

LAPORAN  
PENELITIAN MANDIRI



JUDUL

Sintesis dan Karakterisasi Material Pd-NPs, NiNPs,  
Komposit PANI-NiNPs, PANI-PdNPs, Resin Phenol-PdNPs  
dan Phenol Resin-NiNPs

PENELITI:

DR. BUSRONI, MSi  
DR CHAIRIL ANWAR MSc  
DR SUYANTA, MSi

FAKULTAS ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
NOVEMBER  
2022

HALAMAN PENGESAHAN  
PENELITIAN MANDIRI

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Material Pd-NPs, NiNPs,  
Komposit PANI-NiNPs, PANI-PdNPs, Resin Phenol-PdNPs dan  
Phenol Resin-NiNPs

Nama Keris : ORGANIK

Ketua Peneliti

a. Nama Lengkap : DR Busroni, MSi  
b. Nomor HP : 081803516287  
c. Alamat Surel : Busroni\_fmipa@unej.ac.id  
d. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
e. Program Studi : FMIPA-Universitas Jember

Anggota Peneliti 1

a. Nama Lengkap : DR Chairil Anwar  
b. Nomor HP : 08122741318  
c. Alamat Surel : chanwar@ugm.ac.id  
d. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
e. Program Studi : FMIPA-Universitas Gadjah Mada

Anggota Peneliti 2

a. Nama Lengkap : DR Suyanta, MSi  
b. Nomor HP : 085920698752  
c. Alamat Surel : Suyanta\_fmipa@ugm.ac.id  
d. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
e. Program Studi : FMIPA-Universitas Gadjah Mada

Jember, 28 November 2022

Mengetahui,  
Dekan Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan Universitas Jember



Dr. Achmad Sidiqul Mubtadin, MSc., PhD  
NIP. 195910091986021001

Ketua Peneliti,

Dr Busroni, MSi  
NIP. 195905151991031007

Mengetahui,  
Ketua LPM-Universitas Jember



Prof. Dr. Yuli Witono, STP., MP  
NIP. 196912121998021001

## DAFTAR ISI

|  |    |
|--|----|
| HALAMAN JUDUL  | 1  |
| HALAMAN PENGESAHAN                                   | 2  |
| DAFTAR ISI   | 3  |
| RINGKASAN PENELITIAN                                 | 4  |
| BAB I PENDAHULUAN                                    | 5  |
| 1.1 Latar Belakang                                   | 5  |
| 1.2 Nanoteknologi                                    | 6  |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA                              | 10 |
| 2.1 Polimer  | 10 |
| 2.2 Polianilina (PANI)                               | 10 |
| 2.3 Polimerisasi Polianilina                         | 10 |
| 2.4 Karakterisasi Komposit Polianilina               | 13 |
| BAB III METODA PENELITIAN                            | 14 |
| 3.1 Prosedure Pelaksanaan Penelitian                 | 14 |
| 3.2 Prosedure Percobaan                              | 14 |
| 3.2.1 Sintesis Novel ES-PANI@PdNPs<br>nanocomposites | 14 |
| 3.2.2 Sintesis Novel RPF@PdNPs nanospheres           | 14 |
| 3.2.3 Sintesis Novel RPF@NiNPs nanospheres           | 15 |
| 3.2.4 Sintesis Novel CTSN@PdNPs nanospheres          | 15 |
| 3.2.5 Sintesis Novel KARES@PdNPs nanospheres         | 15 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN                          | 16 |
| 4..1 Karakterisasi Hasil Pwercobaan (FTIR)           | 16 |
| 4..2 Karakterisasi Hasil Pwercobaan (UV-Vis)         | 17 |
| BAB V KESIMPULAN                                     | 33 |
| Pustaka  | 34 |

## RINGKASAN

### **Sintesis dan Karakterisasi Material Pd-NPs, NiNPs, Komposit PANi-NiNPs, PANi-PdNPs, Resin Phenol-PdNPs dan Phenol Resin-NiNPs**

oleh:

Busroni, Chairil Anwar dan Suyanta

Telah disintesis material PdNPs; NiNPs, PANI-PdNPs, Resin Phenol@PdNPs nanopere dapat disintesis dengan metode refluks dengan adanya berbagai monomer seperti resin fenol, dformaldehide dan polianilin dan sebagai agen penstabil untuk nanopartikel Pd menggunakan proses refluks.. Telah dikembangkan metodologi untuk sintesis baru ES-PANI@PdNPs nanocomposite, novel RPF@PdNPs nanosphere, dan KARES@PdNPs nanospheres dan proses reduksi PdNPs berikutnya tanpa penambahan zat pereduksi atau stabilisator. PdNPs nanopartikel yang aktif secara katalitik tersebar dengan baik di permukaan RPF nanospheres. Penggabungan Formaldehide dalam Phenol Resin menghasilkan peningkatan kekasaran permukaan, yang meningkatkan luas permukaan spesifik RPF nanospheres. Analisis spektra UV–Visible mengungkapkan bahwa anilin memberikan stabilitas terbaik pada nanopartikel Pd nanospheres disintesis dengan mempolimerisasi anilin sebagai material penstabilisasi dan sebagai pereduksi Pd(II) ion menjadi Pd(0) nanopartikel serta resin phenol atau resin phenol formaldehida dapat menstabilkan Pd(II) ion menjadi Pd(0) dikarakterisasi menggunakan UV-Vis.dan FTIR. Selain itu, RPF nanospheres yang terbentuk mewarisi aktivitas pereduksi dari ligan hidroksi, yang selanjutnya meningkatkan jumlah PdNPs nanoparticle. Dengan demikian, bersama dengan persiapan reduksi yang relatif mudah, menunjukkan potensi yang sangat baik dari bahan yang difungsikan ini dalam aplikasi katalisis dan pengolahan air limbah.

## **BAB 1. PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Polianilin, resin phenolic memiliki potensi besar sebagai penstabil serta reduktor terhadap logam kationik, sehingga dari proses ini dapat membentuk material kompleks koordinasi dimana logam pusat dapat menjadi tidak bermuatan. Dari proses stabilisasi terhadap kationik logam sehingga logam transisi tertentu seperti nikel, platina serta palladium dimana logam-logam tersebut mempunyai sifat katalitik. Perubahan dari bentuk larutan ke bentuk tereduksi, sehingga pada bentuk tereduksi sehingga logam ini dapat terimmobilisasi dan sangat efisien bila diaplikasikan serta dapat digunakan secara berulang ulang dan sifat katalitik masih ada seperti sebelum diaplikasikan. Berkelanjutan dalam sintesis resin fenolik, yang telah dianggap sebagai salah satu pilihan yang paling menjanjikan untuk valorisasi lignin. Dalam karya ini, kraft lignin dari bambu digunakan sebagai pengganti fenol untuk fabrikasi novel resin fenolik (LPR) nanosfer berbasis lignin menggunakan proses hidrotermal lancar. Nanosphere LPR yang telah disiapkan kemudian digunakan sebagai zat pereduksi dan pendukung penstabil untuk sintesis nanopartikel Pd (NP). Ditemukan bahwa 40% penggantian fenol oleh lignin menyebabkan penurunan yang signifikan dari ukuran nanosfer dan peningkatan kekasaran permukaan nanosfer, yang akhirnya meningkatkan luas permukaan spesifik nanosfer LPR. Karena peningkatan luas permukaan spesifik dan aktivitas pereduksi lignin yang sangat baik, nanosfer LPR yang disiapkan memiliki jumlah pemuatan PdNPs nanopartikel yang jauh lebih tinggi dibandingkan dengan dukungan PR bebas lignin. Oleh karena itu, yang disiapkan RPF@PdNPs nanospheres menunjukkan kemampuan katalitik yang sangat efisien untuk mereduksi Cr(VI) toksik. Selain itu, nanokomposit Pd @ LPR menunjukkan penggunaan kembali yang sangat baik karena pemuatan stabil NP Pd pada dukungan berbasis lignin. Akibatnya, nanosfer berbasis lignin, yang dibuat dengan proses hidrotermal yang lancar, digunakan sebagai zat pereduksi dan pendukung untuk sintesis NP Pd, yang menyajikan pendekatan baru untuk mengembangkan bahan katalis yang difungsikan dengan lignin.

Dalam beberapa tahun terakhir, penggunaan katalis heterogen dalam sintesis organik telah mendapat perhatian yang cukup untuk efisiensi dan keberlanjutan reaksi. Selain itu, prinsip-prinsip seperti minimalisasi limbah, penggunaan limbah yang mengandung logam sebagai katalis, melakukan reaksi terbuka ke atmosfer pada suhu sekitar dan tekanan adalah pertimbangan utama. Secara khusus, penggunaan katalis yang dapat diambil dari reaksi menggunakan air sebagai pelarut sangat menarik dari sudut pandang lingkungan. Penggunaan pendukung padat, seperti diaktifkan karbon,

polimer, alumina, telah diberikan peningkatan stabilitas, reaktivitas, selektivitas, dan penggunaan kembali nanopartikel logam khusus. Banyak digunakan dalam berbagai protokol katalitik [Giri, et al., 2019].

## 1.2 Nanotechnology

Nanoteknologi telah menjadi bidang penelitian yang mendorong, yang membutuhkan pengembangan bahan rekayasa baru yang dapat berhasil diintegrasikan ke dalam teknologi yang ada. Sintesis dan aplikasi selektif bahan rekayasa tersebut sangat penting untuk pengembangan perangkat nano fungsional. Nanokomposit logam-polimer atau logam oksida-polimer diharapkan menjadi kelas penting bahan di bidang nanoteknologi. Bahan baru ini memiliki sifat elektronik dan optik, yang jelas berbeda dari nanopartikel individu. Nanokomposit yang dibuat khusus yang menunjukkan kelas properti baru dapat disintesis dengan pemilihan yang cermat dan kombinasi yang tepat dari kedua komponen (Athawale et al., 2006). Nanopartikel telah banyak dimanfaatkan sebagai katalis, agen pembawa obat (carrier), alat diagnostik, pengkontras dalam foto (Imaging), antibakteri dan antioksidan, serta antikanker. Struktur Nanopartikel dapat tersusun dari atom logam, nonlogam (organik), atau campuran. Nanopartikel bersifat hidrofobik dan permukaan nanopartikel sering dilapisi oleh suatu polimer atau molekul biorecognition untuk meningkatkan biokompatibilitas dan mengarahkan molekul biologis secara selektif. Sifat hidrofobik nanopartikel menyebabkan nanopartikel tidak membentuk suspensi yang stabil. Nanopartikel logam yang disintesis secara biologi lebih banyak disukai dibandingkan dengan nanopartikel yang disintesis secara fisiko-kimia. Hal ini disebabkan nanopartikel yang disintesis secara biologi bersifat non-toksik, tidak mencemari lingkungan, reproducible, memiliki morfologi yang baik dan mudah di-scale up serta mudah diaplikasikan dalam bidang medis. Pada metode bottom-up merupakan proses sintesis nanopartikel secara kimia dengan melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (prekursor) sehingga dihasilkan material lain yang berukuran nanometer dengan cara pembentukan nanopartikel garam dengan mereaksikan asam dan basa yang bersesuaian. Sintesis nanopartikel logam secara kimia dilakukan dengan pembentukan atom logam dari reduksi prekursor logam menggunakan reduktor kimia, seperti  $\text{NaBH}_4$ , etilen glikol, polianilina dan polipirol. Atom logam yang terbentuk akan mengalami nukleasi yang diikuti dengan pertumbuhan (growth) yang akan menghasilkan nanopartikel. Nukleasi dapat terjadi karena larutan yang supersaturated (super jenuh) tidak stabil secara termodinamika.

Nanopartikel logam mempunyai struktur tiga dimensi berbentuk solid. Partikel ini dibuat dengan cara mereduksi ion logam menjadi logam yang tidak bermuatan (nol). Reaksi proses pembentukan nanopartikel dengan cara ion logam bermuatan seperti Au, Pt, Ag, Pd, Co, Fe direduksi dengan zat pereduksi seperti natrium sitrat, natrium borohidrat ( $\text{NaBH}_4$ ), dan alkohol (Wulandari, 2021). Perkembangan di bidang nanoteknologi dengan ciri khas pada bidang kedokteran, optik, genomik, sensor, dan katalisis terlihat, karena sifat nanopartikel yang unik, ukuran yang sangat kecil (kurang dari 10 nm) dan rasio luas permukaan terhadap volume yang tinggi dibandingkan dengan logam atau ion, nanopartikel logam telah memperoleh kegunaan yang luas di bidang kimia sintesis organik sebagai katalis. Sebagian besar nanopartikel logam transisi seperti paladium, rutenium, emas, perak dan platinum telah dipelajari dan digunakan untuk aplikasi katalitik yang berbeda. Pada prinsipnya, aktivitas katalitik nanopartikel logam tergantung pada ukurannya yang lebih kecil dengan rasio luas permukaan terhadap volume yang besar yang menghasilkan hasil yang sangat baik dalam hal rendemen dan waktu reaksi.

