

## APLIKASI ADSORBEN NANOPARTIKEL MAGNETIT ( $Fe_3O_4$ ) UNTUK PENYISIHAN METILEN BIRU DARI *FERRIC NITRATE NONAHYDRATE* DENGAN METODE SOL-GEL

Mauli Faulina<sup>1,\*</sup>, Ratna Sari<sup>2</sup>, Nahar<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup>Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Lhokseumawe  
24301 Lhokseumawe, Aceh, Indonesia  
\*e-mail: maulifaulina@gmail.com

### Abstract

The application of magnetite ( $Fe_3O_4$ ) nanoparticle adsorbent for the removal of methylene blue from ferric nitrate nonahydrate by sol-gel method. This study was conducted to determine the effect of variations in calcination temperature and stirring time on density, and adsorption power of magnetite ( $Fe_3O_4$ ) nanoparticles on methylene blue with variations in stirring time of 2 hours; 3 hours; 4 hours; 5 hours, and 6 hours, as well as variations in calcination temperature of 200°C; 250°C; 300°C; 350°C and 400°C. Characterization of magnetite ( $Fe_3O_4$ ) nanoparticles was carried out using XRD, and SEM instruments. Methylene blue concentration after adsorption was measured using Uv-Vis Spectrophotometer. Determination of adsorbent surface area was done by iodine absorption test. The results showed a decrease in density along with the increase in calcination temperature and the longer the stirring, the density value will increase. Magnetite ( $Fe_3O_4$ ) nanoparticles effectively increase the adsorption capacity of methylene blue, with the best results at a stirring time of 6 hours and a calcination temperature of 400°C the concentration after adsorption drops to 1.7316 ppm. The best iodine adsorption capacity is found in the sample of 6 hours stirring time and 200°C calcination temperature, which is 1027.89 mg/g. The crystal size obtained based on calculations from the Scherrer equation at a variation of 3 hours stirring time and 200°C calcination temperature is 0.2 nm and the surface morphological structure of magnetite ( $Fe_3O_4$ ) nanoparticles at the same stirring time and calcination temperature looks clustered with sizes ranging from 0.4 nm to 0.9 nm.

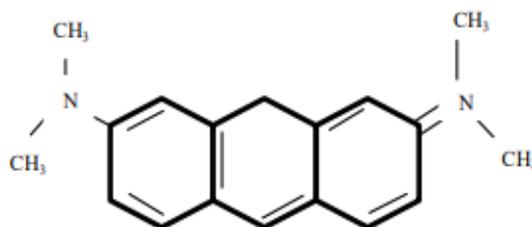
**Keywords:** adsorbent, magnetite, methylene blue, nanoparticle, sol-gel.

### PENDAHULUAN

Pertumbuhan industri tekstil di Indonesia setiap tahun semakin pesat, terutama pada industri tekstil zat warna. Pengaplikasian zat warna sintetik seringkali digunakan untuk pewarna pada pakaian, perabotan rumah tangga, dan sebagainya. Pembuangan limbah pewarna sintetik ke lingkungan dapat merusak lingkungan dan memicu penyebaran berbagai penyakit. Hal ini dikarenakan pewarna sintetik membutuhkan waktu yang lama untuk

terurai dan struktur aromatiknya tahan terhadap pengaruh lingkungan seperti suhu, pH, dan bakteri [1].

Jenis pewarna yang paling umum dipakai pada industri adalah metilen biru.



Gambar 1. Struktur kimia metilen biru [2]

Metilen biru memiliki sifat yang lebih berbahaya daripada pewarna lainnya. Sehingga, pemakaian dalam waktu lama dapat mengakibatkan masalah kesehatan yang serius [3].

Permasalahan limbah zat pewarna dapat diatasi dengan beberapa teknik, seperti filtrasi membran, koagulasi, degradasi elektrokimia, filtrasi membran, fotokatalisis, pertukaran ion, presipitasi, adsorpsi, flokulasi, dan presipitasi [4]. Tetapi metode-metode ini meninggalkan produk samping yang membutuhkan identifikasi dan pemantauan. Selain itu, sebagian besar teknik ini juga memiliki biaya perawatan yang tinggi, terutama ketika digunakan dalam jumlah besar. Oleh karena itu, adsorpsi dapat dianggap sebagai strategi yang optimal. Hal ini disebabkan karena proses adsorpsi tidak menyebabkan pembentukan senyawa beracun [5].

Nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dapat digunakan sebagai adsorben yang baik, karena nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi, luas permukaan spesifik yang besar, dan mudah dipisahkan dari lingkungan aplikasi adsorben. Sehingga, nanopartikel magnetit dapat digunakan sebagai adsorben yang baik [6].

Pada penelitian ini, penyisihan metilen biru dilakukan menggunakan adsorben nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang disintesis menggunakan teknik sol-gel dengan memvariasikan suhu kalsinasi dan waktu pengadukan. Dengan menggunakan bahan dasar senyawa ferri nitrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) dan etilen glikol ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ ). Tujuan penelitian ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh variasi suhu kalsinasi dan waktu pengadukan terhadap densitas nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang dihasilkan serta mengetahui bagaimana efektifitas daya adsorpsi nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang dihasilkan.

## METODE

### Preparasi Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Ferri nitrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) ditimbang sebanyak 8,08 gr. Kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL etilen glikol ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ ). Selanjutnya larutan dipanaskan pada suhu  $40^\circ\text{C}$  menggunakan *hotplate* dan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama variasi waktu yang telah ditentukan. Sol yang telah terbentuk dipanaskan pada suhu  $80^\circ\text{C}$  hingga mendapatkan gel berwarna coklat. Selanjutnya dimasukkan ke oven untuk proses pengeringan pada suhu  $150^\circ\text{C}$  selama kurang lebih 10 jam. Setelah kering, xerogel dikalsinasi pada kisaran suhu yang telah ditentukan selama satu jam.

### Pengujian

#### Uji densitas

Uji densitas diukur dengan alat piknometer yang dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\rho = \frac{(w_3 - w_1)}{(w_2 - w_1) - (w_4 - w_3)} \rho_{\text{air}} \dots\dots (1)$$

Dimana:

$w_1$  = berat piknometer kosong (gram)

$w_2$  = berat piknometer + air (gram)

$w_3$  = berat piknometer kering + serbuk (gram)

$w_4$  = berat piknometer + serbuk dan air (gram)

$\rho$  = massa jenis air ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )

#### Uji Daya Serap Terhadap Iod

Metode titrasi iodometri adalah salah satu metode yang digunakan dalam analisa daya adsorpsi nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) terhadap larutan iodium. Daya adsorpsi ini dapat dilihat dengan besarnya angka iod yaitu angka yang menunjukkan kemampuan adsorben dalam mengadsorpsi iod. Semakin

besar nilai angka iod maka semakin besar pula daya adsorpsi dari adsorben [7]. Rumus yang digunakan untuk menentukan luas permukaan berdasarkan bilangan iodin yaitu sebagai berikut:

$$DSI \text{ (mg/g)}: \frac{(V - \frac{T \times C_1}{C_2}) \times W_1 \times F_p}{\text{gr sampel}} \dots (2)$$

Dimana:

- V = Filtrat yang dititrasi (10 mL)
- T = Volume titrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N
- $C_1$  = Konsentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N
- $C_2$  = Konsentrasi iod 0,1 N
- $W_1$  = Berat iod (12,69 mg/L).
- $F_p$  = Faktor Pengenceran

#### Karakteristik Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Karakterisasi pada nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopes* (SEM).

#### Pembuatan Limbah Artifisial Metilen Biru

Dilakukan penyesuaian konsentrasi metilen biru dengan limbah industri tekstil yang konsentrasi zat warnanya sekitar 20-30 mg/L [8]. Serbuk metilen biru ditimbang sebanyak 20 mg kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Selanjutnya ditambahkan aquades sampai tanda batas lalu diaduk sampai tercampur rata.

