

KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe_3O_4 DAN APLIKASINYA DALAM ADSORPSI Ni(II) DAN Co(II)

Cucun Alep Riyanto¹ dan Nur Aji Wibowo²

¹Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Kristen Satya Wacana
Jalan Diponegoro 52-60 Salatiga, Jawa Tengah 50711

²Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Kristen Satya Wacana
Jalan Diponegoro 52-60 Salatiga, Jawa Tengah 50711

E-mail : cucun.alep@staff.uksw.edu

Received : 3 Juli 2018; revised : 9 September 2018; accepted : 28 Maret 2019

ABSTRAK

KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe_3O_4 DAN APLIKASINYA DALAM ADSORPSI Ni(II) DAN Co(II) .

Nanopartikel magnetik Fe_3O_4 (MNPs) disintesis dari $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebagai sumber Fe dengan penambahan NH_4OH melalui proses sol-gel. MNPs digunakan untuk menyerap larutan Ni(II) dan Co(II) . Larutan Ni(II) dan Co(II) dianalisis menggunakan spektrofotometer HACH. MNPs dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Transmission Electron Microscope (TEM)*, dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ukuran partikel MNPs dari 30 nm sampai dengan 70 nm. Dalam proses adsorpsi, MNPs cenderung menjerap larutan yang mengandung logam Co(II) daripada Ni(II) . Berdasarkan analisis dengan spektrofotometer HACH, penurunan konsentrasi hanya terjadi pada larutan Co(II) sebesar 55,31% dari 0,47 ppm menjadi 0,21 ppm.

Kata kunci : Adsorben, Magnetit, Nanopartikel, Spektrofotometer

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF Fe_3O_4 NANOPARTICLES AND THEIR APPLICATION FOR Ni(II) AND Co(II)

ADSORPTION. *Fe₃O₄ magnetic nanoparticles (MNPs) were synthesized from FeSO₄•5H₂O as a source of Fe with the addition of NH₄OH through a sol-gel process. The MNPs were used to absorb Ni (II) and Co (II) solutions. The solution of Ni (II) and Co (II) was analyzed using a HACH spectrophotometer. The MNPs were characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Transmission Electron Microscope (TEM), and Scanning Electron Microscope (SEM). The results showed that the particle sizes of MNPs were ranged from 30 nm until 70 nm. In the adsorption process, MNPs tend to adsorb the solution containing metal Co (II) than Ni(II). Based on the analysis with the HACH spectrophotometer, the decrease in concentration of 55.31% only occurred in Co (II) solution from 0.47 ppm to 0.21 ppm.*

Keywords : Adsorbent, Magnetite, Nanoparticles, Spectrophotometer

PENDAHULUAN

Revolusi industri yang terjadi saat ini, selain berdampak positif bagi peningkatan kualitas hidup masyarakat, tetapi juga menyimpan bahaya yang mengancam, baik kehidupan masyarakat itu sendiri maupun ekosistem dalam skala yang lebih luas. Hal ini tak lepas dari keberadaan limbah sebagai hasil yang tak bisa dihindarkan dari proses produksi industri tersebut. Salah satu jenis limbah hasil industri yang berdampak buruk bagi lingkungan adalah limbah cair. Kontaminan yang ada dalam limbah cair dapat berupa logam berat, senyawa anorganik, polutan organik, dan senyawa kompleks lainnya (O'Connor 1996; Fatta-Kassinos *et al.* 2011).

Beberapa logam berat yang berdampak serius bagi lingkungan adalah Ni(II) , Co(II) , dan Cu(II) yang biasanya dihasilkan dari aktivitas industri seperti pertambangan, peleburan logam, dan perusahaan baterai (Kushwaha, Gupta, and Chattopadhyaya 2017). Paparan Ni(II) dapat menyebabkan penyakit akut pada paru-paru, sistem reproduksi, dan sistem saraf (Argun 2008). Konsentrasi tinggi Co(II) dapat menyebabkan iritasi paru-paru, dermatitis, kerontokan, hipersensitif pernapasan, bahkan kematian (Egila, Dauda, and Jimoh 2010). Paparan Cu(II) dapat menyebabkan iritasi mulut, hepatic, kerusakan ginjal, dan depresi (Ajmal *et al.* 1998). Oleh karena itu, diperlukan upaya-

upaya yang diharapkan sanggup untuk mengurangi atau bahkan mengeliminasi dampak buruk dari keberadaan kontaminan dalam limbah cair tersebut, seperti penggunaan media elektromagnet maupun proses adsorpsi.