Nanopartikel paladium ditemukan sensitif untuk banyak reaksi penggabungan karbon-karbon karena itu, CPTH-PdNPs dengan rentang ukuran 5–9 nm dianggap mengkatalisis reaksi Heck kopling karbon-karbon (**Kongor, A., et al., 2016**). PANi memiliki tiga tingkat keadaan oksidasi tergantung pada tingkat doping pada proses polimerisasi. Tiga tingkat keadaan oksidasi PANi tersebut adalah leucomeraldine base (LB) dengan tingkat tereduksi penuh, emeraldine base (EB) teroksidasi setengah dan pernigraniline base (PB) teroksidasi penuh [4]. Dari ketiga tingkat keadaan PANi, yang banyak diteliti adalah EB [**Ayad, MN, et al., 2020**]. Polianilin (PANi) mempunyai kekurangan karena sifat material yang kaku sehingga sedikit sulit dikemas secara fleksibel dan hanya terbatas pada aplikasi tertentu. Aplikasi sensor, termal elektrik dan baterai membutuhkan material konduktif yang memiliki sifat fleksibel dan mudah dilipat (foldable). Oleh karena itu, berdasarkan kekurangan polianilin (PANi) diperlukan modifikasi untuk mengatasi kekurangan polianilin (PANi) pada akhirnya dapat dijadikan material yang fleksibel (William & Sitorus, 2014). Nanopartikel karena telah menarik banyak peneliti untuk proses organik yang berbeda, misalnya, reaksi Suzuki-Miyaura, Mizoroki-Heck, Sonogashira, Stille, Hiyama dan Tsuji-Trost Nanoteknologi telah menjadi bidang penelitian yang mendorong, yang membutuhkan pengembangan bahan rekayasa baru yang dapat berhasil diintegrasikan ke dalam teknologi yang ada. Sintesis dan aplikasi selektif bahan rekayasa tersebut sangat penting untuk pengembangan perangkat nano fungsional. Nanokomposit

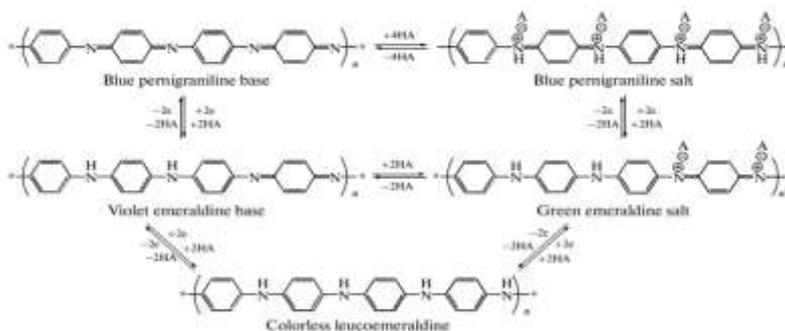
logam transisi-polimer atau logam oksida-polimer diharapkan menjadi kelas penting bahan dibidang nanoteknologi (*Athawale et al., 2016*). Kerja katalitik untuk nanopartikel logam mulia telah menerima banyak minat yang berasal dari berbagai aplikasinya yang berguna di berbagai bidang, seperti dalam sensor, perawatan biomedis, konversi energi, katalisis, dan sebagainya (Chen dkk., 2020) semua NP logam mulia, NP paladium (Pd) menarik perhatian yang cukup besar karena mereka memiliki aktivitas katalitik yang besar dan kapasitas adsorpsi hidrogen yang luar biasa dalam suhu rendah. Oleh karena itu, NP Pd banyak digunakan sebagai katalis yang efektif untuk eliminasi cepat polutan organik dan logam berat dengan transformasi katalitik dari polutan ini. Secara khusus, reduksi katalitik berbasis Pd menunjukkan potensi tinggi dalam pengolahan air limbah yang mengandung kromium Cr(VI) heksavalen, karena dapat mengubah Cr (VI) yang sangat beracun menjadi Cr(III) yang relatif tidak beracun dan inert yang dapat dengan mudah dihilangkan. dari sistem berair dalam bentuk hidroksida yang tidak larut. (**Kongor, A. et al., 2016; Shilin Chen, et all, 2020**). Koloid Palladium nanopartikel sebagai katalis menunjukkan aktivitas katalitik yang tinggi karena sifat fisik dan kimianya yang unik, namun ketidakstabilan dan kesulitan dalam pembuatannya masih merupakan keterbatasan yang perlu diperbaiki, untuk mengatasi tantangan ini, banyak upaya telah dilakukan untuk pengembangan katalis komposit di mana katalis diimobilisasi pada pendukung padat, seperti polianilin, polipirrol. Dukungan pada padat tidak hanya memfasilitasi pembuatannya, tetapi juga menjaga aktivitas katalitik palladium nanopartikel atau PdNPs yang tinggi. (**Kongor, A. et all, 2016**). Resin fenolik (PR) adalah jenis polimer sintesis dengan banyak keunggulan, seperti sintesis yang mudah, kekuatan mekanik yang sangat baik, sifat tahan panas dan kelembaban yang luar biasa. Karena keunggulan ini, mereka telah digunakan sebagai bahan pendukung untuk NP logam. Prociak dkk. resin fenolik yang disintesis mendukung NP perak menggunakan asam tanat sebagai zat pereduksi dan gelatin sebagai penstabil pendukung dan menemukan bahwa komposit yang disiapkan menunjukkan aktivitas antimikroba yang baik. Zheng dkk. Namun, karena ketidakterbaruan dan toksisitas bahan baku untuk sintesis resin PR, ada peningkatan minat untuk menggunakan alternatif berkelanjutan dalam produksi material. Karena struktur polifenol, lignin memiliki potensi besar sebagai pengganti berkelanjutan untuk sintesis resin fenolik (PR), yang telah dianggap sebagai salah satu pilihan yang paling menjanjikan untuk aplikasi nilai tambah lignin. Di sini, nanosfer resin fenolik berbasis lignin (LPR) monodisperse disiapkan dengan sintesis hidrotermal, dan kemudian nanosfer yang dihasilkan digunakan sebagai zat

pereduksi dan penstabil dukungan untuk melumpuhkan PdNPs. Penggabungan lignin ke dalam PR menghasilkan penurunan yang signifikan dari ukuran dukungan dan peningkatan kekasaran permukaan. Pemulihan katalis untuk reaksi kimia organik sangat penting dari sudut pandang industri dan ekonomi. Oleh karena itu, setelah model selesai dioptimalkan, Reaksi Mizoroki-Heck, daur ulang nanokatalis dinilai. Nanokatalis digunakan kembali selama lima siklus katalitik tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya. Stabilitas katalitik dan perubahan morfologi dikonfirmasi oleh mikrograf TEM, setelah menjalankan daur ulang kedua. Potensi daur ulang nanokatalis dipertahankan. Selanjutnya, setelah menjalankan keenam daur ulang nanokatalis penurunan aktivitas katalitik diuji oleh mikrograf TEM seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7b yang menunjukkan tanda agregasi. Dengan demikian, CPTH-PdNPs terbukti menjadi nanokatalis yang efisien untuk reaksi kopling silang Mizoroki-Heck selama lebih dari lima siklus. (**Kongor, A. et al., 2016**)

## BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Polimer

Polimer berasal dari bahasa Yunani yakni *poly* yang berarti banyak dan *mer* yang berarti bagian atau satuan. Polimer memiliki ciri utama yaitu rantai yang panjang dan berat molekul yang besar. Suatu rangkaian molekul yang panjang yang tersusun dari pengulangan kesatuan molekul yang sederhana dan kecil disebut dengan polimer. Molekul yang sederhana dan kecil tersebut disebut dengan monomer. Polimer dengan massa molekul yang besar disebut juga dengan polimer tinggi. Polimer jenis ini dapat ditemui di alam seperti selulosa, pati, protein, dan kitosan. Selain itu polimer tinggi juga dapat disintesis seperti polivinil alkohol, polivinil klorida, polietilena, polianilin dan polipirol. Salah satu polimer tinggi yang sering dijumpai dalam kehidupan sehari-hari yaitu plastik (Boeva, et al., 2014).



### 2.2 Polianilin (PANI)

#### 2.2.1 Aniline

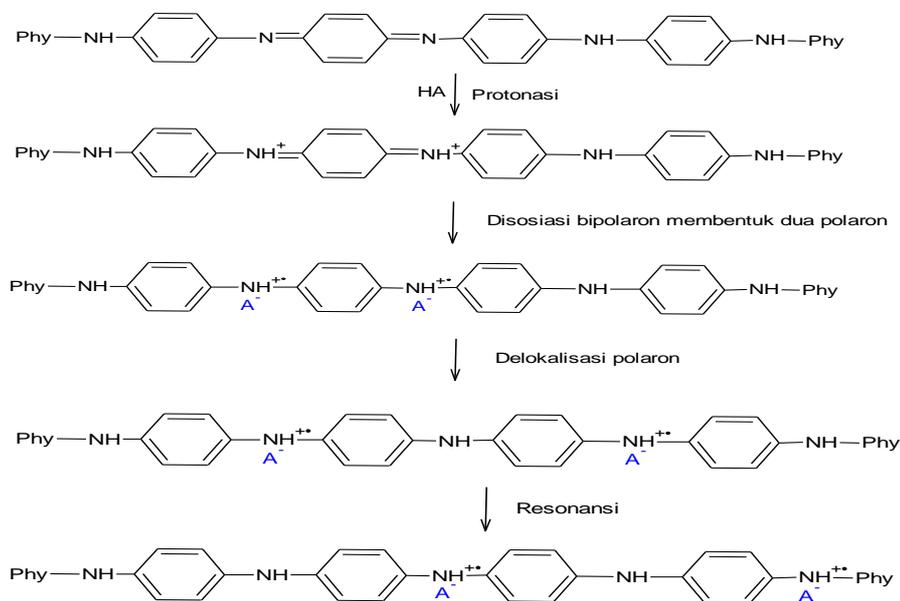
Polianilin dan polipirol merupakan suatu polimer konduktif yang dihasilkan dari proses polimerisasi monomer aniline dalam suasana asam. Aniline (fenilamin atau aminobenzene) merupakan senyawa amina aromatic dengan struktur  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$  yang terdiri dari gugus fenil terikat gugus amino atau dengan kata lain, molekul aromatic-amina primer dibentuk dengan mengganti satu atom H molekul benzene dengan kelompok amina. Anilin tidak berwarna, berminyak, dan mengeluarkan bau benyengat dan bersifat basa.

#### 2.4.2 Polimer anilina

Polimer ini dikenal karena kemudahan sintesisnya, stabilitas lingkungannya dan keunikan kimia oksidasi/reduksi dan doping/dedoping asam/basanya. Sifat konduktif pada polianilin karena adanya ikatan rangkap terkonjugasi. Keunikan karakteristik polianilin inilah yang mengakibatkan polianilin dapat dimanfaatkan dalam bidang peralatan hemat

energy, inhibitor korosi, dan sensor kimia. Studi struktur molecular polianilin konduktif memeperlihatkan struktur rantai polianilin sangat teratur. Polianilin memiliki struktur polimerik yang khas yakni memiliki tiga bentuk keadaan teroksidasi yang berbeda dari jumlah atom nitrogen pada backbone-nya. Polianilin dapat dibedakan berdasarkan keadaan teroksidasinya yakni lekomerakdin dalam bentuk tereduksi penuh dan tidak memiliki atom nitrogen yang teroksidasi, emeraldin dalam bentuk setengah teroksidasi dimana memiliki setengah atom nitrogen yang teroksidasi dan pernigranilin dalam bentuk teroksidasi penuh dimana semua atom nitrogennya teroksidasi.

