

GREEN SYNTHESIS NANOPARTIKEL Fe_3O_4 DENGAN BIOREDUKTOR EKSTRAK DAUN MIMBA (*Azadirachta indica*): APLIKASI SEBAGAI MATERIAL FOTOKATALIS DEGRADASI METHYLENE BLUE

¹⁾Dimas Muhamad Syihabuddin, ²⁾Munasir

¹⁾ Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: dimas.19052@mhs.unesa.ac.id

²⁾ Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: Munasir_physics@unesa.ac.id

Abstrak

Beberapa tahun terakhir masalah pencemaran lingkungan air di Indonesia cukup mengkhawatirkan, sehingga diperlukan material semikonduktor yang mampu mengatasi hal tersebut, salah satunya dengan menggunakan aktivitas fotokatalis untuk mengatasinya. Tujuan penelitian ini yaitu (1) menganalisis karakteristik nanopartikel Fe_3O_4 yang disiapkan dengan *green synthesis* menggunakan daun Mimba (*Azadirachta indica*); (2) menganalisis nilai persentase degradasi zat warna *methylene blue* oleh nanopartikel Fe_3O_4 pada aktivitas fotokatalis menggunakan sinar UV. Hasil penelitian ini menjelaskan bahwa persentase atomik dari unsur besi (Fe) dan oksigen (O) yang berturut turut sebesar 53,64% dan 46,36%. Hal ini menunjukkan keberhasilan dalam sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode *green synthesis* berdasarkan kandungan komposisi unsur Fe dan O yang tinggi dan memiliki ukuran butir Fe_3O_4 sebesar 80 nm. Hasil penelitian pada aktivitas fotokatalik *methylene blue* dengan waktu penyinaran 210 menit pencampuran katalis Fe_3O_4 memiliki presentase degradasi sebesar 98,97%.

Kata Kunci: *Azadirachta indica*, Nanopartikel Fe_3O_4 , Fotokatalis dan *Methylene blue*

Abstract

In recent years, the problem of water environmental pollution in Indonesia is quite alarming, so semiconductor materials are needed to overcome this, one of which is by using photocatalyst activity to overcome it. The objectives of this study are (1) to analyze the characteristics of Fe_3O_4 nanoparticles prepared by green synthesis using neem leaves (*Azadirachta indica*); (2) to analyze the percentage value of methylene blue dye degradation by Fe_3O_4 nanoparticles in photocatalyst activity using UV light. The results of this study explain that the atomic percentage of iron (Fe) and oxygen (O) are 53.64% and 46.36%, respectively. This shows the success in the synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles by green synthesis method based on the high Fe and O element composition content and has a Fe_3O_4 grain size of 80 nm. The results of research on the photocatalytic activity of methylene blue with an irradiation time of 210 minutes mixing Fe_3O_4 catalyst has a degradation percentage of 98.97%.

Keywords: *Azadirachta indica*, Fe_3O_4 Nanoparticles, Photocatalyst and *Methylene blue*

I. PENDAHULUAN

Dalam beberapa waktu terakhir, industri tekstil di Indonesia telah berkembang sangat pesat. Dengan banyaknya industri tekstil, dapat menimbulkan berbagai pencemaran lingkungan air. Pencemaran air disebabkan oleh adanya zat pewarna dari limbah industri tekstil tersebut. Seiring berkembangnya waktu dalam industri tekstil memiliki berbagai jenis zat pewarna diantaranya *methyl orange*, *methylene blue*, *congo red*, *rhodamin b* dan berbagai jenis pewarna lainnya. Salah satu zat pewarna yang sering digunakan dalam industri tekstil ialah *methylene blue* yang merupakan senyawa aromatik heterosiklik kationik yang berbahaya apabila tercemar (Elshypany et al., 2021). *Methylene blue* merupakan senyawa organik yang memiliki sifat sukar terurai, karsinogenik dan murtagenik (Agnestisia, 2017). Permasalahan ini dapat kita lakukan menggunakan metode sederhana yang ramah lingkungan namun bisa berdampak baik untuk pencemaran zat pewarna *methylene blue*. Adapun metode yang digunakan yaitu menggunakan metode fotokatalis.