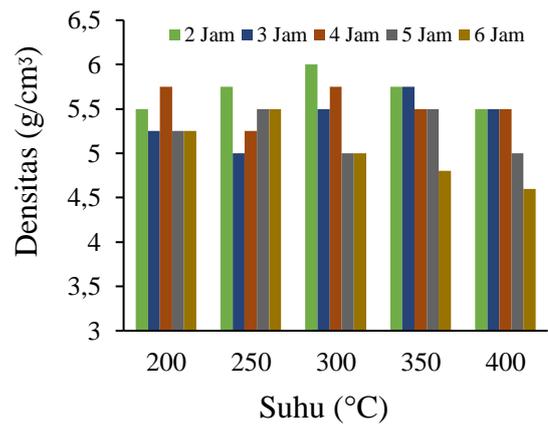
#### Uji Pemisahan Adsorben dalam Larutan Metilen Biru

Sebanyak 20 mL larutan metilen biru ditambahkan ke dalam *beaker glass*. Kemudian ditambahkan 0,2 g nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Selanjutnya campuran diaduk dan didiamkan selama dua jam, kemudian diberi medan magnet eksternal. Konsentrasi filtrat yang diperoleh diukur dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Suhu Kalsinasi dan Waktu Pengadukan terhadap Densitas

Densitas merupakan pengukuran massa per satuan volume suatu benda [9]. Hasil pengujian nilai densitas berdasarkan pengaruh waktu pengadukan dan temperatur kalsinasi bisa dilihat pada Gambar 2.



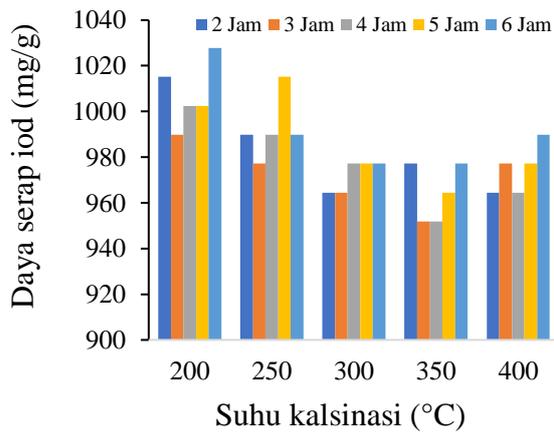
Gambar 2. Pengaruh suhu kalsinasi dan waktu pengadukan terhadap uji densitas

Semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai densitas akan semakin menurun. Meskipun terlihat pada gambar, garis grafik yang terbentuk tidak terlalu menunjukkan grafik dengan garis lurus menurun. Ketika suhu semakin naik maka massa akan berkurang karena terjadinya penguapan selama proses pemanasan. Hal tersebut dapat mempengaruhi nilai densitas yang didapatkan. Berbanding terbalik dengan waktu pengadukan semakin lama pengadukan dilakukan maka nilai densitas akan semakin meningkat [10].

### Pengaruh Suhu Kalsinasi dan Waktu Pengadukan terhadap Nilai Uji Daya Serap terhadap Iod

Daya serap terhadap larutan iod menunjukkan kemampuan adsorben nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dalam mengadsorpsi adsorbat. Semakin tinggi nilai bilangan iodin, maka semakin tinggi pula

kapasitas adsorpsi adsorben. Hasil penelitian ini bisa dilihat pada Gambar 3.



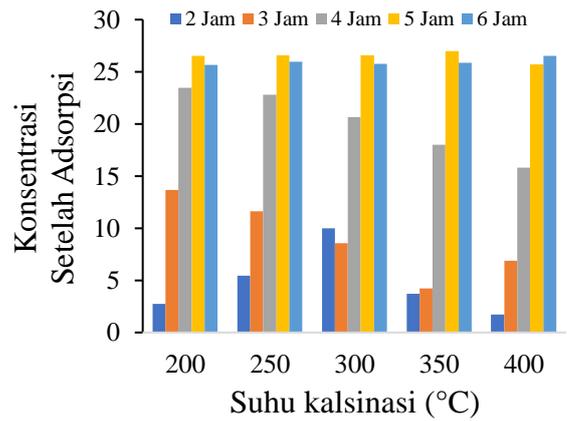
Gambar 3. Hubungan waktu pengadukan dan suhu kalsinasi terhadap daya serap iod

Semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin kecil daya serap terhadap iod. Hal ini terjadi karena semakin tinggi suhu kalsinasi maka ukuran nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) yang dihasilkan semakin besar. Ukuran partikel yang lebih besar akan mengurangi luas permukaan adsorben.

