

Penghasilan Zarah Nano Ferum Oksida (FeNPs) daripada Garam Ferosenium menggunakan Hidrogel Poli-Akril Amida (P(Am) sebagai Templat

(Preparation of Ferum Oxide Nanoparticles (FeNPs) from Ferocenium Salt using Polyacrylamide (P(Am) as Template)

MELLISSA ANDARINI, MARYAM MOKHTAROM, BOHARI M. YAMIN,
M. CAIRUL IQBAL M. AMIN & AZWAN MAT LAZIM*

ABSTRAK

Kajian ini adalah bertujuan mengkaji potensi hidrogel sebagai templat nanoreaktor bagi menghasilkan zarah nano ferum oksida (FeNPs). Hidrogel Poli-AkrilAmida (PAAm) telah dihasilkan dengan menggunakan kaedah pempolimeran radikal bebas. Keupayaan penyerapan air dalam hidrogel telah diuji dan nisbah pembengkakan tertinggi telah berlaku pada larutan penimbal pH10. Hidrogel yang terhasil telah dicirikan dengan menggunakan pengimbas mikroskop elektron (SEM) diikuti dengan spektroskopi serakan tenaga X-ray (SEM-EDEX) untuk menentukan jumlah peratusan ferum (Fe). Selepas proses pengkalsinan, zarah nano diekstrak daripada hidrogel PAAm dan seterusnya dianalisis menggunakan mikroskop transmisi elektron (TEM) dan analisis pembelauan sinar-X (XRD). Hasil TEM telah menunjukkan bahawa saiz zarah yang dihasilkan adalah antara 5 - 20 nm. Analisis XRD pula mengesahkan kehadiran zarah ferum oksida (Fe₂O₃). Keputusan ini menunjukkan bahawa hidrogel berpotensi digunakan sebagai nanoreaktor bagi menghasilkan zarah nano.

Kata kunci: Ferosenium; hidrogel poli-akril amida (PAAm); nanoreaktor; pengkalsinan; zarah nano ferum oksida (FeNPs)

ABSTRACT

The aim of this study was to investigate the feasibility of hydrogel to produce ferum oxide nanoparticles (FeNPs). The polyacrylamide (PAAm) hydrogel was synthesized by using free radical polymerization method. The hydrogel water uptake ability has been conducted and the highest swelling ratio was occurred at pH10 basic buffer solution. Hydrogel was characterized by using scanning electron microscopy (SEM) followed by energy dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDEX) to determine the iron (Fe) percentage. After calcination process, nanoparticles were extracted from the PAAm hydrogel and further analysed using transmission electron microscopy (TEM) and X-ray diffraction analysis (XRD). TEM results showed that the particles diameter was in ranged of 5 - 20 nm. XRD examination confirmed the existance of ferum oxide particles (Fe₂O₃). The result demonstrates the feasibility of using hydrogel as a promising nanoreactor.

Keywords: Calcination; ferocenium; ferum oxide nanoparticles (FeNPs); nanoreactor; polyacrylamide (PAAm) hydrogel

PENDAHULUAN

Hidrogel merupakan jisim lembut yang fleksibel dan telah digunakan secara meluas dalam pelbagai produk seperti penjagaan diri, sistem penyampaian ubat, salji tiruan dan paling terkini bahan ini telah dimanipulasi serta diaplikasi sebagai templat untuk menghasilkan zarah nano (Agus & Suwardi 2009). Secara umum zarah nano (Np) boleh diklasifikasikan sebagai zarah yang berukuran antara 1-100 nm (Mahnaz et al. 2013). Zarah nano terbahagi kepada dua, iaitu nanokristal dan nanopembawa (Murali et al. 2007). Bahan yang bersaiz nano ini telah diguna pakai sekian lama dalam pelbagai bidang serta turut dimodifikasi bagi menyesuaikan penciriannya berasaskan sumber zarah yang diperolehi serta kegunaannya (Antonio et al. 2009).

Ferum oksida bersaiz nano (FeNPs) telah mendapatkan perhatian daripada para penyelidik kerana bukan sahaja dapat meningkatkan aktiviti pemangkinan malahan ia turut bersifat magnet (Umami 2012). Sebatian ferosena yang diproses menjadi larutan garam ferosenium merupakan

salah satu sumber untuk ditransformasikan kepada bentuk ferum oksida. Bahan berasaskan ferosena umumnya telah banyak dikaji dalam pelbagai aspek terutama dalam bidang elektrokimia, namun kajian terhadap reaktiviti kimia garam ferosenium dalam larutan masih belum dikaji secara menyeluruh (Rozana 2001).