Fotokatalis merupakan proses gabungan antara fotoreaksi dan katalis, di mana prosesnya mempercepat fotoreaksi dengan kehadiran katalis. Katalis merupakan zat yang mempercepat laju reaksi tanpa digunakan dalam proses sehingga mampu mengurangi energi aktivasi zat. Metode fotokatalis dapat dimanfaatkan sebagai salah satu metode untuk pengolahan limbah zat pewarna. Dalam metode ini zat pewarna organik akan diuraikan menjadi senyawa-senyawa yang lebih sederhana dengan adanya katalis dan bantuan sinar UV (Suprihatin et al., 2021). Dalam proses penguraian limbah pewarna mekanisme fotokatalis dapat bekerja dengan cara penyerapan cahaya (spektrum) oleh material pendukung sehingga terbentuk pasangan elektron dan hole pada permukaan (Ardiyanti et al., 2019). Material pendukung ini digunakan dalam proses fotokatalis untuk mereduksi energi gap sehingga lebih mudah untuk diaktivasi. Prinsip kerja fotokatalis dapat di optimalkan dengan melakukan pengembangan suatu material pendukung dengan jenis semikonduktor. Salah satu material semikonduktor yang dapat dijadikan sebagai fotokatalis adalah Fe_3O_4 .

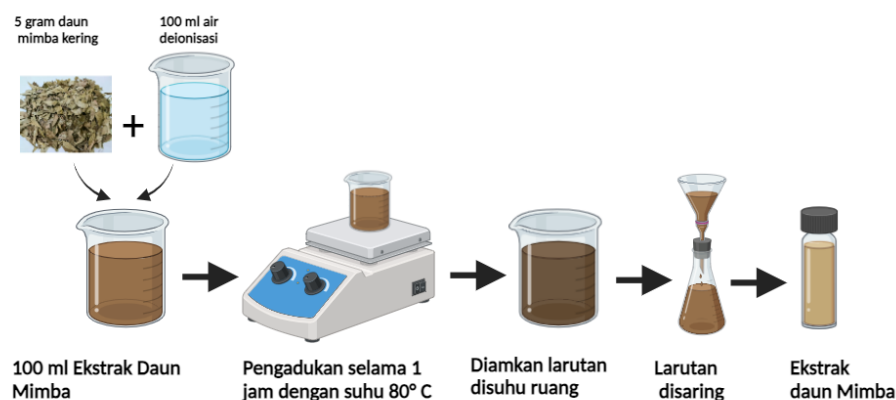
Besi oksida (Fe_3O_4) merupakan salah satu material magnetik yang menunjukkan kemagnetan paling kuat dibandingkan dengan oksida-oksida besi yang lainnya. Adapun keunggulan yang dimiliki oleh nanopartikel Fe_3O_4 adalah dimanfaatkan sebagai terapi hipertermia bagi penderita kanker. Nanopartikel Fe_3O_4 mempunyai sifat superparamagnetik yang sensitif terhadap medan magnet luar seperti medan magnet AC. Sifat magnet ini dimiliki oleh Fe_3O_4 pada ukuran kritis karena terjadi transisi sifat magnet Fe_3O_4 yang semula bersifat feromagnetik menjadi superparamagnetik (Musa Rampengan & Milian Tompunu Tengker, 2021). Nanopartikel besi oksida (Fe_3O_4) dapat disintesis dalam bentuk magnetit, maghemite dan hematit dengan menggunakan metode biologi fisika dan kimia. Nanopartikel Fe_3O_4 dapat dibentuk dengan berbagai cara yang dapat menunjukkan sifat-sifat tertentu, salah satunya Fe_3O_4 dapat di sintesis menggunakan metode yang ramah lingkungan yaitu dengan *green synthesis*. Metode *green synthesis* merupakan sintesis dengan material yang lebih ramah lingkungan dimana pada proses ini melibatkan organisme maupun tumbuhan sebagai agen pereduksi sehingga mampu meminimalisir penggunaan bahan kimia (Lestari et al., 2022).