Bentuk konduktif dari basa emeraldin disebut garam emeraldin. Bentuk dasar basa emeraldin berubah menjadi garam emeraldin melalui reaksi oksidasi dengan asam-asam protonik seperti HCl, sebaliknya bentuk garam emeraldin data dikembalikan menjadi bentuk basa emeraldin melalui reaksi reduksi dengan agen reduktan seperti NH<sub>4</sub>OH. Sebelumnya rantai polianilin telah ditunjukkan melalui reaksi bahwa polianilin terbentuk oleh berbagai kombinasi dari dua jenis ikatan yang tersusun berulang. Berdasarkan struktur ini, polianilin memiliki sifat yang unik serta mekanisme kelistrikan yang membedakan dengan polimer konduktif lainnya. Salah satu contoh yang membedakan adalah konduktivitas polianilin dapat bervariasi seiring dengan tingkat oksidasi (variasi jumlah elektron) dan tingkat terprotonasi (variasi jumlah proton).



Gambar 1. Protonasi Basa Emeraldin untuk Membentuk Garam Emeraldin

### 2.3 Polimerisasi polianilin

Berdasarkan mekanisme reaksi pembentukan polimer (polymerization mechanism), polimer dikelompokkan menjadi tiga kelompok besar, yaitu polimer adisi, polimer kondensasi, dan

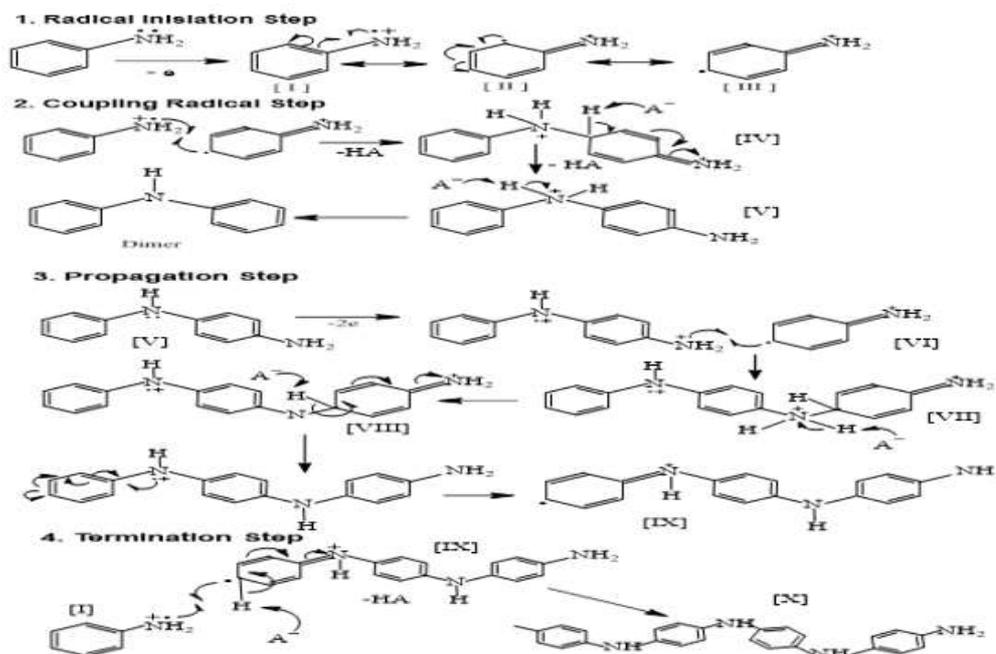
polimer pembukaan cincin. Polimer ini dihasilkan berdasarkan reaksi penambahan monomer kepada rantai polimer yang sedang tumbuh dengan cepat dari suatu reaksi berantai. Polimerisasi adisi melibatkan tiga tahap mekanisme reaksi yaitu inisiasi, propagasi dan terminasi.

Tahap pertama proses polimerisasi anilin secara adisi yaitu inisiasi. Pada tahap ini terjadi pembentukan radikal yang dapat terjadi karena termal dekomposisi maupun keberadaan inisiator, dalam hal ini yaitu oksidator  $\text{FeCl}_3$ . Tahap inisiasi terdiri dari dua tahap yaitu pemutusan homolisis inisiator menghasilkan radikal dan selanjutnya radikal inisiator bergantung dengan monomer aniline sehingga menyebabkan monomer aniline menjadi kation radikal. Tahap kedua yaitu propagasi, dimana monomer radikal yang dihasilkan pada proses inisiasi akan mengadisi ikatan rangkap monomer lainnya dengan proses yang amat cepat membentuk dimer, trimer, oligomer radikal yang diikuti dengan pelepasan  $2\text{H}^+$ .

Tahap polimerisasi terakhir yaitu terminasi. Rantai radikal polimer dapat diakhiri pada suatu waktu sepanjang polimerisasi melalui tiga cara antara lain:

1. Kombinasi, yaitu radikal polimer bergabung menghasilkan polimer mati,
2. Disproporsionasi, yaitu penarikan hidrogen dari rantai radikal polimer yang lain,
3. Reaksi transfer rantai dimana radikal polimer ditransfer pada molekul netral, bias monomer, pelarut atau zat pentransfer.

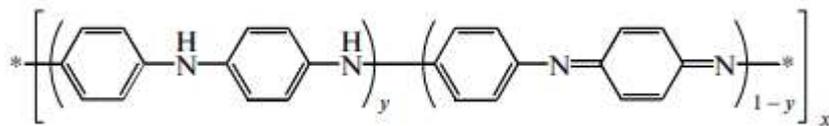
Model mekanisme reaksi polimerisasi berdasar kajian Busroni dkk, 2022, sebagai berikut.:



Gambar 2. Mekanisme Polimerisasi Polianilin (Busroni dkk, 2022)

## 2.4 Karakterisasi Komposit Polianilin

Komposit polianilin pasti memiliki perbedaan signifikan baik dari sifat kelistrikannya maupun struktur polimer polianilin. Perbedaan tersebut dapat ditimbulkan dengan adanya penggunaan senyawa dopant pada polianilin, yang secara otomatis dapat merubah segala morfologi dari permukaan polimer polianilin. Polimer polianilin umum tanpa penambahan dopan memiliki struktur sebagai berikut :



Struktur Polianilin

Setiap karakterisasi ini akan memberikan sebuah informasi mengenai hasil dari polimerisasi polianilin sehingga diperoleh polianilin yang bersifat konduktif. Karakterisasi meliputi analisis *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR).

## **BAB 3. METODE PENELITIAN**

### **Kegiatan Penelitian**

Kegiatan penelitian Tahun 2022 merupakan kelanjutan dari penelitian yang telah dilakukan pada tahun 2018 sebelumnya dalam upaya untuk menûapatkan senyawa nanomaterial yang mempunyai fungsi lain sebagai katalis, sedangkan banyak peneliti masih melakukan kajian-kajian sebagai sensor, adsorben, sedangkan dalam kegiatan penelitian mendukung penelitian ini ada beberapa kegiatan penelitian yaitu (1). Komposit ES-PANi@PdNPs nanocomposites; (2). RPF@NiNPs nanospheres (3), RPF@NiNPs nanospheres; (4). Sintesis CTSN@PdNPs nanospheres; (5). Sintesis KARES@PdNPs nanospheres;

### **3.1.1 Pembuatan Larutan**

#### **3.1.1.1 Larutan Anilin 1 M**

Anilin diambil sebanyak 10 gram (sesuai dengan berat Nata de Coco yang telah ditimbang). Larutan dipindah ke dalam gelas beaker, kemudian disiapkan untuk terjadinya polimerisasi.

#### **3.1.1.2 Larutan FeCl<sub>3</sub> 1 M 100 mL**

Padatan besi (III) klorida disiapkan sebanyak 16.25 gram, kemudian dilarutkan secukupnya dengan akuades (<100 mL) dalam gelas beaker. larutan diaduk hingga homogen. Larutan dipindah ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambah dengan akuades sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

### **3.2 Prosedur percobaan**

#### **3.2.1 Sintesis Novel ES-PANI@PdNPs nanocomposites**

Semua bahan kimia (anilin) yang digunakan adalah dari A.R. grade dan disuling sebelum digunakan. Amonium persulfate digunakan saat diterima. Nanopartikel Pd disintesis dengan metode refluks termal. Campuran reaksi (100 ml) yang mengandung 20 mg PdCl<sub>2</sub> 5H<sub>2</sub>O; direfluks selama 48 jam pada suhu 50°C. FeCl<sub>3</sub> 5 gram/10 mL digunakan sebagai agen pengoksidasi untuk pembuatan nanokomposit. Lebih lanjut, rincian tentang sintesis nanokomposit. ([Athawale et al., 2006](#))

#### **3.2.2 Sintesis Novel RPF@NiNPs nanospheres**

Semua bahan kimia (Resin Phenol Formaldehida) dibuat berdasarkan Shilin et al., 2020, ditimbang 1 gram RPF tanpa pemurnian Nanopartikel Ni<sup>0</sup> disintesis dengan metode refluks termal. Campuran reaksi (25 ml) yang mengandung 0,05 mg NiNO<sub>3</sub>; dan 2 mL anilin (stabilizer) dengan pelarut etanol dan direfluks selama 6 jam pada suhu 50°C. Keberhasilan produk dengan indikasi telah terjadi perubahan padatan yaitu padatan awal berwarna pale-yellow menjadi padatan white-darkened.

### **3.2.3 Sintesis Novel RPF@PdNPs nanospheres**

Semua bahan kimia (Resin Phenol Formaldehida) dibuat berdasarkan Shilin et al., 2020, ditimbang 1 gram yang digunakan tanpa pemurnian. Nanopartikel Pd<sup>0</sup> disintesis dengan metode refluks termal. Campuran reaksi (25 ml) yang mengandung 10 mg PdCl<sub>2</sub> 5H<sub>2</sub>O; dan direfluks selama 6 jam pada suhu 50°C. Keberhasilan produk dengan indikasi telah terjadi perubahan padatan yaitu padatan awal berwarna pale-yellow menjadi padatan white-darkened.

### **3.2.4 Sintesis Novel CTSN@PdNPs nanospheres**

Semua bahan kimia (Chitosan), ditimbang 1 gram yang digunakan tanpa pemurnian. Nanopartikel Pd<sup>0</sup> disintesis dengan metode refluks termal. Campuran reaksi (25 ml) yang mengandung 10 mg PdCl<sub>2</sub> 5H<sub>2</sub>O; dan direfluks selama 6 jam pada suhu 50°C. Keberhasilan produk dengan indikasi telah terjadi perubahan padatan yaitu padatan awal berwarna pale-yellow menjadi padatan white-darkened.

### **3.2.5 Sintesis Novel KARES@PdNPs nanospheres**

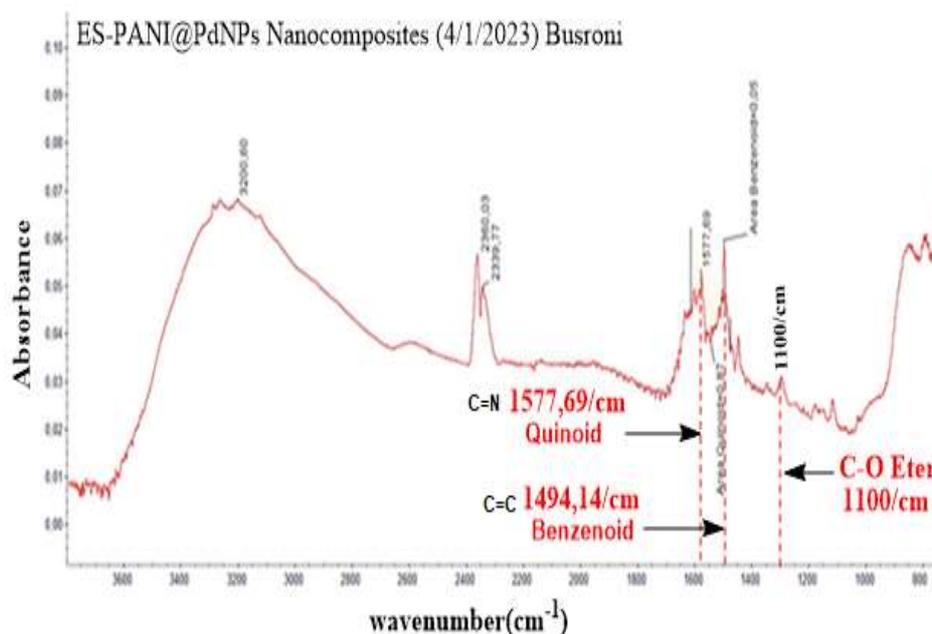
Semua bahan kimia (Calix[4]resorcinarene dibuat berdasarkan prosedur Utomo et al., 2007), Ditimbang 1 gram calix[4]resorcinarenes dilarutkan dengan aquadest diaduk selama 30 menit pada suhu 50°C dan ditambahkan 20 mg PdCl<sub>2</sub> dan direfluks selama 6 jam. Keberhasilan produk dengan indikasi telah terjadi perubahan padatan yaitu padatan awal berwarna pale-yellow menjadi padatan white-darkened.