Tujuan kajian ini adalah menggunakan hidrogel sebagai templat untuk menghasilkan zarah nano ferum oksida (FeNPs). Garam ferosenium yang dilarutkan dengan asid hidroklorik (HCl) kemudiannya digabungkan dengan hidrogel sebelum diturunkan menggunakan natrium hidroksida (NaOH). Zarah nano yang dihasil kemudiannya dianalisis serta dicirikan menggunakan instrumentasi seperti SEM, FTIR, TGA dan XRD. Penyelidikan ini diharapkan menjadi alternatif dalam penghasilan zarah nano dengan hidrogel boleh digunakan sebagai nanoreaktor. Selain itu, teknik ini juga menawarkan kaedah berkos rendah, cekap dan menghasilkan sebatian yang tidak menggumpal dalam penghasilan ferum oksida bersaiz nano.

BAHAN DAN KAEDAH

BAHAN

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam kajian ini adalah; akrilamida (AM) (Sigma Aldrich, Germany), ferrosena ($\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$) (Merck, UK), asid hidroklorik (HCl), natrium hidroksida (NaOH), asid akrilik (AA) (Sigma Aldrich, USA), N,N-metilenabisakrilamida (MBA) (Sigma Aldrich, Germany), kalium peroksida sulfat (KPS) (Sigma Aldrich, UK) dan larutan penimbal (Sigma-Aldrich USA).

KAEDAH KAJIAN

PENYEDIAAN HIDROGEL POLI(AKRIL AMIDA) P(AM)

Sebanyak 0.6 g kalium persulfat (KPS) dimasukkan ke dalam bikar (A) yang berisi 10 mL air suling dan kemudiannya dikacau serta dipanaskan sehingga suhu mencecah 70°C . Manakala, sebanyak 0.04 g N,N-metilenabisakrilamida (MBA) dicampurkan dengan 2 g akrilamida (Am) ke dalam bikar (B) yang berisi 10 mL air suling dan kemudiannya dikacau sehingga larut. Apabila suhu larutan bikar (A) telah mencecah 70°C , larutan bikar (B) dicampurkan ke bikar (A) serta dikacau selama 1 jam. Setelah itu, tempoh pengacauan dilanjutkan selama 24 jam tanpa sebarang suhu seperti yang dicadangkan oleh Vimala et al. (2009).

PENYEDIAAN GARAM FERROSENIUM

Sebanyak 0.12 g (C_5H_5)₂Fe (*Ferrocena*) dilarutkan ke dalam 50 mL asid hidroklorik (HCl). Kemudian, campuran tersebut dibiarkan selama satu minggu bertujuan untuk melarutkan semua hablur ferrosena dalam larutan HCl (Andarini et al. 2017). Kepekatan yang digunakan dalam kajian ini telah disediakan dalam julat kepekatan yang berbeza iaitu antara 1×10^{-4} - $1 \times 10^{-7}\text{M}$.

PENGGABUNGAN FERROSENIUM DALAM SISTEM HIDROGEL POLI(AKRIL AMIDA) (PAAM)

Sampel mikrogel dan ferrosenium pada nisbah (1:1) dengan kepekatan berbeza (1×10^{-4} - $1 \times 10^{-7}\text{M}$) telah disediakan (warna biru akan dapat dilihat serta merta pada campuran mikrogel dan ferrosenium). Kemudian, sampel yang telah dihasilkan dikacau selama 48 jam dengan menggunakan pengacau magnetik bagi memastikannya homogen. Seterusnya, sampel akan diturunkan menggunakan agen penurunan (NaOH) pada kepekatan 1M bagi menghasilkan zarah ferum oksida. Adalah didapati selepas proses penurunan dilakukan, sampel yang dihasilkan mempunyai pH12.

PROSES PENGKALSINAN

Proses pengkalsinan adalah bertujuan untuk menghilangkan polimer yang bersifat amorfus pada sampel. Dalam kajian ini, sampel telah dipanaskan pada suhu 700°C selama satu

jam. Sebanyak 0.07 g zarah berwarna jingga telah berjaya diperoleh setelah proses pengkalsinan dilakukan terhadap 10 g sampel. Seterusnya sampel dianalisis seperti yang dicadangkan oleh Andarini et al. (2017).

