

## NANOPARTIKEL $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ BERBASIS BAHAN ALAM SEBAGAI MATERIAL PENGADSORPI PEWARNA DALAM AIR

Zun Wahyu Yulianti<sup>1)</sup>, Munasir<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Mahasiswa Program Studi Fisika Universitas Negeri Surabaya, email: [zunyulianti@mhs.unesa.ac.id](mailto:zunyulianti@mhs.unesa.ac.id)

<sup>2)</sup> Dosen Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: [munasir\\_physics@unesa.ac.id](mailto:munasir_physics@unesa.ac.id)

### Abstrak

*Methylene blue* merupakan senyawa organik *non-biodegradable* yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan terutama pencemaran air. *Methylene blue* merupakan pewarna sintetis yang memiliki gugus benzene dan sulit untuk didegradasi. Sehingga upaya yang bisa dilakukan untuk menghilangkan *methylene blue* dalam air yaitu menggunakan metode adsorpsi. Metode ini dilakukan dengan mensintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  sebagai adsorben dengan metode *in-situ*, dimana  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki sifat kemagnetan yang dapat menghilangkan katalis dan limbah zat warna, sementara  $\text{SiO}_2$  memiliki sifat kompatibilitas yang baik sebagai bahan pelapis magnetik. Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  sebelum diaplikasikan sebagai adsorpsi dikarakterisasi dengan uji XRD dan FTIR. Dari hasil XRD dapat diketahui pola difraksi nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  bersesuaian dengan pola difraksi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , sedangkan FTIR menunjukkan keberadaan  $\text{SiO}_2$ . Pada hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi konsentrasi larutan berpengaruh terhadap nilai kapasitas adsorpsi. Semakin besar konsentrasi larutan *methylene blue* maka nilai kapasitas adsorpsinya semakin besar yaitu 2,41 mg/g sedangkan nilai efisiensinya menurun yaitu 84%.

**Kata Kunci:** Nanopartikel, *Methylene blue*, Kapasitas adsorpsi

### Abstract

Methylene blue is a non-biodegradable organic compound that can cause environmental pollution, especially water pollution. Methylene blue is a synthetic dye that has a benzene group and is difficult to degrade. So that efforts can be made to remove methylene blue in water using the adsorption method. This method is carried out by synthesizing  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  as adsorbent by the in-situ method, where  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  has magnetic properties that can eliminate catalysts and dye waste, while  $\text{SiO}_2$  has good compatibility properties as a magnetic coating material.  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  nanocomposites before being applied as adsorption were characterized by XRD and FTIR tests. From the XRD results, it can be determined that the  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  nanocomposite diffraction pattern corresponds to the  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diffraction pattern, while the FTIR shows the presence of  $\text{SiO}_2$ . The results showed that variations in the concentration of the solution affect the value of the adsorption capacity. The greater the concentration of the methylene blue solution, the greater the adsorption capacity value is 2.41 mg / g while the efficiency value decreases by 84%.

**Keywords:** Nanoparticle, Methylene blue, Adsorption capacity

### PENDAHULUAN

Seiring berkembangnya zaman pasokan air bersih semakin berkurang. Kekurangan air bersih timbul karena beberapa alasan seperti meningkatnya populasi yang paling cepat serta peningkatan jumlah industri yang berkembang (Saravana, *et al.*, 2013).

Limbah zat warna yang dihasilkan dari limbah industri merupakan senyawa organik non-biodegradable, yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan terutama lingkungan perairan (Wijaya, *et al.*, 2006). Zat warna yang sering digunakan dalam industri tekstil yaitu *methylene blue*, sedangkan dalam laboratorium *methylene blue* digunakan sebagai pewarna indikator. *Methylene blue* memiliki gugus benzene yang menyebabkan zat warna ini sulit didegradasi (Christina, *et al.*, 2007).

Untuk mengurangi pencemaran tersebut beberapa teknik telah digunakan antara lain metode koagulasi, kompleksasi, pertukaran ion, dan teknik adsorpsi. Dari beberapa metode tersebut, maka metode adsorpsi merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk mengurangi dampak pencemaran lingkungan (Buhani, *et al.*, 2010). Metode adsorpsi ini memiliki beberapa keuntungan antara lain: prosesnya sangat sederhana, biaya yang digunakan cukup murah, ramah lingkungan (Gupta, *et al.*, 2006). Proses adsorpsi diharapkan dapat digunakan untuk menurunkan konsentrasi logam atau senyawa organik yang berlebih (Gupta, *et al.*, 2015). Nanopartikel oksida besi digunakan karena mempunyai keuntungan yaitu nanopartikel besi tidak mahal, ramah lingkungan dan biokompatibel.