## IV. Hasil dan Pembahasan

Morfologi permukaan katalis diselidiki dengan analisis FTIR dan UV vis mengkonfirmasi pembentukan struktur granular/nanospheres, seperti yang terlihat pada Gambar. 1 (ES-PANI@PdNPs nanokomposit; Gambar 2 RPF@NiNPs nanospheres; Gambar 3.RPF@PdNPs nanospheres; Gambar 4. CTSN@PdNPs nanospheres; Gambar 5. KARES@PdNPs nanospheres ; Gambar 6.

- 3.2.1 Sintesis Novel ES-PANI@PdNPs nanocomposites
- 3.2.2 Sintesis Novel RPF@PdNPs nanospheres
- 3.2.3 Sintesis Novel RPF@NiNPs nanospheres
- 3.2.4 Sintesis Novel CTSN@PdNPs nanospheres
- 3.2.5 Sintesis Novel KARES@PdNPs nanospheres

### IV.1.1 Hasil Karakterisasi Novel ES-PANI@PdNPs nanocomposite dengan FTIRs



Gambar 3. Spectra FTIR material Novel **ES-PANI@PdNPs nanokomposit**

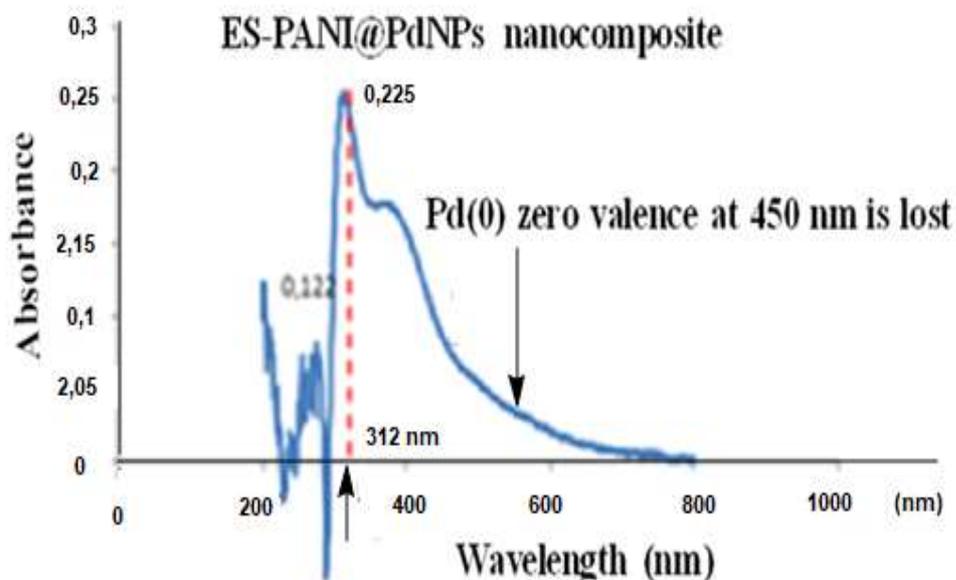
Pada Gambar 3 spektrum FT-IR, anti prostat, dan senyawa kanker MCF-7 merupakan kompleks  $[Pd(en)(8HQ)]NO_3$ , menurut hasil penelitian [Wulandari et al., 2021 ], bahwa ion paladium dapat membentuk senyawa kompleks dengan etilendiamin dalam kompleks  $[Pd(en)(8HQ)]NO_3$ . Hasil investigasi dengan FTIR diperoleh puncak serapan pada 1110, 2920, 3020, dan 3414  $cm^{-1}$  terkait dengan puncak serapan C–O eter, C–H aromatik, C-H

alifatik, N-H amina, dan puncak serapan pada 1500 dan 1600  $\text{cm}^{-1}$  terkait dengan C=C aromatik, dan C=N imina. Pada penelitian ini, dan investigasi kompleks nanokomposit ES-PANI@PdNPs diperoleh puncak luas serapan pada 3200-3400; 1577.69; 1494,14  $\text{cm}^{-1}$  terkait dengan puncak serapan N-H, C=N imina (Quinoid), C=C aromatik (Benzenoid). Sementara itu, hasil nanokomposit ES-PANI@PdNPs [Mazzeu et al., 2016]

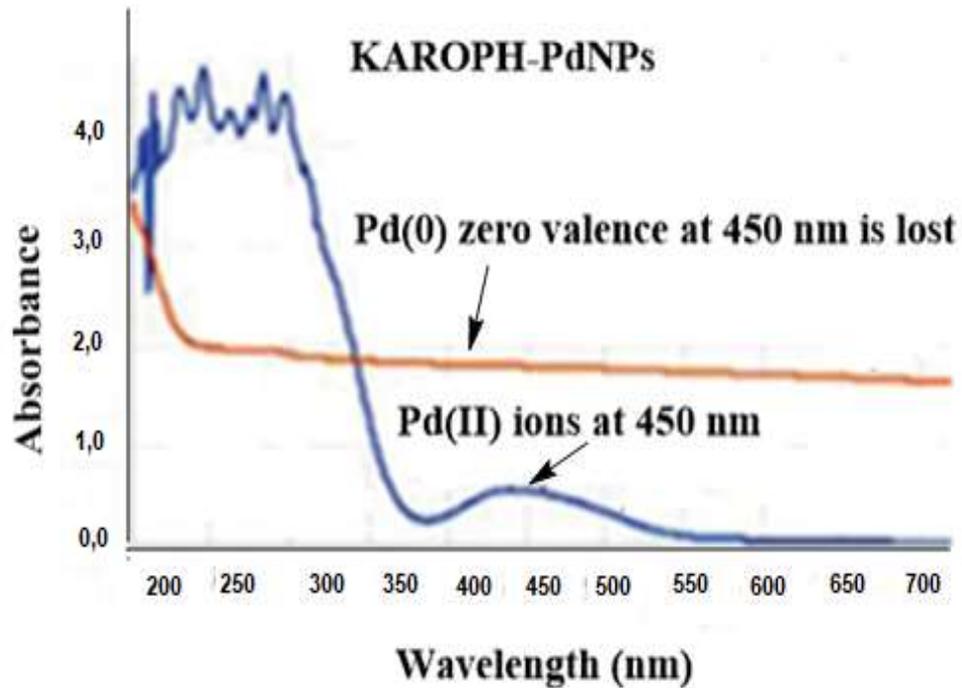
#### IV.1.2 Hasil Karakterisasi Novel ES-PANI@PdNPs nanocomposite dengan UV-Vis

Investigasi Nanokomposit ES-PANI@PdNPs Menggunakan UV-Vis

Investigasi menggunakan spektroskopi UV-vis untuk melacak terjadinya perubahan Pd(II) menjadi Pd(0), berdasarkan hasil penelitian ini bahwa bahan baru nanokomposit ES-PANI@PdNPs digunakan oleh kelompok peneliti untuk mensintesis paladium nanopartikel. Untuk pengetahuan ini, belum ada yang melaporkan penggunaan nanokomposit ES-PANI@PdNPs sebagai agen pereduksi dan penstabil untuk mensintesis nanopartikel, khususnya, PdNPs atau nanopartikel paladium. Di sini telah disiapkan PdNP menggunakan paladium klorida dan ES-PANI insitu di perairan tanpa menggunakan agen pereduksi atau penstabil eksternal. Penyelidikan menggunakan spektroskopi UV-Vis ditemukan serapan pada 312 nm pada Gambar 6, yang menunjukkan telah terjadi proses reduksi ion Pd(II) menjadi Pd(0) valensi nol, dan serapan pada 450 nm telah hilang pada Gambar 7, karena adanya gugus C=N imine (Quinoid), dan amina dalam senyawa nanokomposit ES-PANI@PdNPs. Dengan demikian, terdispersi dalam air. Nanokomposit ES-PANI@PdNPs dibentuk melalui reduksi kimiawi dengan metode refluks. Morfologi nanopartikel yang terbentuk dianalisis dengan spektroskopi UV-Vis pada Gambar 4, dan Gambar 5, di bawah ini:



**Gambar 4. Analisis UV-Vis ES-PANI@PdNPs nanocomposite**

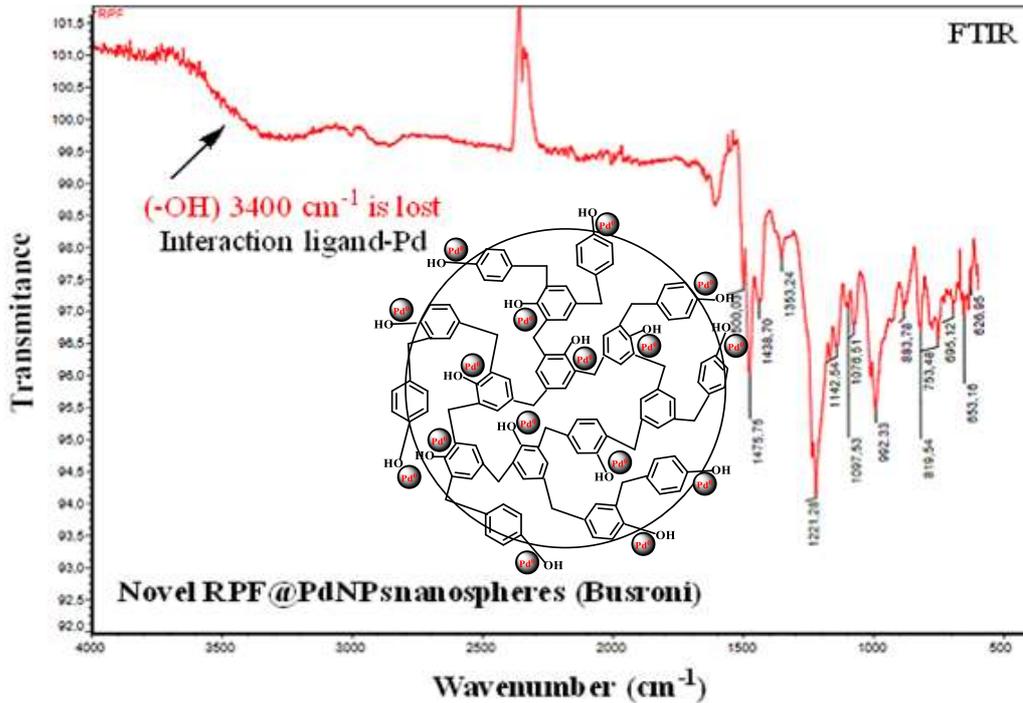


**Gambar 5. UV-Vis: KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022)**

Berdasarkan analisis UV-Vis larutan ion Pd(II), hasil analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum pada 450 nm dan Pd(0) pada material KAROPH-PdNPs pada Gambar 2 hasil analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan pada 200-250 nm, artinya telah terjadi proses reduksi oleh gugus hidrazin dan serapan pada 450 nm telah hilang [Busroni et al., 2022; Boeva et al., 2014], sedangkan untuk material komposit pada nanokomposit ES-PANI@PdNPs, Gambar 3. hasil analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum pada 312 nm, artinya telah hilang. Penambahan larutan paladium klorida ke dalam larutan insitu ES-PANI dan dipanaskan sampai 500C menunjukkan perubahan warna dari kuning menjadi coklat tua. Setelah satu jam pembentukan suspensi nanokomposit ES-PANI @ PdNPs yang dikonfirmasi sebelumnya. Spektrum UV-vis diambil untuk memantau dan memverifikasi nanokomposit ES-PANI @ PdNPs yang terbentuk. Larutan paladium klorida memberikan pita serapan maksimum yang luas sekitar 400-600 nm yang mengacu pada keberadaan Pd(II). Hilangnya pita pada 450 nm pada Gambar 6 menurut hasil analisis UV-Vis pada Gambar 3 [Busroni et al., 2022; Boeva et al., 2014; Dhaoui et al., 2010