INSTRUMENTASI

ANALISIS PEMBENGGKAKAN KO-POLIMER

Analisis pembengkakan pada hidrogel telah dijalankan pada suhu bilik dengan menggunakan larutan penimbal pada pH4, 7 dan 10. Analisis ini telah dilakukan selama 48 jam, bagi melihat penyerapan optimum hidrogel pada pH yang berbeza. Peratus pembengkakan hidrogel telah dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\text{peratus pembengkakan (\%)} = \frac{W_s - W_d}{W_d} \times 100\% \quad (1)$$

W_s adalah berat hidrogel setelah 48 jam pada pH yang berbeza; dan W_d adalah berat hidrogel yang telah dikeringkan (Varghese et al. 2008). Hasil peratus pembengkakan diperoleh dengan melakukan uji kaji sebanyak tiga kali bertujuan untuk mendapatkan hasil yang optimum.

MIKROSKOPI IMBASAN ELEKTRON (SEM) DAN SPEKTROSKOPI TENAGA SERAKAN X-RAY (SEM-EDX)

Dalam kajian ini, EDX yang digunakan adalah instrumen SEM model 1450 VP berjenama LEO. Data yang dihasilkan oleh SEM-EDX terdiri daripada spektrum unsur - unsur yang wujud di dalam sampel hidrogel. Beberapa contoh unsur yang wujud pada setiap sampel ialah karbon (C), oksigen (O), ferum (Fe), nikel (Ni), magnesium (Mg).

MIKROSKOPI TRANSMISI ELEKTRON (TEM)

TEM model Philips CM 12 berkuasa voltan 100 kV telah digunakan untuk menganalisis sampel. Dalam proses penyediaan sampel, zarah ferum oksida terlebih dahulu dilarutkan ke dalam air ternyah ion sebelum diletakkan ke atas grid tembaga yang bersalut karbon. Sampel kemudiannya dikeringkan dalam suhu bilik sebelum dianalisis.

TEKNIK PEMBELAUAN SINAR-X (XRD)

Analisis XRD (Model D8 *advance*, Bruker) dilakukan untuk mengetahui komposisi bahan yang terkandung di dalam sampel, terutama ion oksida. Analisis telah dilakukan pada sudut yang bermula 3° hingga 80° .

Selain itu, instrumentasi lain yang turut digunakan dalam kajian ini adalah alat pengemparan (Kubota model 2420), penimbang analitikal, kondenser, pengacau magnetik, bikar (300, 200, 100, 50 mL), termometer, pH meter berjenama Schot lab model 850, kertas litmus, dan alat pemanas.

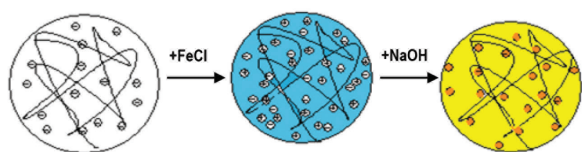
KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

HIDROGEL P(AM)

Hidrogel penyerap super P(AM) telah dihasilkan melalui tindak balas pempolimeran berasaskan radikal bebas. Secara umum terdapat tiga tindak balas yang terlibat, pertama iaitu tindak balas permulaan yang menggunakan KPS (kalium persulfat) sebagai pemula bagi pembentukan pusat aktif radikal. Seterusnya, proses perambatan dengan rantaian akan terbentuk daripada monomer $H_2C=CHCONH_2$ (akrilamida) reaktif yang saling bertautan. Tindak balas agen antara taut silang iaitu MBA ($(H_2C=CHCONH)_2CH_2$) (metilenabisakrilamida) pula mengakhiri proses rambatan dengan cara mencantumkan pengulangan rantai monomer yang mempunyai tapak radikal bebas (Andarini et al. 2017; Ashri et al. 2014; Azman et al. 2016; Hakam et al. 2015; Liew et al. 2014).

FEROSENium HIDROKLOLRIDA DI DALAM SISTEM HIDROGEL POLI(AKRILAMIDA) (PAM-CL)

Penggabungan larutan ferosenium ke dalam hidrogel menggunakan kaedah masukan secara langsung (*in situ*) menyebabkan perubahan yang berlaku terhadap hidrogel-PAM kerana ia berubah daripada jernih menjadi biru. Perubahan warna secara fizikal membuktikan bahawa terdapat tindak balas antara hidrogel dengan larutan ferosenium (Andarini et al. 2017). Perubahan lanjutan turut berlaku apabila agen penurunan natrium hidroksida (NaOH) ditambah ke dalam sampel. Walaupun proses ini mengambil masa selama 48 jam namun, hidrogel yang mengandungi ferosenium bertukar secara perlahan-lahan daripada warna biru kepada kuning apabila mencapai pH12. Zarah berwarna jingga turut dihasilkan pada pH12 apabila hidrogel ini dikalsin. Ilustrasi Rajah 1 menunjukkan perubahan yang terjadi pada hidrogel PAM.