Dalam beberapa tahun terakhir, pemanfaatan material magnet dalam berbagai aspek kehidupan masyarakat mengalami peningkatan yang sangat berarti. Salah satunya adalah pemanfaatannya dalam manajemen lingkungan (Xu *et al.* 2012; Ali *et al.* 2014). Zaidi *et al.* (2014) melakukan penelitian dengan pemaparan medan elektromagnetik pada pemurnian limbah cair. Selain pemaparan dengan medan elektromagnetik, penambahan material magnetit (Fe_3O_4) sebagai penyerap polutan di dalam air juga sedang menjadi topik hangat dalam bidang pemurnian air (Xu *et al.* 2012). Banyak penelitian dilakukan guna memperoleh komposisi material Fe_3O_4 yang tepat (Saiz, Bringas, and Ortiz 2014).

Proses penyerapan polutan tersebut dikenal dengan metode adsorpsi, dimana metode ini merupakan salah satu metode pemisahan yang murah, mudah dioperasikan, sederhana, serta kapasitas yang cukup besar (Thomas and Crittenden 1998). Metode ini didasarkan pada interaksi antara gugus/ion dari larutan dengan gugus fungsional yang terdapat pada permukaan suatu adsorben melalui interaksi pembentukan kompleks pada permukaan padatan yang kaya akan gugus fungsional seperti $-\text{OH}$, $-\text{NH}$, $-\text{SH}$, dan $-\text{COOH}$ (Stumm and Morgan 1996).

Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dilakukan, Fe_3O_4 dihasilkan dari sintesis menggunakan Fe(II) dan Fe(III). Pada tahap aplikasi adsorpsi, Fe_3O_4 baru digunakan untuk proses adsorpsi dalam penjernihan air (senyawa organik dan mikroba). Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis Fe_3O_4 hanya dari sumber Fe(II) melalui proses sol-gel serta aplikasinya sebagai adsorben pada larutan Ni(II) dan Co(II).

BAHAN DAN METODE

Bahan

Larutan uji yang digunakan adalah sampel larutan Ni(II) dari $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan larutan Co(II) dari $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Bahan yang diperlukan dalam sintesis Fe_3O_4 adalah $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, larutan NH_4OH 25%, akuades, larutan H_2SO_4 1M, dan indikator pH universal. Semua bahan yang digunakan dalam *grade pro-analysis* (Merck, Jerman). Bahan lain yang digunakan adalah magnet eksternal (Neodymium grade N-35).

Alat yang digunakan antara lain ayakan 62 mesh, peralatan gelas (gelas *beaker*, pengaduk kaca, dan gelas Erlenmeyer), cawan porselen, dan oven. Untuk karakterisasi dan

aplikasi material digunakan beberapa instrumen analisis seperti spektrofotometer HACH, *X-Ray Diffraction* (XRD, Rigaku Miniflex 600), *Transmission Electron Microscope* (TEM, JEM 1400 JEOL/EO), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM, FEI Inspect S50 EDAX Ametex).

Metode

Sintesis Fe_3O_4 (Huang and Hu 2008)

Sejumlah $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 50 mL akuades, kemudian ditambahkan lagi 50 mL akuades dan sejumlah NH_4OH 25% hingga pH menjadi 11. Proses pencampuran dilakukan selama 50 menit, setelah itu campuran disimpan selama 1 hari. Selanjutnya, campuran dibilas dengan menggunakan akuades hingga netral, lalu dengan etanol. Padatan yang tersisa disimpan dalam oven (suhu 75°C) hingga kering, lalu padatan digerus, ditimbang, dan diayak (ayakan ukuran 62 mesh). Sampel yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengetahui sifat kristal Fe_3O_4 , TEM untuk mengetahui ukuran partikel Fe_3O_4 , dan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan Fe_3O_4 .

Penjernihan Larutan Ni(II) dan Co(II)

Sejumlah larutan Ni(II) dan Co(II) disiapkan dengan membuat larutan Ni(II) 0,05 ppm dari $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan larutan Co(II) 0,50 ppm dari $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Seberat 50 mg sampel Fe_3O_4 dimasukkan dalam larutan masing-masing, lalu disonifikasi selama 50 menit. Larutan awal dan larutan akhir masing-masing dianalisis dengan spektrofotometer HACH untuk mengetahui kadar masing-masing dari Ni(II) dan Co(II).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Nanopartikel Fe_3O_4

Material magnet disintesis dengan metode sol-gel dari $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam akuades dan ditambahkan larutan NH_4OH 25% hingga pH menjadi 11. Hasil material magnet yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD (Gambar 1), TEM (Gambar 2), dan SEM (Gambar 2).