dan Omole et al., 2017] ditemukan karena reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) keadaan oksidasi mengkonfirmasi pembentukan PdNPs mengubah penyerapan sekitar 312 nm sebagai Pd(0) pada Gambar 6. Kemudian keberadaannya dibandingkan berdasarkan hasil penelitian [Panchal et al., 2018; Patel et al., 2014; dan Torshizi et al., 2016], dan larutan encer PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O ditambahkan ke larutan air panas PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O dengan volume yang sama. Campuran yang dihasilkan diaduk dengan kuat dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 6 jam. Reduksi paladium dikonfirmasi dengan perubahan warna dari kuning menjadi coklat kehitaman yang berarti terjadi perubahan serapan Pd(II) menjadi Pd(0). Telah terjadi perubahan serapan dari 400 nm menjadi sekitar 260 nm dikonfirmasi menggunakan spektroskopi UV-Vis sebagai nanokomposit ES-PANI@PdNPs tidak larut dalam air dan mengurangi valensi nol Pd(0) dalam nanokomposit ES-PANI@PdNPs. Demikian hasil nanokomposit ES-PANI@PdNPs. Spektroskopi UV-Vis terutama digunakan untuk mengevaluasi pembentukan nanokomposit ES-PANI@PdNPs dan perubahan warna yang berbeda dari kuning menjadi coklat kehitaman yang mengkonfirmasi pembentukan bahan Emeraldine Salt-PANI@PdNPs atau ES-PANI@PdNPs. nanokomposit pada Gambar 6, menurut hasil penelitian [Kongor et al., 2016; Kebiche et al., 2020, dan Torshizi et al., 2016]. Berdasarkan hasil penelitian [Kebiche et al., 2020] dilaporkan bahwa spektrum UV-Vis dari nanopartikel PdNPs hasil sintesis terekam pada spektrofotometer pada rentang panjang gelombang 200–600 nm yang menunjukkan spektrum UV-Vis dari campuran reaksi tanpa perlakuan yang mengandung ion Pd(II) absorpsi pada puncak 465 nm diamati dalam spektrum yang mewakili absorpsi ion Pd(II). Di sisi lain, serapan maksimum yang kuat muncul pada 324 nm, menunjukkan bahwa reduksi ion Pd(II) oleh polianilin telah terjadi dan pembentukan nanopartikel paladium telah terjadi. Tidak adanya puncak yang sesuai dengan ion Pd(II) dalam nanopartikel sol menunjukkan bahwa konversi telah terjadi sepenuhnya dari ion Pd(II) ke bentuk Pd valensi nol, telah terjadi perubahan warna dari kuning menjadi hitam. Analisis menggunakan spektrum UV-Vis PANI dalam bentuk basa didominasi oleh dua pita serapan, satu pada 330 nm (LB), terfiksasi pada cincin benzenoid, dan satu lagi pada pita tampak. Wilayah, 630 nm (IQ), terkait dengan cincin quinoid [Mazzeu et al., 2016] dan UV-Vis dari spektrum nanokomposit Pd-PANI, menunjukkan adanya dua puncak di setiap sampel (refluks dan iradiasi), satu diamati pada 411 nm dan 393 nm, dan puncak lebar masing-masing pada 560 nm sesuai dengan fase pernigraniline. Namun, keberadaan nanopartikel Pd tidak dapat dibedakan dalam nanokomposit karena puncak nanopartikel Pd ditemukan tumpang tindih dengan polimer. [Athawale et al., 2003, Kebiche et al., 2020

#### IV.2.1 Hasil Karakterisasi FTIR : Novel Sintesis Novel RPF@PdNPs nanospheres



Gambar 6 FTIR spectra material Novel RPF@PdNPs nanospere

Pada gambar 6 Diatas menggambarkan spektrum FT-IR dari yang terpapar palladium, yaitu serapan sekitar  $3400\text{ cm}^{-1}$ . Puncak pada  $3600\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ . sesuai dengan vibrasi stretching gugus OH dari gambar 5 terlihat bahwa pada daerah serapan  $3400\text{ cm}^{-1}$  telah hilang karena terjadi interaksi gugus OH (sebagai ligan) dengan Pd(II) ion berubah menjadi Pd(0) valensi nol (hai ini dapat dijelaskan menggunakan analisis UV-Vis pada gambar dibawah).artinya pada material baru Novel RPF@PdNPs nanospere mengandung PdNPs. Hal iuni dapat dikaitkan terdapat interaksi molekul atau gugus OH dengan Ion Pd(II) menjadi Pd(0) dengan adanya PdNPs nanopartikel.

#### IV.2.2 Investigasi dengan UV-Vis Novel RPF@PdNPs nanospheres

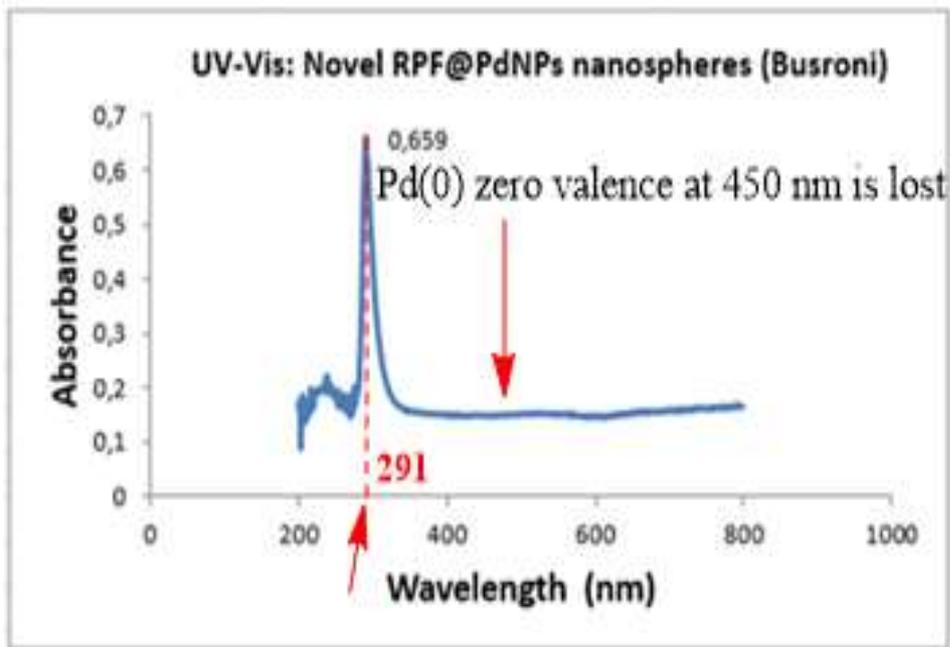
Konsep nanosfer RPF@PdNPs sebagai reduksi katalitik kromium (VI)

Berdasarkan Gambar 4 (UV-Visible), diilustrasikan konsep RPF@PdNPs sintesis nanokatalis nanosfer dan reduksi katalitik Cr(VI) menggunakan nanokatalis dengan adanya asam format.

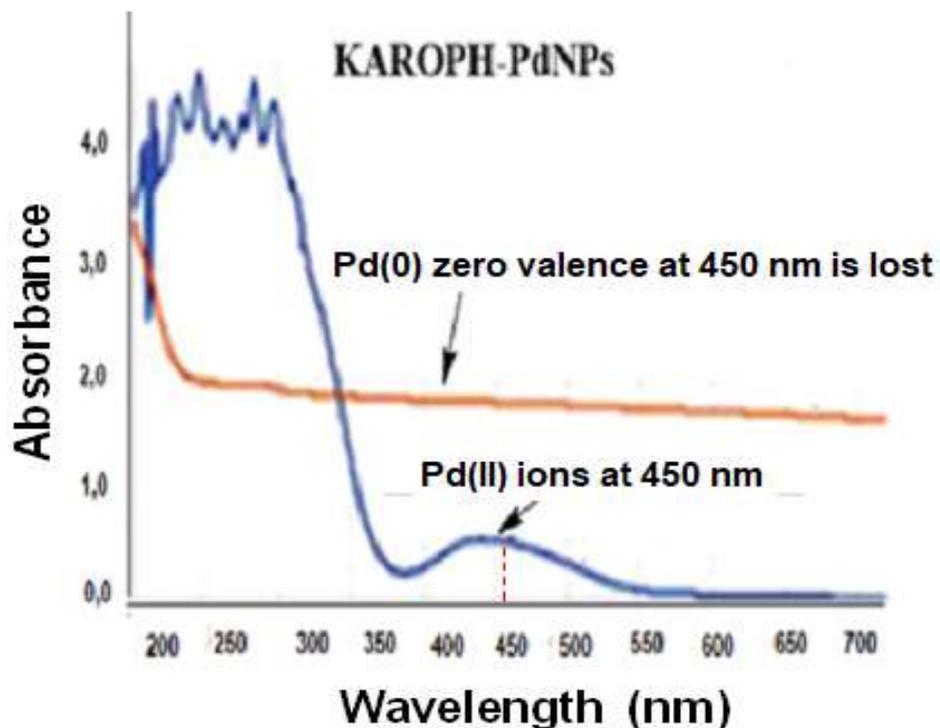
Nanokatalis disiapkan dalam dua langkah: proses hidrotermal sederhana untuk mensintesis nanosfer RPF dan metode reduksi untuk mereduksi ion Pd(II) menjadi nanosfer RPF@PdNPs tanpa agen pereduksi. Nanokatalis nanosfer RPF@PdNPs disiapkan untuk detoksifikasi Cr(VI) melalui proses reduksi katalitik. H sebagai hidrida yang dihasilkan selama penguraian asam format akan diadsorpsi/adsorpsi secara kimiawi pada permukaan nanosfer RPF@PdNPs yang digunakan sebagai sumber elektron untuk reduksi katalitik Cr(VI). Setelah reaksi selesai, nanokatalis dipulihkan dengan sentrifugasi/dekantasi dan digunakan kembali untuk proses reaksi selanjutnya

Investigasi menggunakan spektroskopi UV-vis untuk melacak terjadinya perubahan Pd(II) menjadi Pd(0), berdasarkan hasil penelitian ini bahwa nanosfer RPF@PdNPs digunakan oleh kelompok peneliti untuk mensintesis nanopartikel paladium. Sejauh pengetahuan ini, belum ada yang melaporkan penggunaan nanosfer RPF@PdNPs sebagai agen pereduksi dan penstabil untuk mensintesis partikel nano, khususnya, partikel nano PdNP atau paladium. Di sini telah disiapkan PdNP menggunakan paladium klorida dan RPF dalam air tanpa menggunakan zat pereduksi atau penstabil eksternal. Dengan demikian, terdispersi dalam air, nanosfer RPF @ PdNPs dibentuk oleh reduksi kimia dalam satu metode. Morfologi nanopartikel yang terbentuk diselidiki dengan spektroskopi UV-Vis. Penambahan paladium klorida ke dalam larutan RPF (Formaldehyde Phenol Resin) panas muncul pada suhu 800C dan menunjukkan perubahan warna dari kuning pucat menjadi putih-gelap setelah diaduk selama 8 jam. Setelah 8 jam sebelumnya dipastikan terbentuknya koloid RPF@PdNPs nanosfer sebagai katalis. Spektrum UV-vis diambil untuk memantau dan menyelidiki serapan maksimum dari hasil analisis menggunakan bahan UV-Vis RPF@PdNPs yang terbentuk. Serapan maksimum diperoleh pada panjang gelombang 291 nm pada Gambar 4. Larutan paladium klorida memberikan pita serapan maksimum yang luas 400-600 nm yang mengacu pada keberadaan Pd(II). Kehilangan pita pada 450 nm ( $\text{PdCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) (Busroni et al., 2022). ditemukan bahwa akibat reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) keadaan oksidasi yang dikonfirmasi sebagai pembanding pembentukan PdNPs terjadi perubahan serapan sekitar 250 nm sebagai Pd(0) berdasarkan hasil penelitian Panchal et al., 2018,  $\text{PdCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  larutan berair ditambahkan ke volume yang sama larutan air panas  $\text{PdCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Campuran yang dihasilkan diaduk dengan kuat dan dipanaskan pada suhu 800C selama 6 jam. Reduksi paladium dikonfirmasi dengan perubahan warna dari kuning pucat menjadi putih kehitaman, artinya terjadi perubahan serapan Pd(II) menjadi Pd(0). Ada perubahan dalam penyerapan dari 450 menjadi 291 nm, dikonfirmasi menggunakan spektroskopi UV-Vis sebagai nanosfer RPF@PdNPs yang tidak larut dalam air dan pengurangan valensi nol Pd(0) dalam

RPF@PdNPs. Dengan demikian hasil RPF@PdNPs selanjutnya digunakan untuk melakukan proses uji katalitik. Spektroskopi UV-Visible terutama digunakan untuk mengevaluasi pembentukan RPF@PdNPs dan perubahan warna yang berbeda dari kuning pucat menjadi putih-gelap, mengkonfirmasi pembentukan RPF@PdNPs pada Gambar 4, menurut hasil penelitian oleh Kongor A. , et al., 2016 dan Panchal, et al., 2018.