RAJAH 1. Perubahan warna pada hidrogel poli(akrilamida)

Larutan natrium hidroksida (NaOH) telah digunakan sebagai agen penurunan dalam kajian ini. Kajian Murali et al. (2010) telah melaporkan bahawa agen penurunan adalah boleh membantu mengeluarkan zarah daripada jaringan hidrogel, lalu termendak di dasar larutan. Pengaruh agen penurunan boleh dilihat berlaku pada pH melebihi 7, dengan pembentukan mendakan zarah (Fe) berlaku secara serta merta. Keputusan yang hampir sama juga telah dilaporkan oleh pengkaji terdahulu (Andarini et al. 2017; Ngah et al. 2004). Penambahan NaOH telah merubah sifat persekitaran hidrogel menjadi alkali (pH8-

12) menyebabkan transformasi warna berlaku secara fizikal terhadap komposit hidrogel-ferosenium. Pengaruh agen penurunan yang tinggi pada pH yang tinggi adalah disebabkan oleh kurangnya persaingan antara ion (Zhao et al. 2008). Dalam masa yang sama, didapati terdapat zarah mula dihasilkan apabila nilai pH semakin semakin bersifat bes, terutama pada pH12. Ini kerana, apabila kepekatan OH^- semakin meningkat, lebih banyak cas-cas ion garam ferosenium akan diturunkan. Ini akan menyebabkan lebih banyak zarah dihasilkan dan aglomerasi turut berlaku. Oleh kerana saiz zarah yang diturunkan adalah besar dan interaksi daya Van der Waals yang semakin lemah, ini membolehkan zarah dibebaskan daripada jaringan. Berdasarkan keputusan yang diperoleh, larutan alkali (pH12) yang telah dipilih sebagai pH optimum bagi mendapatkan zarah nano Fe oksida dalam kajian selanjutnya.

PEMBENGGKAKAN HIDROGEL P(AM)-CL

Kajian pembengkakan hidrogel telah dilakukan pada pH yang berbeza, iaitu 4, 7, 10 dan air terenyah ion (pH5). Jadual 1 menunjukkan keputusan perbandingan pembengkakan antara hidrogel P(AM) dan P(AM)Cl⁻ pada pH yang berbeza selama 48 jam. Keputusan telah mendapati perbezaan peratus antara hidrogel P(AM) dan P(AM)Cl⁻ adalah ketara dengan P(AM)Cl⁻ mempunyai tahap pembengkakan lebih tinggi berbanding hidrogel P(AM). Pada pH asid, berlaku interaksi antara ion H^+ yang terproton (daripada HCl) dengan elektron pencil N yang terdapat pada kumpulan akrilamida (Vimala et al. 2009). Interaksi ini telah menyebabkan tindak balas peneutralan berlaku. Tiada daya elektrostatis yang menolak jaringan hidrogel menyebabkan tiada pembengkakan berlaku (Andarini et al. 2017; Hakam et al. 2015; Liew et al. 2014).

JADUAL 1. Perbandingan pembengkakan maksimum hidrogel sebelum dan selepas digabungkan dengan larutan ferosenium

pH	% pembengkakan P(AM)	% pembengkakan P(O)-Cl-
4	285	305
5	340	355
7	500	600
10	1200	1410

Pembengkakan hidrogel turut dipengaruhi oleh jenis kumpulan pemula yang digunakan kerana ia boleh memberikan sifat terhadap hidrogel yang dihasilkan sama ada bersifat ionik ataupun kationik (Abdullah et al. 2018). Dalam kajian ini, penggunaan KPS sebagai bahan pemula telah menyebabkan hidrogel bersifat anionik dan zarah ion ferosenium yang terdapat dalam jaringan hidrogel menyebabkan pembengkakan yang berlaku lebih tinggi, seperti yang cadangkan oleh Murthy et al. (2008). Ini boleh dilihat pada pH10, dengan kehadiran ion-ion OH^- yang menyebabkan berlakunya tolakan elektrostatis

daripada cas yang sama (Mat Lazim et al. 2018). Selain itu, pembengkakan juga didorong oleh tekanan osmotik bagi cecair yang terdapat dalam jaringan. Ini bersesuaian dengan tenaga bebas yang dihasilkan seperti yang dicadangkan oleh teori Florry-Huggins. Apabila pembengkakan berlaku, larutan akan masuk ke dalam jaringan hidrogel sehingga dicapai tahap keseimbangan (Erizal et al. 2002; Vimala et al. 2009).

