
Teguh Endah Saraswati, Ph.D  
NIP.19790326 200501 2001

Pembimbing II

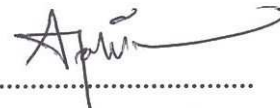
  
Nestri Handayani, M.Si, Apt  
NIP. 19701211 200501 2001

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Selasa  
Tanggal : 26 Juli 2016

Anggota Tim Penguji :

1. Dr. rer. nat Maulidan Firdaus, M.Sc.  
NIP. 19790205 200501 1001
2. Dra. Tri Martini, M.Si  
NIP. 19581029 198503 2002

  
1.....

  
2.....

Disahkan oleh

Kepala Program Studi S1 Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Sebelas Maret Surakarta

  
Dr. Triana Kusumaningsih, S.Si, M.Si  
NIP. 19730124 199903 2001

## PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK BESI OKSIDA/KARBON DENGAN METODE *SUBMERGED ARC-DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR ETANOL/UREA UNTUK BIOAPLIKASI” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.



Surakarta, Agustus 2016

FITRI NELA SARI

SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK BESI OKSIDA/KARBON  
DENGAN METODE *SUBMERGED ARC-DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR  
ETANOL/UREA UNTUK BIOAPLIKASI

FITRI NELA SARI

Program Studi Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Universitas Sebelas Maret.

**ABSTRAK**

Sintesis nanopartikel magnetik besi oksida/karbon dengan metode *submerged arc-discharge* dalam media cair etanol/urea berhasil dilakukan. Metode *submerged arc-discharge* dilakukan pada arus 10 A dengan voltase 20,8 V dan menggunakan dua elektroda grafit murni, di mana salah satu elektroda diisi dengan campuran bubuk grafit, besi oksida, dan lem silikon. Pola difraktogram dari *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan adanya puncak pada 35,91°; 26,42°; 18,72° dan 38,14° berturut-turut merupakan puncak karakteristik utama dari besi oksida, C grafit, urea dan besi karbida. Berdasarkan analisa *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) menunjukkan nilai magnetisasi hasil sintesis lebih kecil dibandingkan dengan magnetisasi material awal. Spektra *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) besi oksida/karbon menunjukkan adanya ikatan Fe-O pada daerah 460–555 cm<sup>-1</sup>; adanya ikatan OH ulur dari alkohol atau fenol pada daerah 3200-3400 cm<sup>-1</sup>; serapan N-H amina di daerah 3100-3500 cm<sup>-1</sup> dan di daerah 1700 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus C=O.

Analisa menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) *elemental mapping* menunjukkan nanopartikel tersintesis memiliki bentuk *spherical* dan kemungkinan termodifikasi oleh gugus fungsional polar. Diameter nanopartikel berukuran antara 15-20 nm dengan analisa menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Struktur nanopartikel berupa senyawa besi terlapis karbon. Dispersitas yang lebih baik dari nanopartikel dalam air mengindikasikan bahwa gugus fungsional polar berhasil melekat. Uji toksisitas akut menunjukkan harga LD<sub>50</sub> semu lebih besar dosis 2000 mg/kg bb dan material ini termasuk dalam kategori praktis tidak toksik.

*Kata Kunci:* besi oksida/karbon, nanopartikel, *submerged arc-discharge*, toksisitas, urea.

SYNTHESIS OF IRON OXIDE/CARBON MAGNETIC NANOPARTICLES BY  
SUBMERGED ARC-DISCHARGE METHOD IN LIQUID MEDIA  
ETHANOL/UREA FOR BIOAPPLICATION

FITRI NELA SARI

Chemistry Department. Mathematics and Natural Sciences Faculty

Sebelas Maret University



**ABSTRACT**

Synthesis of iron oxide/carbon magnetic nanoparticles by submerged arc-discharge method in liquid media ethanol/urea had been successfully performed. Synthesis process was carried out with submerged arc-discharge method using two pure graphite electrodes. Each of the electrodes was filled by mixed powder of graphite, iron oxide, and silicon binder. Diffractogram pattern of X-Ray Diffraction (XRD) showed peaks at  $35,91^\circ$ ;  $26,42^\circ$ ;  $18,72^\circ$  and  $38,14^\circ$  represented to the main characteristic of iron oxide, carbon graphite, urea and iron carbide, respectively. The Vibrating Sample Magnetometer (VSM) analysis showed the magnetisation of synthesis product was smaller than the initial material magnetisation. The Fourier Transform Infra Red (FTIR) spectra of iron oxide/carbon showed a stretching vibration from Fe-O in  $460-555\text{ cm}^{-1}$ ; OH stretching from alcohol or phenol in  $3200-3500\text{ cm}^{-1}$ ; N-H amine in  $3100-3500\text{ cm}^{-1}$  and C=O in  $1700\text{ cm}^{-1}$ .