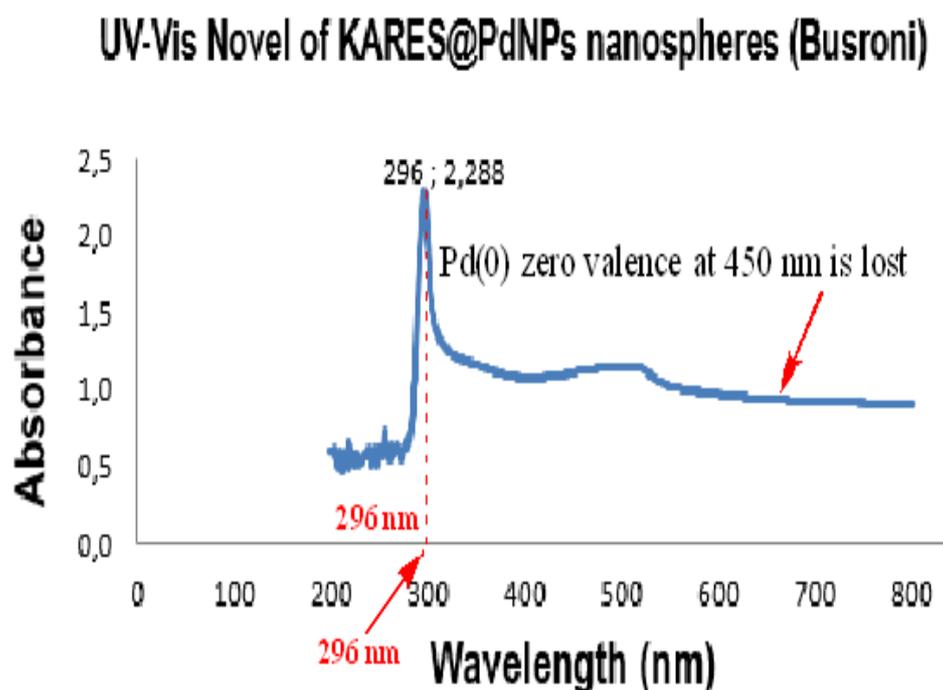
Gambar 7. Analisis UV-Vis Novel RPF@PdNPs nanospheres



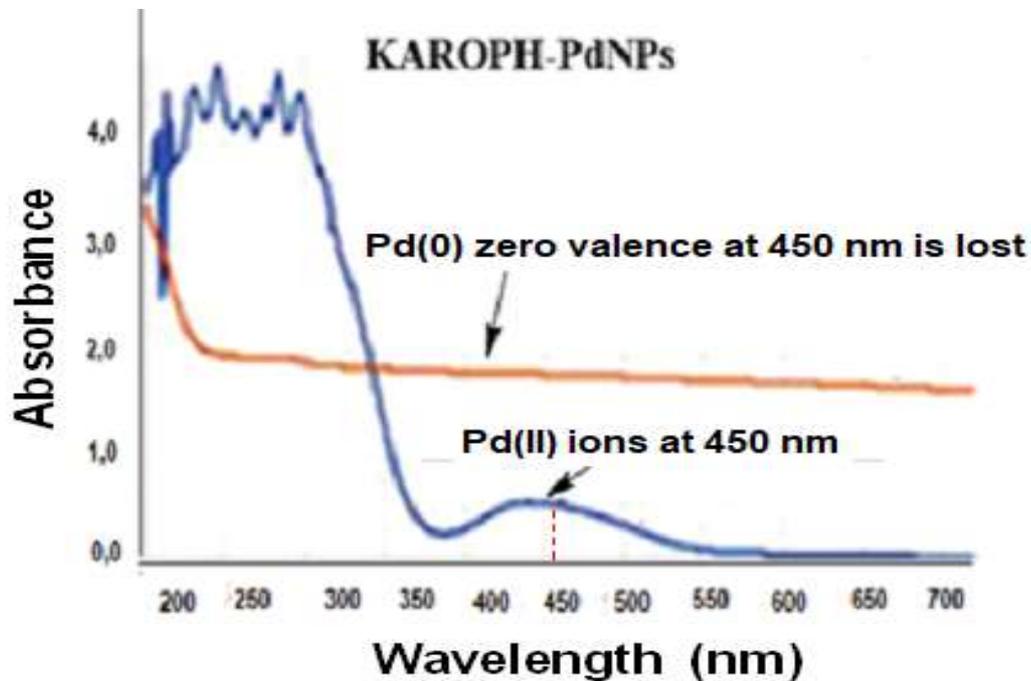
Gambar 8. Analisis Spektra UV-Vis KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022)

Berdasarkan investigasi UV-Visible Pd(II), hasil investigasi menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum Pd(0) pada 450 nm dalam KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022), hasilnya dari analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan pada 200-250 nm (Boeva et al., 2014) artinya telah terjadi proses reduksi oleh gugus hidrazin dan serapan pada 450 nm telah hilang [Busroni et al., 2022), sedangkan pada komposit nanosfer RPF@PdNPs, Gambar 7 hasil analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum pada 291 nm, artinya telah hilang. Penambahan larutan ion Pd(II) ke dalam larutan RPF@PdNPs in-situ dan dipanaskan hingga 500C menunjukkan perubahan warna dari kuning pucat menjadi putih-gelap. Setelah enam jam, pembentukan koloid atau suspensi RPF @ PdNPs yang dikonfirmasi sebelumnya. Spektrum UV-vis diambil untuk memantau dan memverifikasi nanosfer RPF @ PdNPs yang terbentuk sebagai katalis. Larutan paladium klorida memberikan pita serapan maksimum yang luas sekitar 400-600 nm yang mengacu pada keberadaan Pd(II). Hilangnya pita pada 450 nm pada Gambar 7 menurut hasil penyelidikan UV-Vis pada Gambar 8 (Busroni et al., 2022), ditemukan akibat reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) oksidasi menyatakan pembentukan PdNPs mengubah serapan sekitar 291 nm sebagai Pd(0) pada Gambar 7. Kemudian keberadaannya dibandingkan berdasarkan hasil (Torshizi et al., 2016), dan larutan encer PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O ditambahkan ke volume yang sama dari larutan air panas PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O. Campuran yang dihasilkan diaduk dengan kuat dan dipanaskan pada suhu 800C selama 6 jam.

#### IV.3.1 Hasil Karakterisasi Novel KARES@PdNPs dengan FTIRs dengan UV-Vis



Gambar 9. Analisis UV-Vis Novel KARES@PdNPs nanospheres

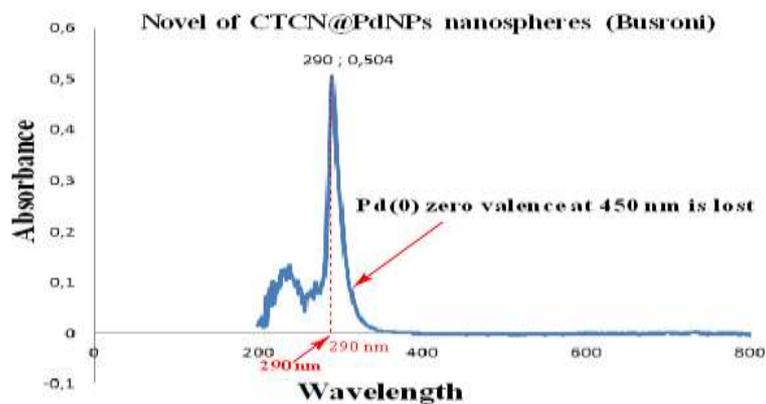


Gambar 10. Analisis Spektra UV-Vis KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022)

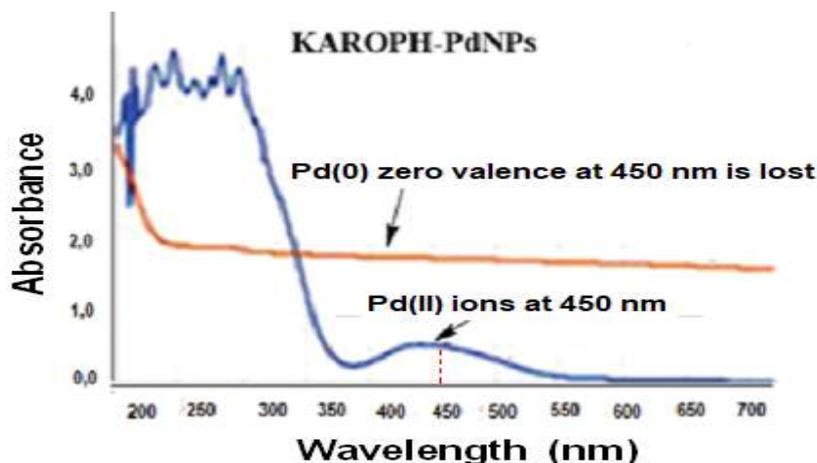
Berdasarkan investigasi UV-Visible Pd(II), hasil investigasi menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum Pd(0) pada 450 nm dalam KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022), hasilnya dari analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan pada 200-250 nm (Boeva et al., 2014) artinya telah terjadi proses reduksi oleh gugus hidrazin dan serapan pada 450 nm telah hilang [Busroni et al., 2022], sedangkan pada komposit nanosfer RPF@PdNPs, Gambar 9 hasil analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum pada 291 nm, artinya telah hilang. Penambahan larutan ion Pd(II) ke dalam larutan RPF@PdNPs in-situ dan dipanaskan hingga 500C menunjukkan perubahan warna dari kuning pucat menjadi putih-gelap. Setelah enam jam, pembentukan koloid atau suspensi RPF @ PdNPs yang dikonfirmasi sebelumnya. Spektrum UV-vis diambil untuk memantau dan memverifikasi nanosfer RPF @ PdNPs yang terbentuk sebagai katalis. Larutan paladium klorida memberikan pita serapan maksimum yang luas sekitar 400-600 nm yang mengacu pada keberadaan Pd(II). Hilangnya pita pada 450 nm pada Gambar 9 menurut hasil penyelidikan UV-Vis pada Gambar 7 (Busroni et al., 2022), ditemukan akibat reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) oksidasi menyatakan pembentukan PdNPs mengubah serapan sekitar 291 nm sebagai Pd(0) pada Gambar 10. Kemudian keberadaannya dibandingkan berdasarkan hasil (Torshizi et al., 2016), dan larutan

encer PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O ditambahkan ke volume yang sama dari larutan air panas PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O. Campuran yang dihasilkan diaduk dengan kuat dan dipanaskan pada suhu 80<sup>0</sup>C selama 6 jam. Selektivitas nanokomposit terhadap methanol uap diselidiki dengan memaparkan sensor untuk mencampur campuran metanol + etanol dan metanol + isopropanol. Itu konsentrasi metanol dalam campuran adalah 1500 ppm sedangkan etanol dan isopropanol adalah 700 dan 900 ppm, masing-masing. Hasilnya menunjukkan besarnya respon terhadap identik dengan yang diamati untuk metanol. Namun, waktu respons terlihat meningkat pesat dari 2 detik menjadi 12 menit Kesamaan besaran respon pada masing-masing konsentrasi membenarkan bahwa molekul metanol secara selektif teradsorpsi pada nanokomposit, karena metanol lebih polar daripada etanol dan isopropanol dan karenanya akan berinteraksi lebih banyak efisien daripada alkohol yang lebih tinggi. Peningkatan respons waktu dapat dikaitkan dengan persaingan yang timbul antara molekul yang berbeda untuk diadsorpsi di atas nanokomposit. Molekul yang lebih besar meningkatkan penghalang dalam berdifusi menuju sensor, dibandingkan dengan molekul metanol yang lebih kecil. ( Athawale, 2006 )