Nanopartikel  $Fe_3O_4$  merupakan partikel magnetik yang memiliki karakteristik menarik karena memiliki sifat kemagnetan, optis dan kataliknya (Dobson, 2006). Partikel  $Fe_3O_4$  juga dapat digunakan untuk menghilangkan katalis dan unsur-unsur beracun dari produk limbah industri (Saoud, 2010). Bahan pelapis  $Fe_3O_4$  yang paling menjanjikan dan menguntungkan adalah silika, karena tidak hanya melindungi nanopartikel magnetik terhadap oksidasi dan aglomerasi pada rentang pH yang berbeda, tetapi juga meningkatkan stabilitas kimia (Wang, *et al.*, 2014). Nanopartikel  $Fe_3O_4$  diaplikasikan sebagai pemisah magnetic dalam mikrobiologi dan detoksifikasi cairan biologis, pengantar obat yang ditargetkan dan untuk aplikasi lingkungan penghapusan polutan organik dan anorganik

Silika ( $SiO_2$ ) mempunyai sifat hidrofisilitas yang baik, stabilitas, dan biokompabilitas yang efektif dapat meningkatkan kinerja nanopartikel  $Fe_3O_4$  dalam penempelan molekul organik ke permukaan nanopartikel dengan ikatan kovalen yang membungkus permukaan nanopartikel  $Fe_3O_4$  dengan  $SiO_2$  untuk membentuk nanopartikel core-shell  $Fe_3O_4/SiO_2$  dengan cara yang efektif untuk mencegah aglomerasi nanopartikel. Sehingga  $SiO_2$  berfungsi sebagai *shell* komposit yang ideal untuk melindungi magnetik (Zhang, *et al.*, 2016). Silika stabil pada saat direaksikan dan bersifat inert.  $SiO_2$  juga dapat memberikan kompatibilitas yang baik apabila dibandingkan dengan bahan pelapis organik lainnya. Selain itu, lapisan  $SiO_2$  dapat mengurangi aglomerasi dan dispersi yang tidak merata pada partikel  $Fe_3O_4$  (Zhang *et al.*, 2016). Silika banyak digunakan karena merupakan bahan pendukung yang memiliki kelebihan yaitu stabil pada kondisi asam, inert, biaya sintesis rendah, memiliki karakteristik pertukaran massa yang tinggi, porositas, luas permukaan, dan memiliki daya tahan tinggi terhadap panas.

Menurut hasil penelitian Fazle *et al.* (2019) yang telah melakukan sintesis  $Fe_3O_4/SiO_2$  *core shell* untuk aplikasi adsorben zat warna methylene blue dengan memvariasi waktu yaitu 1 sampai 60 menit. Hasil yang diperoleh dari adsorpsi  $Fe_3O_4/SiO_2$  *core shell* dengan adsorpsi pewarna *methylene blue* dari larutan  $Fe_3O_4/SiO_2$  meningkat seiring meningkatnya waktu adsorpsi.

## METODE

### Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan untuk sintesis  $Fe_3O_4$  dalam penelitian ini antara lain 20 gram pasir besi yang telah dimagnetisasi, HCl 12 M,  $NH_4OH$  6 M. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca ohaus, *magnetic stirrer*, aluminium foil, termometer alkohol, kertas saring, corong, mortal, gelas ukur. Sedangkan bahan yang digunakan untuk sintesis

$Fe_3O_4/SiO_2$  antara lain 1 gram  $Fe_3O_4$ ,  $NH_4OH$  6M, TEOS dan Etanol. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca ohaus, aluminium foil, spatula, corong, ultrasonifikasi, kertas saring, *hotplate stirrer* (kecepatan putar = 7 rpm), gelas ukur, gelas kimia.