Ekstrak daun Mimba (*Azadirachta indica*) merupakan salah satu tanaman yang dapat dijadikan sebagai pereduksi nanopartikel Fe_3O_4 . Dapat diketahui bahwa daun mimba memiliki banyak khasiat obat-obatan seperti antibakteri, antijamur dan obat cacing. Ekstrak daun mimba mengandung berbagai senyawa bioaktif molekul seperti glikosida, alkaloid, saponin, flavonoid, karbohidrat, tanin dan senyawa fenolik yang berperan baik dalam pembentukan nanopartikel besi oksida (Kuchekar et al., 2021).

II. METODE PENELITIAN

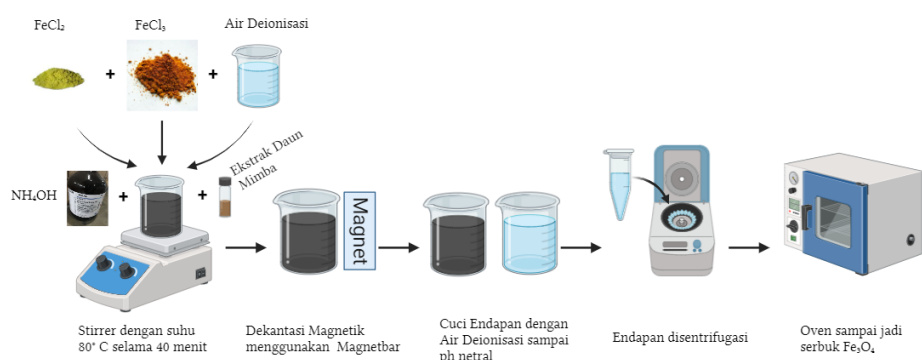
A. Preparasi Daun Mimba

Preparasi ekstrak daun *Azadirachta Indica* mengacu pada penelitian (Kuchekar et al., 2021) dilakukan dengan mencampur 5 g serbuk daun *Azadirachta Indica* dengan air deionisasi 100 ml, kemudian campuran tersebut dipanaskan pada suhu konstan 80 °C selama 15-20 menit. Larutan kemudian didiamkan hingga suhu ruang dan disaring untuk mendapatkan ekstrak. Ekstrak disimpan pada suhu 4°C sampai digunakan lebih lanjut.



Gambar 1. Preparasi ekstrak daun *Azadirachta Indica*

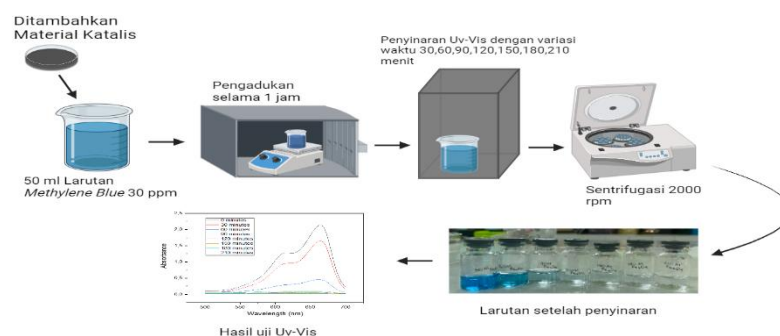
B. Green Synthesis Nanopartikel Fe_3O_4



Gambar 2. Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 Menggunakan Metode *Green Synthesis*