The Scanning Electron Microscopy (SEM) combined with the Energy Dispersive X-Ray (EDX) elemental mapping analysis showed that the synthesis of nanoparticles had spherical shaped and possibly modified by polar functional groups. The diameter of nanoparticles was about in the range of 15-20 nm determined by Transmission Electron Microscopy (TEM) observation. The structure of nanoparticles was carbon-coated iron compound nanoparticle. The better dispersion of synthesis nanoparticle in water indicated that the polar functional groups were successfully attached. The acute toxicity showed that  $LD_{50}$  value was greater than 2000 mg/kg bw and this materials included in category of practically non toxic.

*Keywords:* iron oxide/carbon, nanoparticle, submerged arc-discharge, toxicity, urea.

*commit to user*

## MOTTO

“Hidup adalah suatu tantangan yang harus dihadapi dan perjuangan yang harus dimenangkan”



*commit to user*

## PERSEMBAHAN

Skripsi ini kupersembahkan untuk:

Ibu, bapak dan adikku tercinta, yang senantiasa mendo'akan, memberi semangat dan mencurahkan kasih sayang.



*commit to user*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas segala limpahan nikmat dan karuniaNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini untuk memenuhi sebagian persyaratan guna mencapai gelar Sarjana Sains dari Program Studi Kimia FMIPA UNS.

Skripsi ini tidak akan selesai tanpa adanya bantuan dari banyak pihak, oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Prof. Ir. Ari Handono Ramelan, M.Sc. (Hons), Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA UNS
2. Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si, selaku Kepala Program Studi Kimia FMIPA UNS
3. Teguh Endah Saraswati, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Skripsi I yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan ilmu selama ini
4. Nestri Handayani, M.Si, Apt selaku Dosen Pembimbing Skripsi II yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan ilmu selama ini
5. Dr. Sayekti Wahyuningsih, S.Si, M.Si selaku Pembimbing Akademik yang telah banyak memberikan bimbingan dalam kegiatan kuliah selama ini
6. Bapak dan Ibu Dosen dan seluruh staf Prodi Kimia FMIPA UNS
7. Ketua dan seluruh staf serta laboran Laboratorium Kimia Dasar FMIPA, Laboratorium Terpadu FMIPA, dan Sub Laboratorium Kimia Pusat Universitas Sebelas Maret
8. Staff dan asisten Laboratorium Histologi Fakultas Kedokteran Universitas Sebelas Maret
9. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Maka dari itu penulis mengharapkan bimbingan, kritik dan saran

*commit to user*



sebagai bahan pertimbangan untuk membuat karya yang lebih baik. Namun, penulis berharap semoga karya ini bermanfaat bagi pembaca.

Surakarta, Agustus 2016



Fitri Nela Sari

*commit to user*

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN SIAP UJI .....	ii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iii
HALAMAN ABSTRAK .....	iv
HALAMAN <i>ABSTRACT</i> .....	v
HALAMAN MOTTO .....	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vii
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xvi
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
A. Latar Belakang Masalah .....	1
B. Perumusan Masalah .....	3
1. Identifikasi Masalah .....	3
2. Batasan Masalah .....	6
3. Rumusan Masalah .....	7
C. Tujuan Penelitian .....	7
D. Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II. LANDASAN TEORI</b> .....	<b>8</b>
A. Tinjauan Pustaka .....	8
1. Besi oksida .....	8
2. Elektrolisis .....	10
3. Karbon .....	11
4. Nanopartikel magnetik besi .....	13
5. Metode <i>arc-discharge</i> .....	13
6. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) nanokapsul Fe-Co(C) .....	14