### Variabel penelitian

Variabel kontrol : massa komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$ , volume larutan; Variabel manipulasi : variasi konsentrasi ( 10, 20,30, 40, dan 50 ppm); Variabel respon : kapasitas adsorpsi

### Metode Penelitian

#### Sintesis $Fe_3O_4$

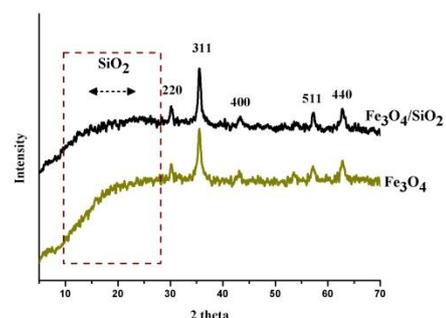
Sintesis  $Fe_3O_4$  menggunakan pasir besi yang telah dimagnetisasi dengan berat 20 gram kemudian dilarutkan dalam HCl sebanyak 38 mL lalu distirrer selama 20 menit. Jika larutan sudah berwarna kuning maka dipisahkan larutan dan endapannya. Kemudian larutannya ditambahkan 24 mL  $NH_4OH$  dengan cara ditetesi menggunakan pipet sampai larutan berwarna hitam pekat hingga terbentuk endapan hitam. Kemudian larutan di cuci menggunakan aquades sampai pH7. Setelah itu disaring dan dikeringkan dengan menggunakan oven selama 12 jam.

#### Sintesis komposit $Fe_3O_4/SiO_2$

Sintesis  $Fe_3O_4/SiO_2$  diawali dengan 1 gram serbuk  $Fe_3O_4$  ditambah 24 mL aquades setelah itu diultrasonifikasi selama 30 menit. Kemudian ditambah 240 mL etanol ke dalam larutan tersebut sambil diaduk rata, ditambahkan 4 mL ammonia dan TEOS dengan volume 4,8 mL. Setelah itu diaduk selama 8 jam pada suhu ruang.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Hasil Uji XRD

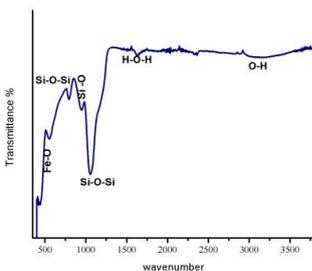


Gambar 1. Hasil uji XRD  $Fe_3O_4$ , dan komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$

Berdasarkan gambar 4.3 yang menunjukkan hasil karakterisasi XRD yang menunjukkan pola difraksi nanopartikel  $Fe_3O_4$  dan komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$  seperti

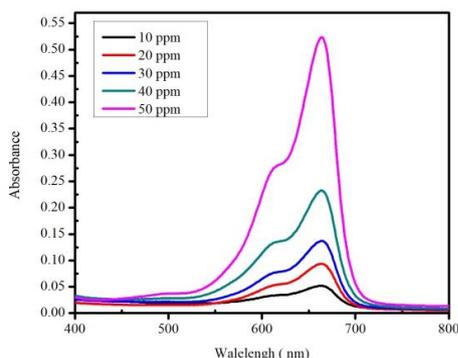
yang ditunjukkan pada gambar 4.3 bahwa puncak difraksi  $Fe_3O_4$  teridentifikasi pada sudut  $2\theta = 30.1^{\circ}, 35.5^{\circ}, 43.1^{\circ}, 57.1^{\circ},$  dan  $62.8^{\circ}$  dengan bidang kristal masing-masing (220), (311), (400), (511), dan (440). Sedangkan komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$  telah berhasil dilapisi dengan silika yaitu terletak pada sudut  $2\theta = 26.2^{\circ}$ . Berdasarkan penelitian Shao, *et al* (2013) puncak  $SiO_2$  teridentifikasi pada sudut  $2\theta = 24^{\circ}$  yang menunjukkan silika amorf. Penelitian Adrian dan munasir (2016) puncak  $SiO_2$  pada sudut  $2\theta = 24^{\circ}$ . semakin besar penambahan  $SiO_2$  ke dalam  $Fe_3O_4$  maka puncak difraksi partikel  $Fe_3O_4$  semakin bertambah.