Sintesis Fe_3O_4 dilakukan menggunakan metode *green syntesis* dengan menggunakan ekstrak daun mimba sebagai agen penutup (*capping agent*) untuk menjaga stabilitas struktur nano. Penelitian yang dilakukan oleh (Kuchekar et al., 2021) mengatakan bahwa daun mimba mengandung banyak khasiat obat seperti anti bakteri, anti jamur, dan *anthelmintic* (pembasmi cacing di usus). Selain khasiat obat, daun ini memiliki berbagai molekul bioaktif seperti glikosida, alkaloid, saponin, flavonoid, karbohidrat, tanin, dan senyawa fenolik yang berperan utama dalam pembentukan nanopartikel oksida besi (Kuchekar et al., 2021). Proses *green synthesis* diawali dengan menimbang 0,40 gr besi (II) klorida tetrahidrat ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dan 1,10 gr besi (III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Serbuk Fe_3O_4 dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan rasio molar 1:2 dilarutkan dengan air deionisasi 100 ml dan dialiri dengan gas nitrogen. Larutan dipanaskan dengan suhu 80 °C selama 10 menit. Sebanyak 5 ml ekstrak daun *Azadirachta Indica* ditambahkan perlahan kedalam campuran. Larutan NH_4OH 25% sebanyak 20 ml ditambahkan kedalam campuran menggunakan pipet dengan di teteskan sambil diaduk selama 30 menit. Campuran menjadi warna hitam menandakan terbentuknya Fe_3O_4 -NPs. Setelah 30 menit, larutan dituangkan ke gelas kimia dan didekantasi magnetik untuk menghilangkan supernatan. Endapan hitam pekat Fe_3O_4 -NPs kemudian dicuci dengan air deionisasi dan disentrifugasi selama 10 menit. Endapan hitam kemudian dikeringkan.

C. Aktivitas Fotokatalik Fe_3O_4

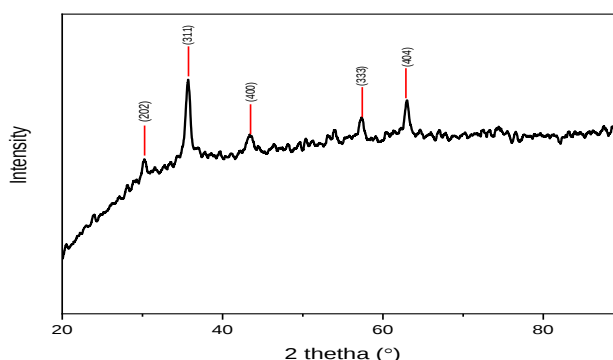


Gambar 3. Proses Aktivitas Fotokatalik

Menyiapkan larutan *methylene blue* dengan konsentrasi 20 ppm. Memasukkan ke dalam gelas beaker 50 ml dengan ditambahkan material katalis sebanyak 0,21 gram. Larutan diaduk menggunakan magnetik stirrer, lalu diberi perlakuan penyinaran dengan sinar UV dengan memberi variasi waktu selama 30, 60, 90, 120, 150, 180 dan 210 menit. Larutan akan berubah warna, kemudian di sentrifugasi dengan kecepatan 2000 rpm untuk memisahkan larutan dengan katalis dan dilanjutkan dengan menguji larutan menggunakan UV-Vis.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