PENCIRIAN MIKROSKOPI ELEKTRON IMBASAN (SEM) HIDROGEL P(AM)-CL⁻

Analisis SEM dilakukan adalah untuk mengetahui morfologi daripada hidrogel yang telah digabungkan dengan ferosenium. Rajah 2 menunjukkan mikrograf SEM bagi sampel hidrogel yang telah digabungkan dengan ferosenium. Keputusan menunjukkan struktur hidrogel yang mempunyai keporosan dengan diameter besar ($\pm 20 \mu\text{m}$) terlihat jelas pada pembesaran 100 Kx dengan zarah ferum kelihatan (Rajah 2(B)).

Penambahan agen penurunan (NaOH) telah menyebabkan terjadinya tindak balas penurunan terhadap ion (PAMCl⁻). Penurunan ini telah menghasilkan zarah berwarna jingga dan seperti yang telah dijangkakan, ia adalah zarah nano ferum oksida (FeNps). Keputusan yang sama turut diperoleh oleh penyelidik terdahulu dalam kajian terhadap perubahan yang berlaku terhadap ion feronsena dalam sistem emulsi (Ngah et al. 2004). Selain itu, penambahan NaOH turut meningkatkan pembengkakan hidrogel P(Am). Keadaan ini berlaku kerana adanya interaksi antara molekul COO⁻ dengan ion OH⁻ yang telah terproton dan ini mengakibatkan terjadinya daya elektrostatik yang saling menolak antara satu sama lain (Zhang et al. 2009). Kesan penolakan antara cas ini membolehkan pembengkakan liang berlaku tanpa rintangan cas daripada persekitaran medium. Keadaan ini selanjutnya akan menghasilkan suatu ketidakseimbangan tekanan osmosis pada hidrogel dan medium persekitaran. Perbezaan keseimbangan tekanan osmosis ini akan memaksa air ataupun larutan sekitarnya terus menyerap ke dalam liang hidrogel sehingga mencapai tahap keseimbangan (Zhang et al. 2009).

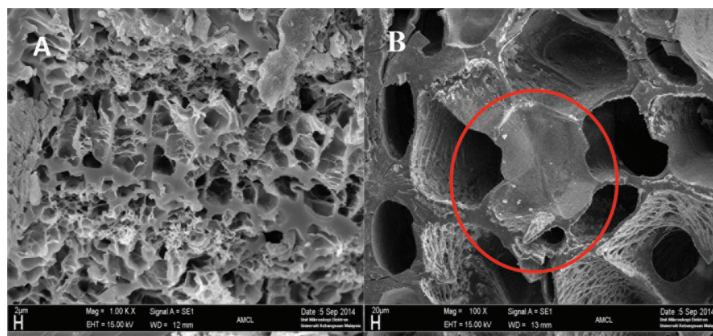
PENCIRIAN MENDAKAN/ZARAH MENGGUNAKAN SPEKTROKOPI TENAGA SERAKAN SINAR X (EDX).

Spektroskopi tenaga serakan sinar X ialah teknik analisis yang digunakan untuk mengetahui elemen dan pencirian zarah selepas proses pengkalsinan hidrogel P(Am)Cl. Analisis ini adalah satu varian daripada belauan sinar-X spektroskopi yang bergantung pada penyelidikan sampel melalui interaksi antara radiasi elektromagnetik dan bahan (Fahriye & Nurretin 2013).

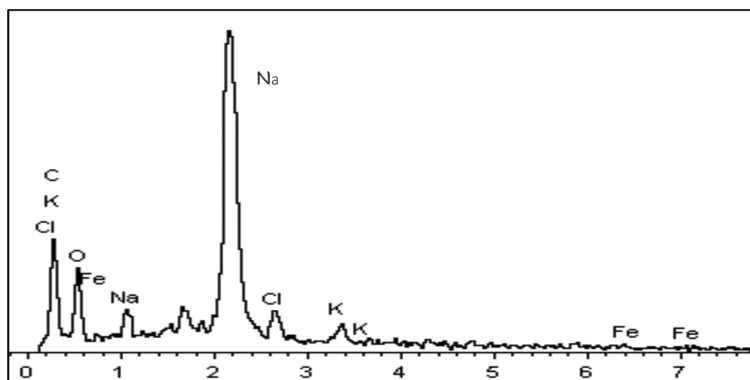
Keputusan yang diperoleh telah menunjukkan bahawa hidrogel P(Am)Cl⁻ yang belum dikalsinkan tidak menunjukkan sebarang kehadiran zarah Fe, ini adalah kerana polimer hidrogel adalah bersifat amorfus. Oleh yang demikian, analisis EDX ini hanya dilakukan setelah P(Am)Cl⁻ dikalsinkan kerana proses tersebut hanya menghilangkan polimer dan meninggalkan zarah yang bersaiz nano. Hasil analisis EDX zarah nano yang diperoleh daripada proses pengkalsinan pada suhu 700°C ditunjukkan pada Rajah 3. Keputusan telah menunjukkan terdapat beberapa elemen yang wujud berada di dalam sampel P(Am)Cl⁻ dan salah satunya adalah elemen ferum (Fe). Namun begitu, spektrum yang terhasil melalui analisis EDX tidak hanya menunjukkan kehadiran elemen Fe sahaja, terdapat beberapa elemen lain yang wujud, iaitu Klorin (Cl), Karbon (C), Natrium (Na) dan Oksigen (O). Puncak yang tertinggi ditunjukkan untuk elemen oksigen (O), dengan peratus oksigen yang terkandung dalam sampel hidrogel P(Am)Cl⁻ ini adalah sebanyak 50% manakala Fe menunjukkan puncak yang terendah iaitu hanya sekitar 15% ferum yang dapat dikesan wujud di dalam sampel hidrogel P(Am)Cl⁻. Dapat dilihat kehadiran garam NaCl yang masih dapat dikesan mungkin disebabkan oleh pencucian yang dilakukan pada zarah nano ferum oksida (FeNps) tersebut adalah rendah maka masih terdapat sisa daripada bahan penurun dan polimer (Murali et al. 2010).