### B. Hasil Uji FTIR



**Gambar 2.** Hasil uji FTIR komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$ . Dari gambar 2 menunjukkan hasil karakterisasi FTIR  $Fe_3O_4/SiO_2$  yaitu pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang  $548.83\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi *stretching* dari ikatan Fe-O yang merupakan puncak dari  $Fe_3O_4$ . Pita serapan pada bilangan gelombang  $790.87\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi *symmetric stretch* ikatan Si-O-Si yang menunjukkan keberadaan  $SiO_2$ . Pada bilangan gelombang  $949,36\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi Si-O. Pada bilangan gelombang  $1054.43\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi *asymmetric stretch* ikatan Si-O-Si. Pada panjang gelombang  $1636.94\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi *stretching* dan *bending* ikatan H-O-H. Pita serapan pada bilangan gelombang  $3164.80\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi *stretching* O-H.

### C. Hasil Uji UV-Vis



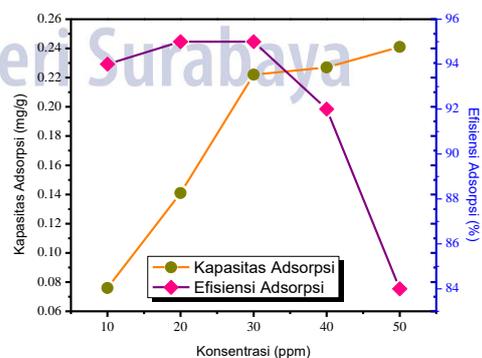
### Gambar 3. Hasil uji UV-Vis

Dapat dilihat pada grafik hasil uji UV-Vis dengan massa komposit 0,21 gram dengan waktu kontak 30 menit. puncak yang berwarna ungu menunjukkan konsentrasi *methylene blue* 10 ppm maka nilai absorbansi sebesar 0,0518 ppm. Puncak yang berwarna hijau menunjukkan konsentrasi *methylene blue* 20 ppm maka nilai absorbansinya sebesar 0,0932 ppm. Puncak yang berwarna biru menunjukkan konsentrasi *methylene blue* 30 ppm maka nilai absorbansi sebesar 0,1362 ppm. Puncak yang berwarna merah menunjukkan konsentrasi *methylene blue* 40 ppm maka nilai absorbansi sebesar 0,2313 ppm. Puncak yang berwarna hitam menunjukkan konsentrasi *methylene blue* 50 ppm maka nilai absorbansinya sebesar 0,5206 ppm. Semakin tinggi konsentrasi larutan *methylene blue* maka semakin meningkat juga nilai absorbansinya.

Pengaruh konsentrasi terhadap larutan *methylene blue*

Konsentrasi larutan (ppm)	Konsentrasi awal (ppm)	Konsentrasi teradsorpsi (ppm)	Kapasitas adsorpsi (mg/g)	Efisiensi (%)
10	0,9391	0,887	0,076	94
20	1,7339	1,641	0,141	95
30	2,7271	2,591	0,222	95
40	2,8828	2,652	0,227	92
50	3,3350	2,814	0,241	84

Dapat dilihat pada tabel diatas bahwa semakin meningkatnya konsentrasi dari larutan *methylene blue* maka semakin meningkat juga konsentrasi yang teradsorpsi oleh  $Fe_3O_4/SiO_2$ . Pada konsentrasi maksimum yaitu 50 ppm dengan konsentrasi awal 3,3350 ppm setelah diberi komposit 0,21 gram dengan waktu kontak 30 menit maka konsentrasi yang teradsorpsi sebesar 2,814 ppm.



**Gambar 5** Pengaruh konsentrasi terhadap nilai kapasitas dan efisiensi adsorpsi

Berdasarkan pada grafik 4.6 hubungan konsentrasi dengan kapasitas adsorpsi dan efisiensi adsorpsi. Pada gambar

4.6 dengan konsentrasi 10 ppm nilai kapasitas adsorpsi sebesar 0,076 mg/g dan efisiensinya 94%. Pada konsentrasi 20 ppm nilai kapasitas adsorpsi 0,141 mg/g dan efisiensi 95%. Pada konsentrasi 30 ppm nilai kapasitas adsorpsi 0,222 mg/g dan efisiensi 95%. Pada konsentrasi 40 ppm nilai kapasitas adsorpsi 0,227 mg/g dan efisiensi 92%. Pada konsentrasi 50 ppm nilai kapasitas adsorpsi 0,241 mg/g dan efisiensi 84%. Pada penelitian ini semakin tinggi konsentrasi larutan *methylene blue* maka semakin besar nilai kapasitas adsorpsi dan meningkatnya nilai efisiensi adsorpsi akan tetapi, pada konsentrasi 40 ppm dan 50 ppm nilai efisien menurun. Penurunan efisiensi pada konsentrasi 40 ppm dan 50 ppm karena pada konsentrasi tersebut tidak semua adsorbat terserap oleh adsorben  $Fe_3O_4/SiO_2$  ada yang terlepas sehingga efisiensinya menurun. Hal sama dengan penelitian (Khodaie, *et al.*, 2013) menyatakan semakin tinggi konsentrasi akan menyebabkan penurunan efisiensi karena jumlah ion *methylene blue* tidak sebanding dengan banyaknya adsorben.