Pada Gambar 1, terlihat bahwa material magnet yang disintesis (atas) memiliki kesesuaian puncak difraksi dengan sampel Fe_3O_4 standard (bawah) dengan sudut difraksi pada 2 theta yaitu $30,19^\circ$; $35,15^\circ$; $56,85^\circ$; dan $62,55^\circ$. Hasil tersebut mendekati hasil penelitian Zhang *et al.* (2011) yang memperoleh puncak difraksi Fe_3O_4 pada 2 theta yaitu $30,3^\circ$; $35,5^\circ$; $57,1^\circ$; dan $62,5^\circ$. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa material magnet yang disintesis adalah Fe_3O_4 (Dewi, Skinner, and Nann 2014). Dari hasil ini, lalu dilakukan karakterisasi ukuran partikel dan distribusi

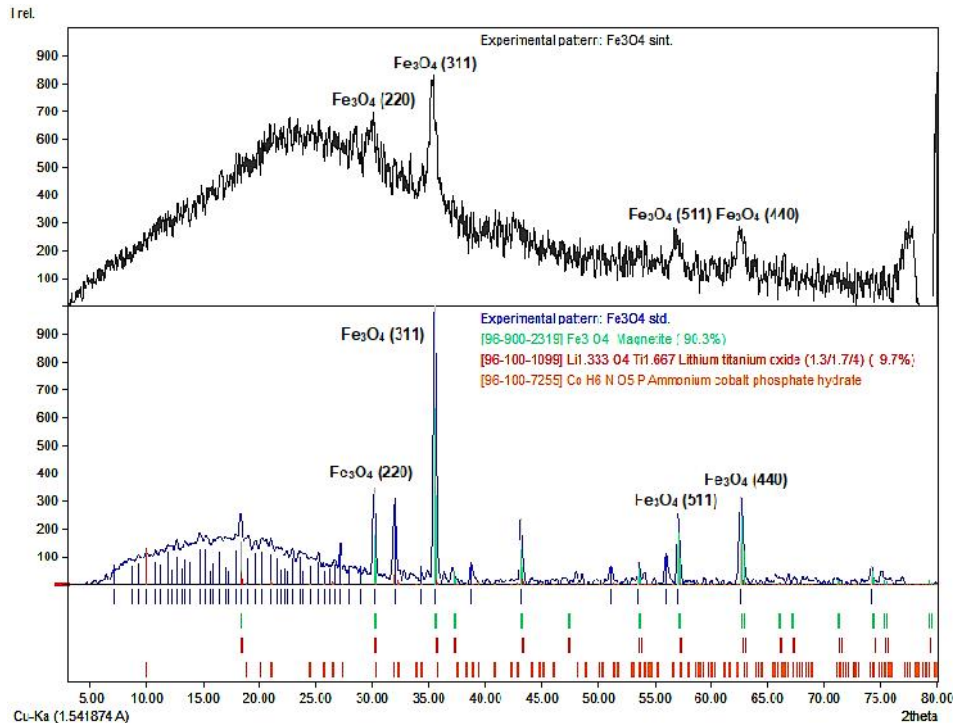
permukaan material (morfologi), masing-masing dengan *Transmission Electron Microscope (TEM)* dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*.

Berdasarkan Gambar 2a, terlihat bahwa Fe_3O_4 terlihat bergerombol (aglomerasi) dengan ukuran berkisar 30 nm sampai dengan 70 nm. Ukuran ini masih dalam rentang 10 nm sampai dengan 100 nm, sehingga dapat dikategorikan dalam material nanopartikel (Faraji, Yamini, and Razaee 2010). Sifat magnetik dari partikel Fe_3O_4 menyebabkan kecenderungan partikel untuk menjadi satu (bergerombol) (Wei *et al.* 2012; Deng *et al.*