7. <i>Scanning Electron Microscopy (SEM) Multi Wall Carbon Nanotubes (MWCNTs)</i> .....	15
8. <i>Transmission Electron Microscopy (TEM) nanopartikel senyawa besi terselubung grafit</i> .....	16
9. <i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM) nanokomposit graphene/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub></i> .....	17
10. <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR) nanopartikel besi oksida terserap dalam kasein</i> .....	18
11. <i>Pembawa obat (drug carrier)</i> .....	20
12. <i>Viabilitas sel dan toksisitas</i> .....	21
B. Kerangka Pemikiran.....	22
C. Hipotesis.....	26
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN.....	27
A. Metode Penelitian.....	27
B. Tempat dan Waktu Penelitian.....	28
C. Alat dan Bahan.....	28
1. Alat.....	28
2. Bahan.....	29
D. Prosedur Penelitian.....	29
1. Preparasi besi oksida.....	29
2. Metode <i>arc-discharge</i> .....	30
3. Uji toksisitas akut.....	31
4. Karakterisasi.....	31
E. Teknik Pengumpulan dan Analisa Data.....	32
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	34
A. Pembuatan besi oksida.....	34
B. Sintesis nanopartikel magnetik besi oksida/karbon.....	35
C. Uji toksisitas akut.....	50
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	57
DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN.....	66

**DAFTAR TABEL**

	Halaman
Tabel 4.1. Nilai magnetisasi dan medan magnet material awal dan hasil sintesis .....	42
Tabel 4.2. Hasil pengamatan hewan uji setelah pemberian oral .....	51
Tabel 4.3. Nilai LD <sub>50</sub> menurut Loomis, 1978 .....	51
Tabel 4.4. Hasil pengamatan gejala toksik pada hewan uji setelah pemberian oral .....	52



## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur kristal spinel kubik terbalik $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ((bulatan hijau) $\text{Fe}^{3+}$ , (bulatan biru) $\text{Fe}^{2+}$ , (bulatan merah) O).....	9
Gambar 2.2. Struktur kristal a. hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), b. <i>maghemite</i> ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (bulatan garis, Fe) (bulatan putih, O).....	9
Gambar 2.3. XRD hasil elektrolisis (a) sebelum <i>sintering</i> ; setelah <i>sintering</i> selama 4 jam pada suhu (b) $200^\circ\text{C}$ , (c) $650^\circ\text{C}$ dan (d) $800^\circ\text{C}$ ...	11
Gambar 2.4. Struktur grafit (a), struktur berlian (b), dan struktur <i>fullerene</i> (c).....	12
Gambar 2.5. Metode <i>arc-discharge</i> dalam media cair.....	14
Gambar 2.6. Difraktogram XRD nanokapsul (a) $\text{Fe}(\text{C})$ , (b) $\text{Co}(\text{C})$ dan (c) $\text{Fe-Co}(\text{C})$ .....	15
Gambar 2.7. SEM (a) produk MWCNTs, (b) MWCNTs terfungsionalisasi asam.....	16
Gambar 2.8. TEM nanopartikel senyawa besi terselubung grafit (a) tanpa imobilisasi dextran, (b) terimobilisasi dextran.....	17
Gambar 2.9. Hasil VSM graphene murni, $\text{Fe}_3\text{O}_4$ murni, dan $\text{G}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ pada variasi penambahan massa $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ( $S_{0,1}= 0,1$ ; $S_{0,2}= 0,2$ ; $S_{0,4}= 0,4$ ; $S_{0,6}= 0,6$ ; $S_{0,8}= 0,8$ dan $S_1= 1$ ) dengan massa $G = 1$ .....	18
Gambar 2.10. FTIR (a) kasein awal, (b) nanopartikel kasein (CNPs), dan (c) nanopartikel besi dalam kasein (IOICNPs) .....	19
Gambar 2.11. Skema sistem magnetik <i>drug delivery</i> .....	20
Gambar 2.12. Histopatologi ginjal pada pemberian nanopartikel $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan konsentrasi (b) $0,7 \text{ mL/kg}$ , (c) $1,7 \text{ mL/kg}$ , dan (d) $2,7 \text{ mL/kg}$ . (a) tanpa pemberian nanopartikel $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ .....	22
Gambar 2.13. Hasil pengamatan TEM.....	24
Gambar 2.14. XRD nanopartikel besi terselubung karbon .....	24
Gambar 2.15. Kemungkinan hasil nanopartikel besi oksida/karbon dengan metode <i>submerged arc-discharge</i> dalam media cair	