## PENUTUP

### Simpulan

1. Hasil karakterisasi  $Fe_3O_4/SiO_2$  telah berhasil terbentuk dengan ditunjukkannya pola difraksi komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$  yang bersesuaian dengan pola difraksi  $Fe_3O_4$ . Kemudian hasil karakterisasi FTIR menunjukkan vibrasi symmetric stretch yang merupakan ikatan Si-O-Si yang menunjukkan keberadaan  $SiO_2$ . Kemudian ikatan Fe-O yang merupakan puncak dari difraksi  $Fe_3O_4$ . Kedua ikatan tersebut menunjukkan bahwa modifikasi permukaan telah berhasil dilakukan
2. Kemudian untuk variasi konsentrasi semakin besar konsentrasi larutan *methylene blue* maka kapasitas adsorpsinya semakin besar yaitu 2,41 mg/g.

### Saran

1. Untuk menguji UV-Vis dengan menggunakan larutan *methylene blue* setelah melakukan adsorpsi harus diuji langsung, karena semakin lama maka intensitasnya semakin redah. Hal itu dapat dilihat secara fisik larutan *methylene blue* berubah menjadi berwarna bening.
2. Sebaiknya mencoba konsentrasi yang lebih besar seperti 100 ppm, 125 ppm, dan 250 ppm untuk mengetahui serapan besar  $Fe_3O_4/SiO_2$  dapat mengadsorpsi larutan *methylene blue*

## DAFTAR PUSTAKA

- Andayani, W., & A, S. (1999). Aplikasi Radiasi Pengionan dalam Penguraian Limbah Industri Radiolosis Lautan Standart Zat Warna Reaktif Cibacron Violet2 R. *Batan (online)*, 32.
- Buhani, Narsito, Nuryono, & Kurnarti, E. S. (2010). Production Of Metal Ion Imprinted From Mercapto-Silica Through Sol- Gel Process As Selective Adsorbent Of Cadmium. *Desalination*, 251, 83-89.
- Christina, M., Mu'nisatun, S., Saptajai, R., & Marjanto, D. (2007). Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350keV/10mA. *JFN*, 1, 1978-8738.
- Dobson, J. (2006). Magnetic Nanoparticles For Drug Delivery. *Drug Dev*, 67, 55-60.
- Gupta, S. S., & Bhattacharyya, K. G. (2006). Adsorption of Ni(II) On Clays. *Journal of Colloid and Interface Science*, 295, 21-32.
- Gupta, V. K., Nayak, A., & Agarwal, S. (2015). Bidsorbents For Remediation Of Heavy Metals: Current Status and Their Future Pruspects. *Environmental Engineering Research*, 20, 1-18.
- Saravana, R., Karthikeyan, N., Gupta, V. K., Thirumal, E., & Thangadurai, P. (2013). ZnO/Ag Nanocomposite : An efficient Catalyst For Degradation Studdies of Textile Effluents Under Visible Light. *Materials Science and Engineering C*, 33, 2235-2244.
- Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., & Kurniaysih, D. (2006). Utilisasi TiO<sub>2</sub>-Zeolit Dan Sinar Uv Untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red. *TEKNOIN*, 11, 199-209.
- Zaytseva, M. P., Muradova, A. G., Sharapaev, A. I., Yurtov, E. V., Grebennikov, I. S., & Savchenko, A. G. (2018).  $Fe_3O_4/SiO_2$  Core Shell Nanostructures : Preparation and Characterization. *Russians Journal of Inorganic Chemistry*, 63(12), 1684-1688.
- Zhang, L., Shao, H. P., Zheng, H., Lin, T., & Guo, Z. M. (2016). Synthesis and Chracterization Of  $Fe_3O_4@SiO_2$  Magnetic Composite Nanoparticles by A One-Pot Process. 23(9), 1112-1118.