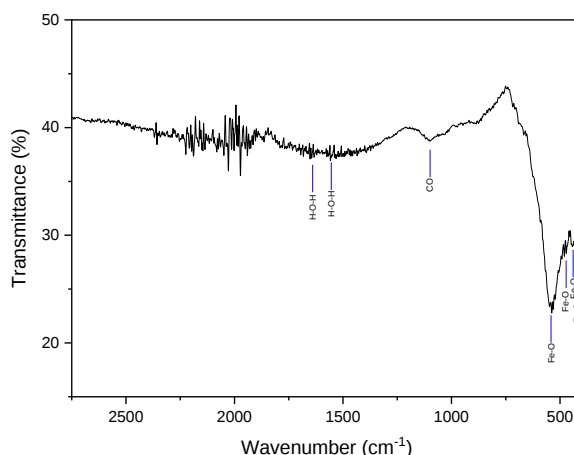
A. Hasil Karakterisasi XRD



Gambar 4. Hasil karakterisasi XRD pada Fe_3O_4

Setelah proses sintesis dilakukan uji XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam nanopartikel Fe_3O_4 . Uji XRD dilakukan dengan sudut 50° - 90° . Pola XRD nanopartikel Fe_3O_4 dapat dilihat pada Gambar 4. Data tersebut kemudian dilakukan analisa menggunakan *software match!* Untuk mengetahui fasa yang diinginkan yaitu magnetit. Hasil analisa *match!* fasa magnetit terbentuk pada sudut 2θ sebesar $63,01^\circ$ yang merupakan satu puncak bidang kristal di (404) yang terkonfirmasi baik dalam database JCPDS No. 19-0629, sebagai fase magnetit (Fe_3O_4). Pada sudut tersebut sesuai penelitian (Khoirotin *et al.*, 2023) yang mengungkapkan bahwa pada fasa magnetit terjadi ketika $2\theta=62,8^\circ$ dengan puncak bidang kristal (404). Difaktogram menunjukkan bahwa fase magnetit terbentuk pada sampel yang diuji (Serbuk nanopartikel Fe_3O_4). Gambar 4.2 terlihat bahwa puncak-puncak difraksi dari nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis sesuai dengan penelitian sebelumnya, bidang-bidang kristal yang teridentifikasi untuk nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis dari ekstrak daun mimba kering adalah (220), (311), (400), (333), (404), pada posisi $2\theta = 30,24^\circ$, $35,70^\circ$, $43,37^\circ$, $57,33^\circ$, dan $63,01^\circ$ secara berurutan.

B. Hasil Karakterisasi FTIR



Gambar 5. Hasil karakterisasi FTIR pada Fe_3O_4

Karakterisasi FTIR dilakukan dengan menggunakan spektroskopi inframerah pada rentang bilangan gelombang 3000-500 cm^{-1} . Kurva spektrum FTIR untuk ekstrak daun mimba daun kering dan nanopartikel Fe_3O_4 ditunjukkan pada Gambar 5. Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi pada sampel hasil sintesis yang berperan dalam pembentukan nanopartikel Fe_3O_4 . Spektrum FTIR hasil sintesis menunjukkan puncak serapan untuk nanopartikel Fe_3O_4 berada pada bilangan gelombang tertentu yang mengindikasikan gugus fungsi dari nanopartikel Fe_3O_4 (Gambar 5). Puncak serapan pada bilangan gelombang 443,23-538,23 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan Fe-O. Bilangan gelombang 1096,57 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan CO. Bilangan gelombang 1557,61-1651,61 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan H-O-H. Menurut penelitian (Khoirotin *et al.*, 2023) bahwa adanya pita serapan pada 482 cm^{-1} dan 567 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus fungsi Fe-O.

Tabel 1. Hasil Uji FTIR

	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang literatur (cm^{-1})	Referensi
Fe_3O_4	443,23	Fe-O (octahedral bonds)	441	(Husain et al., 2019)
	470,65	Fe-O (octahedral bonds)	471	(Husain et al., 2019)
	479,52	Fe-O (absorptions band)	476	(Takai et al., 2019)
	538,23	Fe-O (vibration)	580	(Yang et al., 2010)
	1096,57	CO (stretching vibrations)	1089	(Husain et al., 2019b)
	1557,61	H-O-H (bending)	1672-1367	(Malega et al., 2018)
	1651,61	H-O-H (bending)	1672-1367	(Malega et al., 2018)

IV. PENUTUP

A. Simpulan

Hasil karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 telah berhasil terbentuk dibuktikan pada karakterisasi XRD sesuai dengan database JCPDS No. 19-0629 sebagai fase magnetit. Dan memiliki morfologi berbentuk bulat tak beraturan dengan ukuran partikel rata-rata Fe_3O_4 sebesar 80 nm. Pada karakterisasi FTIR terdapat gugus fungsi Fe-O pada Panjang bilangan 443,23-538,23 cm^{-1}

B. Saran

Untuk pengujian UV-Vis pada methylene blue setelah proses fotokatalis, harus disimpan ditempat yang tertutup agar warna pada larutan tidak berubah.