Pada penelitian ini, daya serap terhadap iod terbaik terdapat pada sampel waktu pengadukan 6 jam dan suhu kalsinasi 200 °C yaitu sebesar 1027,89 mg/g. Hasil tersebut sudah memenuhi standar SNI No.06-3730-1995 dimana standar minimum daya serap iod sebesar 750 mg/g.

### Pengaruh Suhu Kalsinasi dan Waktu Pengadukan terhadap Konsentrasi Metilen Biru Setelah Adsorpsi

Nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dapat digunakan sebagai adsorben yang baik, karena nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi dan kapasitas adsorpsi yang tinggi, sehingga nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dapat digunakan sebagai adsorben metilen biru. Hasil penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 4.

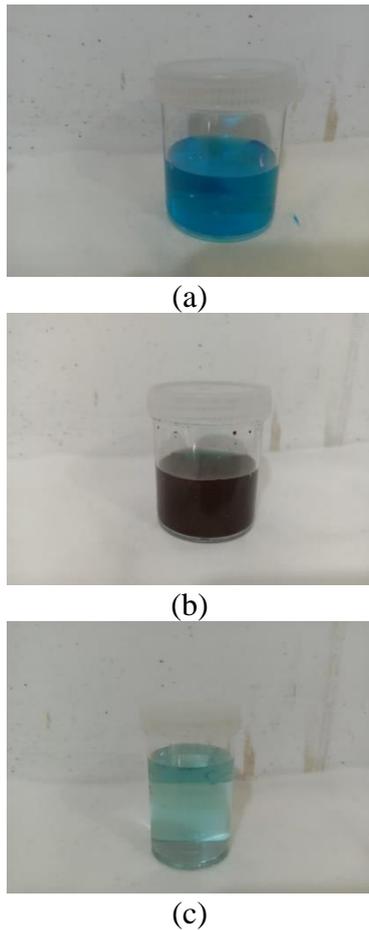


Gambar 4. Hubungan waktu pengadukan dan suhu kalsinasi dengan konsentrasi metilen biru setelah adsorpsi

Dapat dilihat bahwasanya terdapat kenaikan konsentrasi metilen biru pada suhu kalsinasi 350 °C, dan 400 °C, dan juga pada suhu kalsinasi 300 °C dengan variasi waktu pengadukan 2 jam dan 3 jam. Hal ini terjadi karena adanya kesalahan penggunaan instrumen dalam pembuatan larutan metilen biru, sehingga menyebabkan konsentrasi metilen biru setelah adsorpsi naik.

Namun dapat dilihat juga pada suhu kalsinasi 200 °C dan 250 °C, dan juga pada suhu kalsinasi 300 °C pada waktu pengadukan 5 jam dan 6 jam konsentrasi metilen biru setelah adsorpsi menurun, sehingga dapat disimpulkan semakin rendah suhu kalsinasi maka semakin banyak jumlah metilen biru yang teradsorpsi. Hal ini menunjukkan adsorben nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) mampu menyerap metilen biru. Dari hasil yang didapat bisa disimpulkan bahwa nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) efektif meningkatkan kapasitas adsorpsi metilen biru. Dengan hasil terbaik pada waktu pengadukan 6 jam dan suhu kalsinasi 400 °C konsentrasi metilen biru setelah adsorpsi turun menjadi 1,7316 ppm dari konsentrasi awal sebesar 20 ppm.

Proses pemisahan adsorben dari larutan metilen biru dapat dilihat pada Gambar 5.

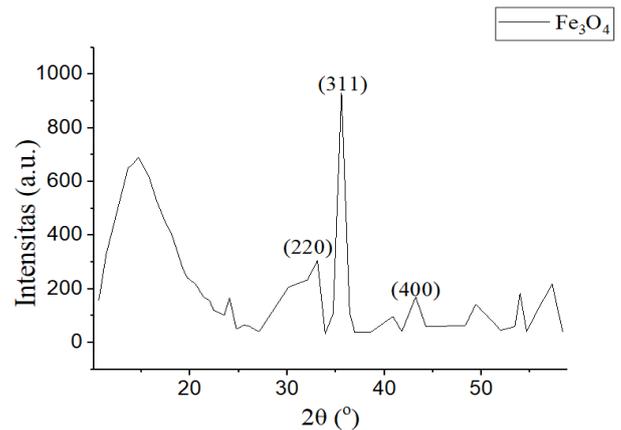


Gambar 5. Gambar uji pemisahan adsorben dari larutan metilen biru (a) larutan metilen biru (b) larutan metilen biru + magnetit (c) larutan metilen biru + magnetit setelah 5 menit proses pemisahan.