PENCIRIAN MENDAKAN/ZARAH MENGGUNAKAN MIKROSKOPI TRANSMISI ELEKTRON (TEM)

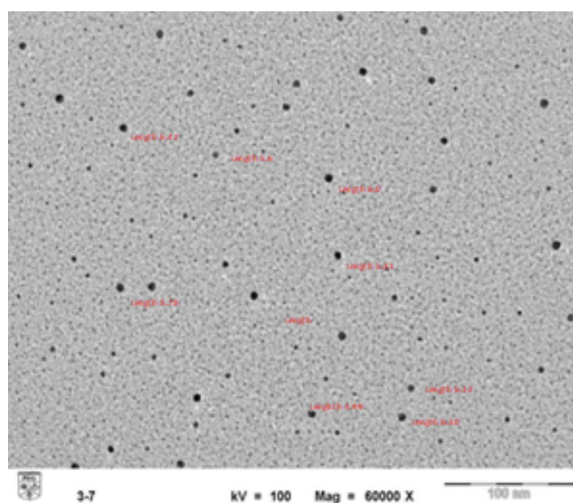
Analisis TEM telah digunakan untuk mengetahui bentuk dan ukuran sampel. Rajah 4 menunjukkan bentuk dan ukuran zarah bagi nano ferum oksida (FeNps), dengan purata saiz iaitu 5.22 nm yang seragam serta berbentuk bulat. Saiz yang didapati melalui analisis ini adalah antara 5-20 nm,



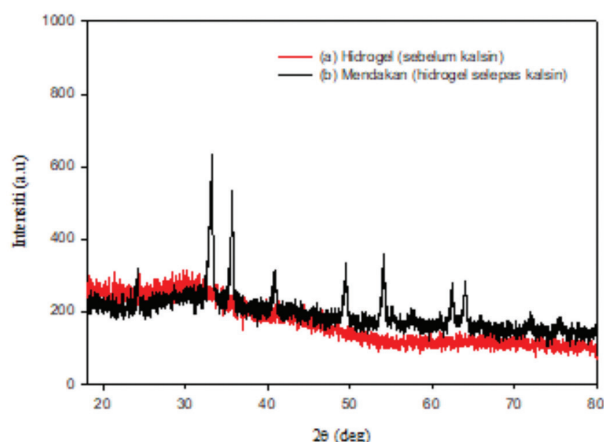
RAJAH 2. Mikrograf hidrogel P(Am)-Cl⁻ pada pembesaran yang berbeza. a) 1 kx dan b) 100 kx, dengan bulatan merah menunjukkan zarah ferum yang kelihatan



RAJAH 3. Spektrum EDX zarah nano ferum oksida daripada hidrogel PAmCl⁻



RAJAH 4. Mikrograf TEM zarah nano ferum oksida (FeNps)



RAJAH 5. Difraktogram XRD bagi sampel (a) hidrogel P(Am)-Cl⁻ sebelum proses kalsinasi dan (b) P(Am)-Cl⁻ selepas proses pengkalsinan

menunjukkan hidrogel P(Am)Cl⁻ telah berjaya dijadikan templat bagi penghasilan nano zarah ferum seperti yang telah dilaporkan oleh Andarini et al. (2017) dan Murali et al. (2007).