DAFTAR PUSTAKA

- Agnestisia, R. (2017). Synthesis & Characterization of Magnetit (Fe_3O_4) and Its Applications As Adsorbent Methylene blue. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 11(2), 61. <https://doi.org/10.20527/jstk.v11i2.4039>
- Ardiyanti, H., Puspitarum, D. L., & Puja Kesuma, W. A. (2019). SINTESIS KOMPOSIT $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ BERBASIS LIMBAH AMPAS TEBU DI WILAYAH BANDAR LAMPUNG DENGAN KOMBINASI METODE KOPRESIPITASI & SOL GEL UNTUK APLIKASI FOTOKATALIS. *Jurnal Pendidikan Fisika*, 7(2), 203. <https://doi.org/10.24127/jpf.v7i2.2186>
- Elshypany, R., Selim, H., Zakaria, K., Moustafa, A. H., Sadeek, S. A., Sharaa, S. I., Raynaud, P., & Nada, A. A. (2021). Elaboration of $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$ nanocomposite with highly performance photocatalytic activity for degradation methylene blue under visible light irradiation. *Environmental Technology and Innovation*, 23, 101710. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2021.101710>
- Husain, S., Irfansyah, M., Haryanti, N. H., Suryajaya, S., Arjo, S., & Maddu, A. (2019). Synthesis and characterization of Fe_3O_4 magnetic nanoparticles from iron ore. *Journal of Physics: Conference Series*, 1242(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1242/1/012021>
- Khoirotin, Faaizatunnisa, N., & Munasir. (2023). Green Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles Using Green Betel Leaf Extract for Methylene blue Adsorption. *Natural and Life Sciences Communications*, 22(3). <https://doi.org/10.12982/NLSC.2023.042>
- Kuchekar, S., Patil, M. P., Aher, H. R., & Gaikwad, V. (2021). *Azadirachta Indica* Assisted Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles. *August*.
- Lestari, G. A. D., Cahyadi, K. D., Esati, N. K., Suprihatin, I. E., & Ankamwar, B. (2022). KARAKTERISASI GREEN SYNTHESIS NANOPARTIKEL EMAS (NP_{Au}) MENGGUNAKAN EKSTRAK AIR BIJI CENGKEH. *Jurnal Kimia*, 16(1), 122. <https://doi.org/10.24843/jchem.2022.v16.i01.p16>
- Maheswari, K. C., & Reddy. (2016). Green Synthesis of Magnetite Nanoparticles through Leaf Extract of *Azadirachta indica*. *Journal of Nanoscience and Technology*, 2(4), 189-191.
- Musa Rampengan, A., & Milian Tompunu Tengker, S. (2021). Analisa sifat kemagnetan polimer poliethylen glycol (PEG-4000)-coated nanopartikel magnetite Fe_3O_4 menggunakan vibrating sample magnetometer (VSM). *Fullerene Journ. Of Chem*, 6(2), 161-164. <https://doi.org/10.37033/fjc.v6i2.376>
- Malega, F., Indrayana, I. P. T., & Suharyadi, E. (2018). Synthesis and Characterization of the Microstructure and Functional Group Bond of Fe_3O_4 Nanoparticles from Natural Iron Sand in Tobelo North Halmahera. *Jurnal Ilmiah Pendidikan Fisika Al-Biruni*, 7(2), 129-138. <https://doi.org/10.24042/jipfalbiruni.v7i2.2913>
- Suprihatin, I. E., Murdani, N. D., & Suarsa, I. W. (2021). BENTONIT- Fe_3O_4 SEBAGAI FOTOKATALIS DALAM PROSES FOTODEGRADASI NAPHTHOL BLUE BLACK DENGAN IRADIASI UV. *Jurnal Kimia*, 15(1), 59. <https://doi.org/10.24843/jchem.2021.v15.i01.p09>
- Takai, Z., Mustafa, M. K., Asman, S., Takai, Z. I., Mustafa, M. K., & Sekak, K. A. (2019). Preparation and Characterization of Magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles By Sol-Gel Method. In *International Journal of Nanoelectronics and Materials* (Vol. 12, Issue 1). <https://www.researchgate.net/publication/330511880>
- Yang, K., Peng, H., Wen, Y., & Li, N. (2010). Re-examination of characteristic FTIR spectrum of secondary layer in bilayer oleic acid-coated Fe_3O_4 nanoparticles. *Applied Surface Science*, 256(10), 3093-3097. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2009.11.079>