#### IV.4.1 Hasil Karakterisasi Novel CTCN@PdNPs dengan FTIR dengan UV-Vis



Gambar 10. Analisis UV-Vis Novel CTCN@PdNPs nanospheres



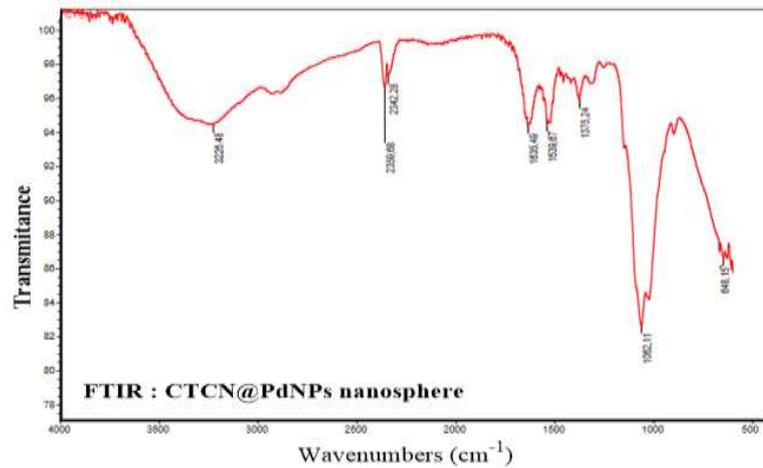
Gambar 11. Analisis Spektra UV-Vis KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022)

Berdasarkan investigasi UV-Visible Pd(II), hasil investigasi menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum Pd(0) pada 450 nm dalam KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022), hasilnya dari analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan pada 200-250 nm (Boeva et al., 2014) artinya telah terjadi proses reduksi oleh gugus hidrazin dan serapan pada 450 nm telah hilang [Busroni et al., 2022]. Hilangnya pita pada 450 nm pada Gambar 10 menurut hasil analisis UV-Vis pada Gambar 11 [Busroni et al., 2022; Boeva et al., 2014; Dhaoui et al., 2010 dan Omole et al., 2017] ditemukan karena reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) keadaan oksidasi mengkonfirmasi pembentukan PdNPs mengubah penyerapan sekitar 312 nm sebagai Pd(0) pada Gambar 10. pada komposit nanosfer CTCN@PdNPs, Gambar 10 hasil analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum pada 296 nm, artinya telah hilang. Penambahan larutan ion Pd(II) ke dalam larutan CTCN@PdNPs in-situ dan dipanaskan hingga 50°C menunjukkan perubahan warna dari kuning pucat menjadi putih-gelap. Setelah 6 jam, pembentukan koloid atau suspensi CTCN@PdNPs yang dikonfirmasi sebelumnya. Spektrum UV-vis diambil untuk memantau dan memverifikasi nanosfer CTCN @ PdNPs yang terbentuk sebagai katalis. Larutan paladium klorida memberikan pita serapan maksimum yang luas sekitar 400-600 nm yang mengacu pada keberadaan Pd(II). Hilangnya pita pada 450 nm pada Gambar 9 menurut hasil penyelidikan UV-Vis pada Gambar 11 (Busroni et al., 2022), ditemukan akibat reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) oksidasi menyatakan pembentukan PdNPs mengubah serapan sekitar 291 nm sebagai Pd(0) pada Gambar 11. Kemudian keberadaannya dibandingkan berdasarkan hasil (Torshizi et al., 2016), dan larutan encer PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O ditambahkan ke volume yang sama dari larutan air panas PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O. Campuran yang dihasilkan diaduk dengan kuat dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 6 jam. Selektivitas nanokomposit terhadap methanol uap diselidiki dengan memaparkan sensor untuk mencampur campuran metanol + etanol dan metanol + isopropanol. Itu konsentrasi metanol dalam campuran adalah 1500 ppm sedangkan etanol dan isopropanol adalah 700 dan 900 ppm, masing-masing. Hasilnya menunjukkan besarnya respon terhadap identik dengan yang diamati untuk metanol. Namun, waktu respons terlihat meningkat pesat dari 2 detik menjadi 12 menit Kesamaan besaran respon pada masing-masing konsentrasi membenarkan bahwa molekul metanol secara selektif teradsorpsi pada nanokomposit, karena metanol lebih polar daripada etanol dan

isopropanol dan karenanya akan berinteraksi lebih banyak efisien daripada alkohol yang lebih tinggi. Peningkatan respons waktu dapat dikaitkan dengan persaingan yang timbul antara molekul yang berbeda untuk diadsorpsi di atas nanokomposit. Molekul yang lebih besar meningkatkan penghalang dalam berdifusi menuju sensor, dibandingkan dengan molekul metanol yang lebih kecil. ( Athawale, 2006 )

#### IV.4.2 Hasil Karakterisasi Novel CTCN@PdNPs dengan FTIR dengan UV-Vis

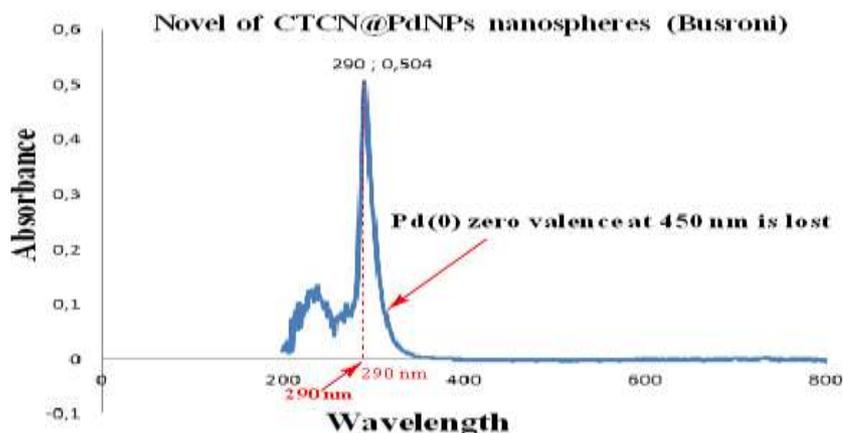
##### Hasil Karakterisasi FTIR : Novel Sintesis Novel CTCN@PdNPs nanospheres



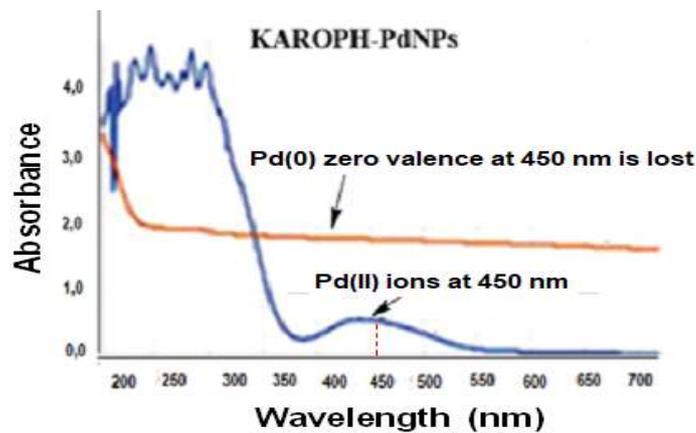
Gambar 12 FTIR spectra material Novel CTCN@PdNPs nanosphere

Pada gambar 6 Diatas menggambarkan spektrum FT-IR dari yang terpapar palladium, yaitu serapan sekitar 3400 cm<sup>-1</sup>. Puncak pada 3600–3000 cm<sup>-1</sup>. sesuai dengan vibrasi stretching gugus OH dari gambar 12 terlihat bahwa pada daerah serapan 3400 cm<sup>-1</sup> telah berkurang karena terjadi interaksi gugus OH dan NH<sub>2</sub> (sebagai ligan) dengan Pd(II) ion berubah menjadi Pd(0) valensi nol (hai ini dapat dijelaskan menggunakan analisis UV-Vis pada gambar dibawah).artinya pada material baru Novel RPF@PdNPs nanospere mengandung PdNPs. Hal iuni dapat dikaitkan terdapat interaksi molekul atau gugus OH dengan Ion Pd(II) menjadi Pd(0) dengan adanya PdNPs nanopartikel.

#### IV.4.1 Hasil Karakterisasi Novel CTCN@PdNPs dengan FTIR dengan UV-Vis



Gambar 10. Analisis UV-Vis Novel CTCN@PdNPs nanospheres



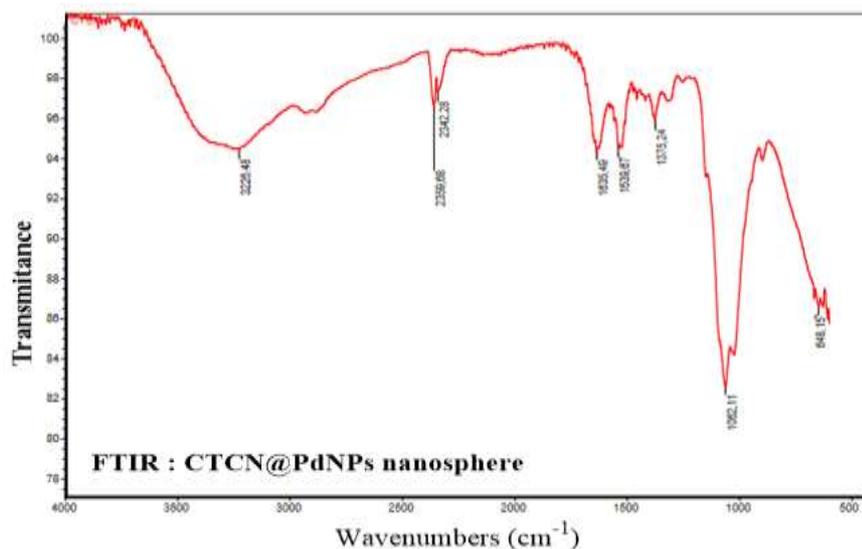
Gambar 11. Analisis Spektra UV-Vis KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022)

Berdasarkan investigasi UV-Visible Pd(II), hasil investigasi menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum Pd(0) pada 450 nm dalam KAROPH-PdNPs (Busroni et al., 2022), hasilnya dari analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan pada 200-250 nm (Boeva et al., 2014) artinya telah terjadi proses reduksi oleh gugus hidrazin dan serapan pada 450 nm telah hilang [Busroni et al., 2022]. Hilangnya pita pada 450 nm pada Gambar 10 menurut hasil analisis UV-Vis pada Gambar 11 [Busroni et al., 2022; Boeva et al., 2014; Dhaoui et al., 2010 dan Omole et al., 2017] ditemukan karena reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) keadaan oksidasi mengkonfirmasi pembentukan PdNPs mengubah penyerapan sekitar 312 nm sebagai Pd(0) pada Gambar 10. pada komposit nanosfer CTCN@PdNPs, Gambar 10 hasil analisis menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum pada 296 nm, artinya telah hilang. Penambahan larutan ion Pd(II) ke dalam larutan CTCN@PdNPs in-situ dan dipanaskan hingga 50°C menunjukkan perubahan warna dari kuning pucat menjadi putih-gelap. Setelah 6 jam, pembentukan koloid atau suspensi CTCN@PdNPs yang dikonfirmasi sebelumnya. Spektrum UV-vis diambil untuk memantau dan memverifikasi nanosfer CTCN @ PdNPs yang terbentuk sebagai katalis. Larutan paladium klorida memberikan pita serapan maksimum yang luas sekitar

400-600 nm yang mengacu pada keberadaan Pd(II). Hilangnya pita pada 450 nm pada Gambar 9 menurut hasil penyelidikan UV-Vis pada Gambar 11 (Busroni et al., 2022), ditemukan akibat reduksi Pd(II) menjadi Pd(0) oksidasi menyatakan pembentukan PdNPs mengubah serapan sekitar 291 nm sebagai Pd(0) pada Gambar 11. Kemudian keberadaannya dibandingkan berdasarkan hasil (Torshizi et al., 2016), dan larutan encer PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O ditambahkan ke volume yang sama dari larutan air panas PdCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O. Campuran yang dihasilkan diaduk dengan kuat dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 6 jam. Selektivitas nanokomposit terhadap methanol uap diselidiki dengan memaparkan sensor untuk mencampur campuran metanol + etanol dan metanol + isopropanol. Itu konsentrasi metanol dalam campuran adalah 1500 ppm sedangkan etanol dan isopropanol adalah 700 dan 900 ppm, masing-masing. Hasilnya menunjukkan besarnya respon terhadap identik dengan yang diamati untuk metanol. Namun, waktu respons terlihat meningkat pesat dari 2 detik menjadi 12 menit Kesamaan besaran respon pada masing-masing konsentrasi membenarkan bahwa molekul metanol secara selektif teradsorpsi pada nanokomposit, karena metanol lebih polar daripada etanol dan isopropanol dan karenanya akan berinteraksi lebih banyak efisien daripada alkohol yang lebih tinggi. Peningkatan respons waktu dapat dikaitkan dengan persaingan yang timbul antara molekul yang berbeda untuk diadsorpsi di atas nanokomposit. Molekul yang lebih besar meningkatkan penghalang dalam berdifusi menuju sensor, dibandingkan dengan molekul metanol yang lebih kecil. ( Athawale, 2006 )