PENCIRIAN MENDAKAN/ZARAH MENGGUNAKAN ANALISIS PEMBELAUAN SINAR-X (XRD)

Hasil proses analisis pembelauan sinar-X dapat memberikan informasi mengenai jenis mineral yang terkandung di dalam bahan. Tujuan menggunakan analisis XRD dalam kajian ini adalah untuk menentukan fasa daripada sampel zarah ferum nano. Menurut kajian terdahulu penurunan terhadap larutan ferrosin kepada ferosenium dapat menghasilkan ferum oksida (Umami et al. 2012). Rajah 5 menunjukkan difraktogram analisis XRD sampel hidrogel P(Am)Cl⁻ sebelum dan selepas pengkalsinan pada suhu 700°C. Ini menunjukkan tiada sebarang puncak yang dikesan bagi sampel hidrogel P(Am)Cl⁻ disebabkan sampel hidrogel bersifat amorfus (Vimala et al. 2009). Namun begitu, terdapat beberapa puncak yang dapat dikesan, ini adalah kerana sampel tersebut telah menunjukkan adanya fasa hablur yang terbentuk selepas proses pengkalsinan

dijalankan. Selain daripada itu, puncak yang mewakili bagi struktur Fe₃O₄ boleh dilihat pada sudut 2θ: 32°, 35° dan 54°.

KESIMPULAN

Hidrogel poli(Akrilamida) telah berjaya dijadikan templat untuk menghasilkan zarah nano ferum oksida dengan ukuran zarah 5-20 nm dan berbentuk sfera setelah diturunkan dengan menggunakan NaOH. Selain itu, analisis XRD turut membuktikan bahawa zarah yang didapati setelah melalui proses pengkalsinan adalah bersifat hablur dengan cerapan dapat dilihat pada puncak tertinggi 2θ itu 32°, 35° dan 54° yang mewakili bagi struktur Fe₃O₄. Hasil daripada kajian ini telah berjaya mendemonstrasikan hidrogel sesuai dijadikan sebagai tempat nanoreaktor. Selain itu, ia juga boleh menjadi salah satu kaedah alternatif bagi penghasilan zarah nano dengan lebih mudah dan cepat.

PENGHARGAAN

Penulis ingin menyatakan penghargaan kepada Kementerian Pelajaran Malaysia dan Universiti Kebangsaan Malaysia

(UKM) untuk geran FRGS/1/2019/STG01/UKM/02/14 bagi menjayakan kajian ini.