	etanol/urea (lingkaran hitam: besi oksida, lingkaran abu-abu: karbon grafit).....	25
Gambar 3.1.	Bagan Alir Metodologi Penelitian.....	27
Gambar 3.2.	Setting alat metode <i>arc-discharge</i> .....	30
Gambar 4.1.	Difraktogram (a) XRD besi oksida pada suhu 250 °C, (b) JCPDS No. 89-0597 $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , (c) JCPDS No. 89-0691 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (d) JCPDS No. 39-1346 $\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	38
Gambar 4.2.	Difraktogram XRD karbon grafit dan JCPDS No. 41-1478.....	38
Gambar 4.3.	Difraktogram XRD urea p.a. dan JCPDS No. 83-1436.....	39
Gambar 4.4.	Difraktogram XRD karbon grafit (a), urea p.a. (b), besi oksida pada suhu 250 °C (c) dan sintesis nanopartikel magnetik besi oksida dengan karbon dengan metode <i>arc-discharge</i> dalam media larutan etanol 50% dalam variasi penambahan urea 25% (d), 10% (e), 0% (f), 50% (g).....	40
Gambar 4.5.	Hasil analisis menggunakan VSM pada starting material (besi oksida 250°C) dan hasil sintesis dengan penambahan urea 0%, 10%, 25% dan 50% dengan perbandingan volume etanol/urea 1:1 (v/v).....	42
Gambar 4.6.	Hasil analisis TEM besi oksida/karbon hasil sintesis dengan media cair etanol 50% dengan penambahan urea 50% dengan perbandingan volume etanol/urea 1:1 (v/v).....	43
Gambar 4.7.	Histogram sebaran partikel besi oksida/karbon hasil sintesis dengan media cair etanol 50% dengan penambahan urea 50% dengan perbandingan volume etanol/urea 1:1 (v/v).....	44
Gambar 4.8.	Hasil analisis SEM besi oksida/karbon hasil sintesis dengan media cair etanol 50% dengan penambahan urea 50% dengan perbandingan volume etanol/urea 1:1 (v/v).....	45
Gambar 4.9.	<i>Elemental Mapping</i> besi oksida/karbon hasil sintesis dengan media cair etanol 50% dengan penambahan urea 50% dengan perbandingan volume etanol/urea 1:1 (v/v).....	46

*commit to user*

Gambar 4.10. Hasil FTIR material awal urea p.a. (A), grafit (B), besi oksida pada suhu 250 °C (C) dan besi oksida/karbon hasil sintesis dalam media etanol 50% dengan penambahan urea 10% (D), 25% (E), 0% (F) dan 50% (G) dengan perbandingan volume etanol/urea 1:1 (v/v) .....	48
Gambar 4.11. Uji dispersitas nanopartikel besi oksida/karbon hasil sintesis dengan media cair etanol 50% dengan penambahan urea pada botol dari kiri ke kanan 0%, 10%, 25% dan 50% dengan perbandingan volume etanol/urea 1:1 (v/v) dalam akuades (A), etanol (B) .....	49
Gambar 4.12. Perkembangan rata – rata berat badan mencit selama 1 minggu setelah pemberian dosis oral tunggal suspensi nanopartikel besi oksida/karbon penambahan urea 50%.....	53
Gambar 4.13. Hasil histopatologi organ mencit.....	55
Gambar 4.14. Kerusakan sel mencit pada organ ginjal kanan, ginjal kiri, limpa dan hati .....	56

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1.....	66
A. Perhitungan media cair.....	66
B. Prosedur penelitian.....	67
1) Tahap Preparasi Elektroda (Pra-Sintesis).....	67
2) Tahapan Sintesis Nanopartikel.....	68
3) Tahapan Pengumpulan Nanopartikel (Pasca-Sintesis).....	69
4) Tahapan uji toksisitas nanopartikel besi oksida/karbon pada variasi penambahan urea 50% .....	70
Lampiran 2.....	72
A. Tabel perkembangan berat badan mencit selama pengamatan.....	72
B. Perhitungan pemberian nanopartikel besi oksida/karbon dengan penambahan urea 50% pada mencit.....	75
C. Uji <i>One Way</i> ANOVA dilanjut <i>post hoc</i> pertambahan perkembangan rata-rata berat badan mencit dengan SPSS 16.0 untuk Windows.....	77
D. Gambar hasil histopatologi mencit.....	78
E. Hasil hitung sel hasil histopatologi.....	83
Lampiran 3.....	85
A. Data analisis.....	85
1) Data diameter partikel TEM.....	85
2) <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (EDX).....	88
3) <i>Analisa Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR) .....	90
4) <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	97

*commit to user*