#### IV.4.2 Hasil Karakterisasi Novel CTCN@PdNPs dengan FTIR dengan UV-Vis

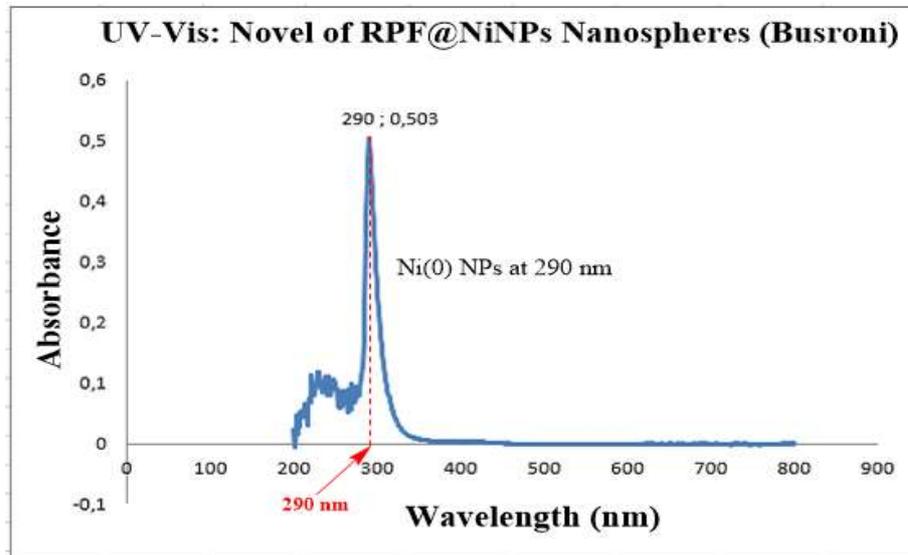
##### Hasil Karakterisasi FTIR : Novel Sintesis Novel CTCN@PdNPs nanospheres



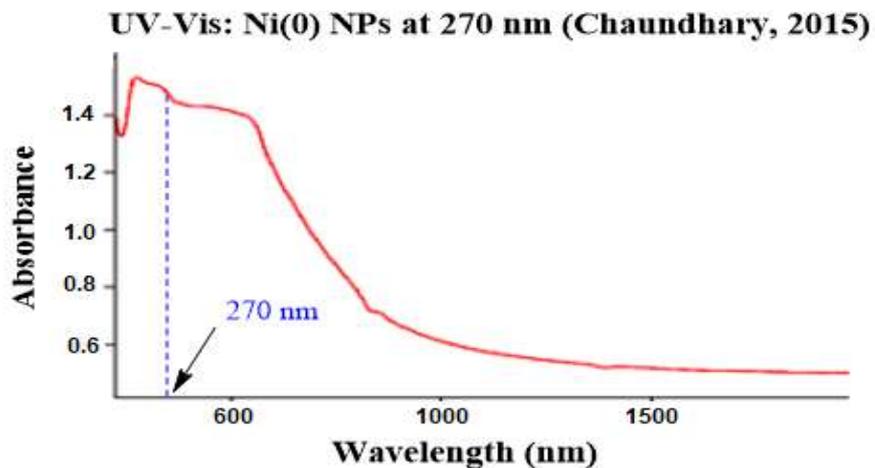
Gambar 12 FTIR spectra material Novel CTCN@PdNPs nanosphere

Pada gambar 6 Diatas menggambarkan spektrum FT-IR dari yang terpapar palladium, yaitu serapan sekitar  $3400\text{ cm}^{-1}$ . Puncak pada  $3600\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ . sesuai dengan vibrasi stretching gugus OH dari gambar 12 terlihat bahwa pada daerah serapan  $3400\text{ cm}^{-1}$  telah berkurang karena terjadi interaksi gugus OH dan  $\text{NH}_2$  (sebagai ligan) dengan Pd(II) ion berubah menjadi Pd(0) valensi nol (hai ini dapat dijelaskan menggunakan analisis UV-Vis pada gambar dibawah).artinya pada material baru Novel RPF@PdNPs nanospere mengandung PdNPs. Hal iuni dapat dikaitkan terdapat interaksi molekul atau gugus OH dengan Ion Pd(II) menjadi Pd(0) dengan adanya PdNPs nanopartikel.

#### IV.5.1 Hasil Karakterisasi Novel RPF@NiNPs dengan FTIR dengan UV-Vis



Gambar 13. Analisis spectra UV-Vis Novel RPF@NiNPs nanospheres

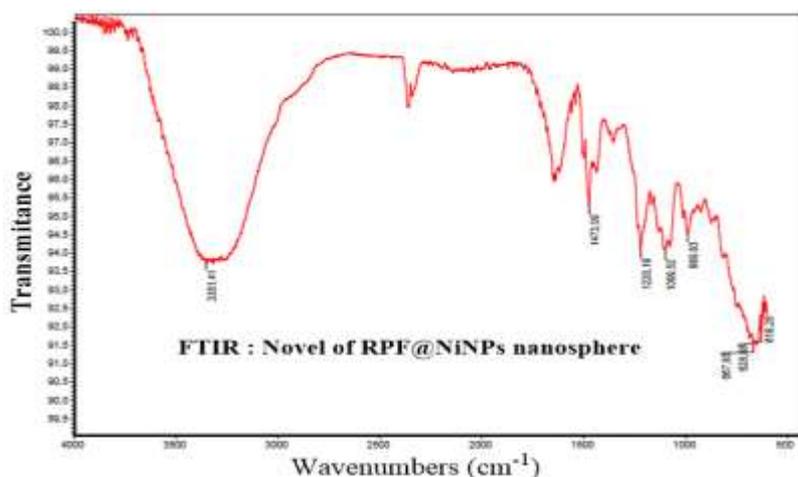


Gambar 14. Analisis Spektra UV-Vis (Chaundhary, 2015)

Berdasarkan oleh Chaundhary dkk (2015) bahwa Ni(0) NPs dari analisis spektra UV-terlihat yang puncaknya luas ditampilkan ke kisaran 250-70 nm, ditampilkan pada Gambar 14. Meskipun demikian, interpretasi ambiguitas tersebut dilaporkan oleh Chandhary et al., 2015 pada Gambar 14. Spektrum UV-Visible dari NiNPs. Sedangkan dari hasil investigasi UV-Visible Ni(II), hasil investigasi menggunakan UV-Vis diperoleh serapan maksimum Ni(0) pada 290 nm Gambar 13 dalam RPF@NiNPs nanospheres, Hasilnya menunjukkan besarnya respon terhadap identik dengan yang diamati untuk metanol. Namun, waktu respons terlihat meningkat pesat dari 2 detik menjadi 12 menit Kesamaan besaran respon pada masing-masing konsentrasi membenarkan bahwa molekul metanol secara selektif teradsorpsi pada nanokomposit, karena metanol lebih polar daripada etanol dan isopropanol dan karenanya akan berinteraksi lebih banyak efisien daripada alkohol yang lebih tinggi. Peningkatan respons waktu dapat dikaitkan dengan persaingan yang timbul antara molekul yang berbeda untuk diadsorpsi di atas nanokomposit. Molekul yang lebih besar meningkatkan penghalang dalam berdifusi menuju sensor, dibandingkan dengan molekul metanol yang lebih kecil. ( Athawale, 2006 )

#### IV.5.2 Hasil Karakterisasi Novel RPF@NiNPs dengan FTIR

##### Hasil Karakterisasi FTIR : Novel Sintesis Novel RPF@NiNPs nanospheres



Gambar 15 FTIR spectra material Novel RPF@NiNPs nanosphere

Pada gambar 15 diatas menggambarkan spektrum FT-IR dari yang terpapar palladium, yaitu serapan sekitar 3400  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak pada 3600–3000  $\text{cm}^{-1}$ . sesuai dengan vibrasi stretching gugus OH dari gambar 12 terlihat bahwa pada daerah serapan 3400  $\text{cm}^{-1}$  telah berkurang karena terjadi interaksi gugus OH dan  $\text{NH}_2$  (sebagai ligan) dengan Pd(II) ion berubah menjadi

Pd(0) valensi nol (hai ini dapat dijelaskan menggunakan analisis UV-Vis pada gambar dibawah).artinya pada material baru Novel RPF@PdNPs nanospere mengandung PdNPs. Hal iuni dapat dikaitkan terdapat interaksi molekul atau gugus OH dengan Ion Pd(II) menjadi Pd(0) dengan adanya PdNPs nanopartikel.

## **BAB V. Kesimpulan**

Telah dikembangkan metodologi untuk sintesis ES-PANI@PdNPs nanocomposite dan RPF@PdNPs, RPF@NiNPs, CTCN@PdNPs dan KARES@PdNPs nanospheres dan proses reduksi PdNPs berikutnya tanpa penambahan zat pereduksi atau stabilisator. PdNPs nanopartikel yang aktif secara katalitik tersebar dengan baik di permukaan RPF nanospheres. Penggabungan Formaldehide dalam Phenol Resin menghasilkan peningkatan kekasaran permukaan, yang meningkatkan luas permukaan spesifik RPF nanospheres. Selain itu, RPF nanospheres yang terbentuk mewarisi aktivitas pereduksi dari ligan hidroksi, yang selanjutnya meningkatkan jumlah PdNPs nanoparticle. Hasil penelitian dapat dimanfaatkan sebagai katalis. Dengan demikian, bersama dengan persiapan reduksi yang relatif mudah, menunjukkan potensi yang sangat baik dari bahan yang difungsikan ini dalam aplikasi katalisis dan pengolahan air limbah.

## Pustaka

- Chaudhary R.G., Tanna1 J A., Gandhare NV., Rai AR., Juneja, HD., 2015, Synthesis of nickel nanoparticles: Microscopic Investigation an efficient catalyst and effective antibacterial activity, Research Article Adv. Mater. Lett
- William, R. A., & Sitorus, B. 2014. *Sintesis Polianilina Pada Matriks Selulosa Sebagai Elektrolit Padat*. 3(4).
- Wulandari, R.F., Putrei, N. P., 2021 Sintesis Soluble Polianilin dengan Variasi Jenis dan Konsentrasi Dopan, *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, vol. 09, no. 02, pp. 211-219
- Chena, S., Wang, G., Suib, W., Parvezc, A.M., Daia, L., Sia, C., 2020, Novel lignin-based phenolic nanosphere supported palladium nanoparticles with highly efficient catalytic performance and good reusability, *Industrial Crops & Products*, Vol 145, pp 1-9
- Athawale, A. A., Bhagwat, S.V., Prachi P. Katre, P.P., 2006, Nanocomposite of Pd–polyaniline as a selective methanol sensor, *Sensors and Actuators*, Vol 114, pp. 263-267
- Ayad, M. M., Amer, W.A., Mohammed G. Kotpa, M. G., 2017, Magnetic polyaniline-chitosan nanocomposite decorated with palladium nanoparticles for enhanced catalytic reduction of 4-nitrophenol, *Molecular Catalysis*, vol 439, pp 72-80
- Kebiche, H., Epailard, F. P., Haddaoui, N., and Debarnot, D., 2020, A route for the synthesis of polyaniline-based hybrid nanocomposites, *J. Mater Sci*
- Boeva, Zh, A., and Sergeyev, V.G., 2014, *Polyaniline: Synthesis, Properties, and Application*, *Polymer Science*, Vol. 56, No. 1, pp. 144–153.
- Patel, H.A., Patel, A.L., and Bedekar, A. V., 2014, Polyaniline-anchored palladium catalystmediated Mizoroki–Heck and Suzuki–Miyaura reactions and one-pot Wittig–Heck and Wittig–Suzuki reactions, *Applied Organometallic Chemistry*, vpl. 29, pp 1-6
- Mota, M.L., Carrillo, A., Verdugo, A.J., Olivas, A., Guerrero, J.M., Cruz, E CD., and Ramírez, N.N., 2019, Synthesis and Novel Purification Process of PANI and PANI/AgNPs Composite, *Molecules*, vol. 24, no 1621, pp 1-13
- Giri, S., Raghunath Dasa , Chris van der Westhuyzenb , Arjun Maity a,c\*,---, An efficient selective reduction of nitroarenes catalyzed by reusable silveradsorbed waste nanocomposite, *Applied Catalysis B: Environmental*.