RUJUKAN

- Abdullah, M.F., Azfaralariff, A. & Mat Lazim, A. 2018. Methylene blue removal by using pectin-based hydrogels extracted from dragon fruit peel waste using gamma and microwave radiation polymerization techniques. *Journal of Biomaterials Science: Polymer Edition* 29(14): 1745-1763.
- Agus, S. & Suwardi. 2009. Sintesis hydrogel superabsorbent berbasis akrilamida dan asam akrilat pada kondisi atmosfer. *Jurnal Penelitian Saintek* 14(1): 1-16.
- Andarini, M., Mokhtarom, M., Mohd. Yamin, B., Mohd Amin, M.C.I., Hassan, N.I. & Mat Lazim, M.A.S. 2017. Aplikasi hidrogel daripada selulosa bakteria (BC-g-PAA) sebagai nanoreaktor bagi menghasilkan nanozarah ferum oksida (FeNps). *Sains Malaysiana* 46(10): 1789-1795.
- Antonio, F.B., Ivan, J.S., Sierra, B.M., Fernandez, A.N., Javier, F.N., Manuel, M., Rubio, J.R. & Enrique, L.C. 2009. Gels and microgels for nanotechnological application. *Advances in Colloid and Interface Science* 147-148: 88-108.
- Ashri, A., Yusof, M., Jamil, M., Abdullah, A., Yusoff, S., Arip, M. & Lazim, A. 2014. Physicochemical characterization of starch extracted from Malaysian wild yam (*Dioscorea hispida* Dennst.). *Emirates Journal of Food and Agriculture* 26(8): 652-658.
- Azman, I., Mutalib, S.A., Yusoff, M.S.F., Fazry, S., Noordin, A., Kumaran, M. & Lazim, A.M. 2016. Novel *Dioscorea hispida* starch-based hydrogels and their beneficial use as disinfectants. *Journal of Bioactive and Compatible Polymers* 31(1): 42-59.
- Erizal, A., Dewi, S. & Darmawan, P.D. 2002. Sintesis dan karakterisasi hydrogel poli(akrilamida) hasil iradiasi gamma. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan*. m.s. 1411-2213.
- Fahriye, S. & Nurettin, S. 2013. Poly(acrylamide-co-vinyl sulfonic acid) p(AAm-co-VSA) hydrogel templates for Co and Ni metal nanoparticle preparation and their use in hydrogen production. *Journal of Hydrogen Energy* 38: 777-784.
- Hakam, A., Abdul Rahman, I., Md. Jamil, M.S., Othaman, R., Mohd Amin, M.C.I. & Mat Lazim, M.A.S. 2015. Removal of methylene blue dye in aqueous solution by sorption on a bacterial-g-poly-(acrylic acid) polymer network hydrogel. *Sains Malaysiana* 44(6): 827-834.
- Mat Lazim, A., Osman, A.H. & Mokhtarom, M. 2018. Kebolehserapan metilena biru oleh hidrogel selulosa bakteria teradiasi gamma menggunakan isoterma Langmuir dan Freundlich. *Sains Malaysiana* 47(4): 715-723.
- Liew, M., Rizafizah, O., Rozida K., Amin, M.C.I.M. & Azwan, M.L. 2013. Synthesis of hydrogel based on Nata De Coco and acrylic acid as co-monomer using free radical polymerization method. *Malaysian Journal of Analytical Sciences* 18(2): 299-305.
- Mahnaz, M., Mansor, A., Jelas, M.H., Farideh, N., Beza, N., Zaki, M.R. & Jamileh, A. 2013. Synthesis, surface modification and characterisation of biocompatible magnetic iron oxide nanoparticles for biomedical application. *Molecules* 18: 7533-7548.
- Murali, Y.M., Kyungjae, L., Thathan, P. & Kurt, E.G. 2007. Hydrogel networks as nanoreactors: A novel approach to silver nanoparticles for antibacterial application. *Polymer* 48: 158-164.
- Murali, Y.M., Vimala, K., Varsha, T., Varaprasad, K., Sreedhar, B., Bajpai, S.K. & Mohana, K.R. 2010. Controlling of silver nanoparticles structure by hydrogel network. *Journal of Colloid and Interface Science* 342: 73-82.
- Murthy, P.S.K., Murali, Y.M., Varaprasad, K., Sreedhar, B. & Raju, K.M. 2008. First successful design of semi-IPN hydrogel-silver nanocomposite: A facile approach for antibacterial application. *Journal of Colloid and Interface Science* 318: 217-224.
- Ngah, W.S.W., Kamari, A. & Koay, Y.J. 2004. Equilibrium and kinetics studies of adsorption of copper (II) on chitosan and chitosan PVA/beads. *International Journal of Biological Macromolecules* 34: 155-161.
- Rozana, A.B. 2001. Tindak balas sebatian ferosenium dan pendopan ferosenium dalam filem PVC. Tesis Sarjana. Bangi: Universiti Kebangsaan Malaysia (tidak diterbitkan).
- Ummi, H.A., Bohari, M.Y. & Azwan, M.L. 2012. Simple preparation of iron oxide nanoparticle by degradation of ferrocenium tetrachloroferat in PNIPAM microgel system. *Advanced Material Research* 56: 554-556.
- Vimala, K., Samba, K.S., Murali, Y.M., Sreedhar, B. & Mohana, K.R. 2009. Controlled silver nanoparticles synthesis in semi-hydrogel networks of poly(acrylamide) and carbohydrates: A rational methodology for antibacterial application. *Carbohydrate Polymers* 75: 463-471.
- Zhang, H., Zhong, H., Zhang, L., Chen, S., Zhao, Y. & Zhu, Y. 2009. Synthesis and characterization of thermosensitive graft copolymer of N-isopropylacrylamide with biodegradable carboxymethylchitosan. *Carbohydrate Polymer* 77: 785-790.
- Zhao, L., Luo, F., Wasikiewicz, J.M., Mitomo, H., Nagasawa, N. & Yagi, T. 2008. Adsorption of humic acid from aqueous solution onto irradiation-crosslinked carboxymethyl. *Bioresorce Technology* 99(6): 1911-1917.
- Melissa Andarini, Maryam Mokhtarom, Bohari M. Yamin & Azwan Mat Lazim*
Pusat Bahan Termaju & Sumber Keterbaharuan
Fakulti Sains dan Teknologi
Universiti Kebangsaan Malaysia
43600 UKM Bangi, Selangor Darul Ehsan
Malaysia
- M. Cairul Iqbal M. Amin
Pusat Penyelidikan Fakulti Farmasi
Universiti Kebangsaan Malaysia
Jalan Raja Muda Abdul Aziz
50300 Kuala Lumpur, Wilayah Persekutuan
Malaysia

*Pengarang untuk surat-menyurat: azwanlazim@ukm.edu.my

Diserahkan: 1 Januari 2019

Diterima: 18 Julai 2019