### Hasil Karakteristik Struktur Partikel Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil analisa X-ray diffractometer (XRD) nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) pada sampel (suhu kalsinasi  $200\text{ }^\circ\text{C}$ , waktu pengadukan 3 jam) bisa dilihat pada Gambar 6. Hasil sintesis nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) menggunakan metode sol-gel pada waktu pengadukan 3 jam dan suhu kalsinasi  $200\text{ }^\circ\text{C}$  didapati pola difraksi yang diperoleh mengindikasikan bahwa proses sintesis berhasil mendapatkan fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilihat dari hasil pencocokan pada data standar JCPDS No. 19-0629 untuk fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hasil ini dibuktikan dengan keberadaan puncak difraksi, yang merupakan puncak difraksi

$\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Intensitas tertinggi pada difraktogram terletak pada titik  $2\theta = 35,5863$  yaitu sebesar 932 yang merupakan puncak  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Semakin tinggi intensitas, maka semakin baik susunan kristalnya, atau semakin banyak atom yang sejajar secara teratur dan rapi. Pola difraksi lainnya untuk fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan pada sudut  $2\theta$  adalah sebagai berikut:  $30,1398^\circ$ ,  $35,5863^\circ$ , dan  $43,2305^\circ$  yang berurutan berdasarkan indeks miller (220), (311), dan (400).

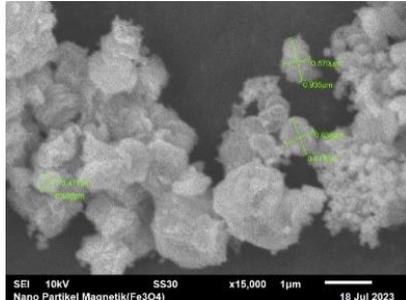


Gambar 6. Pola difraksi analisa XRD pada sampel waktu pengadukan 3 jam dan suhu kalsinasi  $200\text{ }^\circ\text{C}$

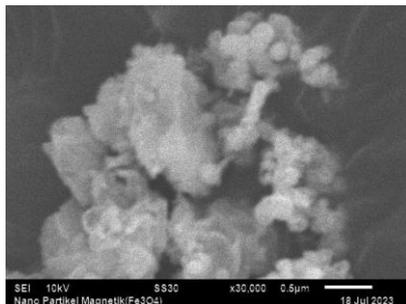
### Hasil Karakteristik Morfologi Permukaan Partikel Menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian struktur mikro dari nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang di hasilkan pada penelitian ini bisa dilihat pada Gambar 7. Hasil karakteristik morfologi permukaan nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) pada waktu pengadukan 3 jam dan suhu kalsinasi  $200\text{ }^\circ\text{C}$  pada pembesaran 15.000x dapat dilihat bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berkerumun (aglomerisasi) dari ukuran 0,4 nm hingga 0,9 nm. Ukuran ini dapat kategorikan dalam material nanopartikel. Kecenderungan partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  untuk menjadi satu (berkerumun) merupakan salah satu sifat magnetik dari partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hasil nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang berkerumun diperjelas oleh data analisa

Scanning Electron Microscopic (SEM) pada pembesaran 30.000x dimana nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) terlihat menumpuk pada beberapa bagian.



(a)

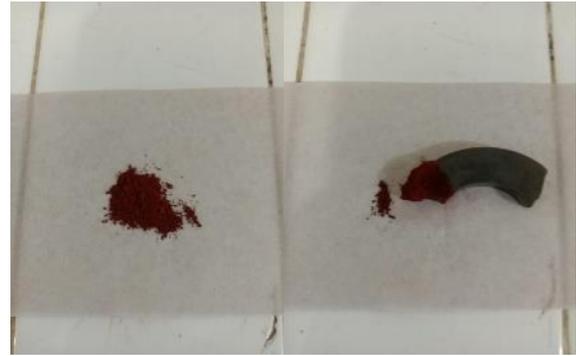


(b)

Gambar 7. (a) Hasil pada pembesaran 15.000x (b) Hasil pada pembesaran pada 30.000x

### Analisa Kemagnetan dengan Medan Magnet Eksternal

Percobaan dilakukan menggunakan medan magnet eksternal dengan meletakkannya di suatu wadah kemudian ditambahkan medan magnet, selanjutnya perhatikan apakah magnetit mampu terikat pada medan magnet yang diberikan. Hasil ini bisa dilihat pada Gambar 8. Dapat dilihat bahwasanya padatan yang tertarik ke medan magnet, tidak hanya tertarik sebagian, tetapi nyaris seluruhnya. Magnetit yang dihasilkan secara jelas memiliki daya magnet terkuat (feromagnetik).



Gambar 8. Pendekatan medan magnet pada serbuk hasil pembuatan nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

### KESIMPULAN

1. Semakin tinggi suhu pemanasan selama proses berlangsung maka semakin menurun nilai densitas yang dihasilkan.
2. Semakin lama waktu pengadukan dilakukan maka nilai densitas akan semakin meningkat.
3. Nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) efektif meningkatkan kapasitas adsorpsi metilen biru.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anwar, D. Indah, dan D. Mulyadi, 2015. *Synthesis of Fe-TiO<sub>2</sub> composite as a photocatalyst for degradation*. Procedia Chemistry, Vol. 17, pp. 49-54.
- [2] Rizki., Andri, E. Syahputra, S. Pandia, and Halimatuddahlia, 2019. *Pengaruh waktu kontak dan massa adsorben biji asam jawa (tamarindus indica) dengan aktivator H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> terhadap kapasitas adsorpsi zat warna methylene blue*. Jurnal Teknik Kimia USU, Vol. 8, No.2, pp. 54-60.
- [3] Choi, H., and S. W. Yu, 2019. *Biosorption of methylene blue from aqueous solution by agricultural bioadsorbent corncob*. Environmental Engineering Research, Vol. 24, No. 1, pp. 99-106.

- [4] Silva, F., et al., 2019. *Biosorption of methylene blue dye using natural biosorbents made from weeds*. *Materials*, Vol. 12, No. 15, pp. 2486.
- [5] Gurses, A., A. Hassani, M. Kıranşan, Ö. Açışlı, and S. Karaca, 2014. *Removal of methylene blue from aqueous solution using untreated lignite as potential low-cost adsorbent: kinetic, thermodynamic and equilibrium approach*. *Journal of Water Process Engineering*, Vol 2, pp. 10-21.
- [6] Pourzamani, H.R., et al., 2017. *Nitrate removal from aqueous solutions by magnetic nanoparticle*. *Journal of Environmental Health and Sustainable Development*, Vol. 2, No. 1, pp. 187-195.
- [7] Dewi, R., Azhari, and I. Nofriadi, 2020. *Aktivasi karbon dari kulit pinang dengan menggunakan aktivator kimia KOH*. *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, Vol. 9, No. 2, pp. 12-22.
- [8] Kustiningsih, I., and D. K. Sari, 2017. *Uji adsorpsi zeolit alam dan pengaruh sinar ultraviolet terhadap degradasi limbah methylene blue*. *Jurnal TEKNIKA*, Vol. 13, No. 1, pp. 25-32.
- [9] Prawira, N.B, and A. Rouf, 2018. *Perancangan alat ukur massa jenis zat cair menggunakan cepat rambat gelombang ultrasonik*. *Indonesian Journal of Electronics and Instrumentation Systems (IJEIS)*, Vol. 8, No. 2, pp 143-154.
- [10] Lai, Yi-An, X. Zhu, Y. Zhang, and M. Diab, 2020. *Diversity, density, and homogeneity: quantitative characteristic metrics for text collections*. *Proceedings of the Twelfth Language Resources and Evaluation Conference*, pp. 1739–1746.