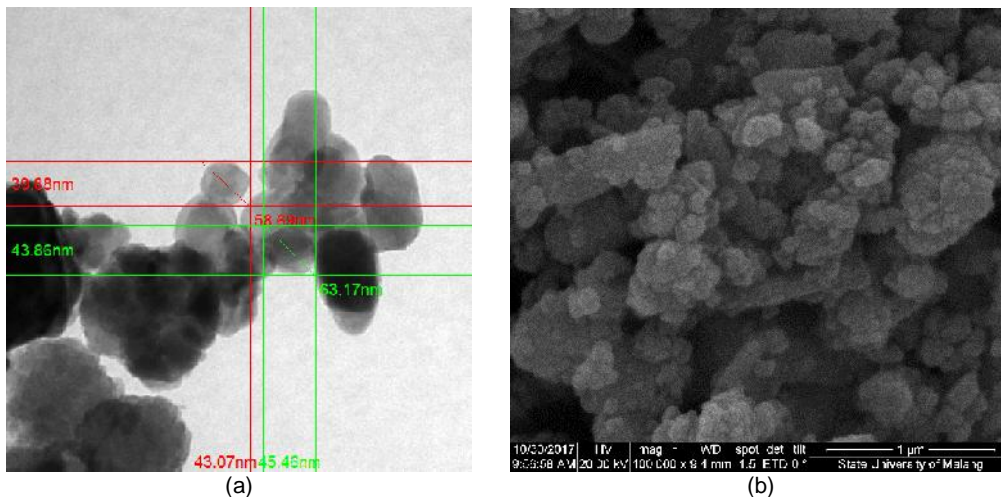
2016). Hasil nanopartikel Fe_3O_4 yang bergerombol diperkuat data analisis SEM pada Gambar 2b dimana terlihat penumpukan nanopartikel Fe_3O_4 pada beberapa tempat.

Aplikasi Fe_3O_4 Pada Larutan Ni(II) Dan Co(II)

Pada tahap awal perlakuan Fe_3O_4 sebagai adsorben, perlu dilakukan pengkondisian pH larutan untuk mengetahui jumlah senyawa kimia terlarut pada adsorben guna meminimalkan kemungkinan kerusakan Fe_3O_4 dalam proses penjernihan larutan (Huang and Hu 2008). Hasil adsorpsi disajikan dalam Tabel 1.



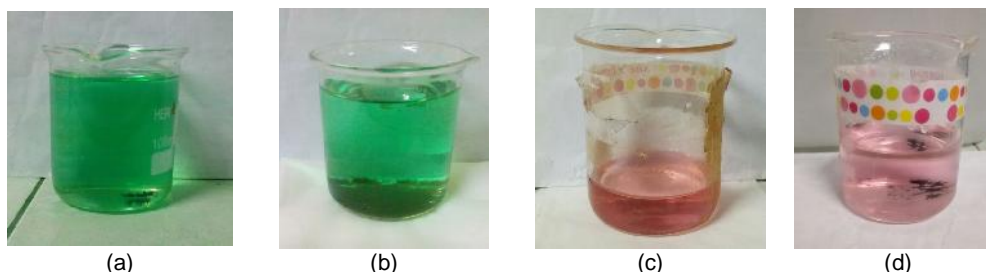
Gambar 1. Difraktogram sampel Fe_3O_4 : hasil sintesis (atas) dan standard (bawah)



Gambar 2. Citra TEM (a) dan citra SEM (b) untuk material Fe_3O_4

Tabel 1. Hasil pengukuran konsentrasi Fe terlarut dari Fe_3O_4

	Ulangan							
	1				2			
	3	5	7	9	3	5	7	9
pH								
Konsentrasi (ppm)	2,21	0,62	0,13	0,16	2,89	4,58	0,44	0,77



Gambar 3. Foto sampel larutan uji sebelum dan sesudah perlakuan : a) Ni(II) awal; b) Ni(II) akhir; c) Co(II) awal; dan d) Co(II) akhir

Tabel 2. Hasil uji adsorpsi Fe_3O_4 pada larutan Ni(II) dan Co(II)

Sampel	Konsentrasi			
	Abs (awal)	ppm (awal)	Abs (akhir)	ppm (akhir)
Ni(II)	0,026	0,02	0,02	0,02
Co(II)	0,475	0,47	0,211	0,21

Berdasarkan Tabel 1, terlihat bahwa jumlah Fe terlarut paling rendah diperoleh pada pH 7, sehingga pH ini diambil sebagai kondisi perlakuan penjernihan larutan. Pada perlakuan selanjutnya, pH 7 digunakan sebagai pH perlakuan dimana jika pH larutan kurang dari atau lebih dari 7, maka perlu dikondisikan terlebih dahulu menjadi pH 7.

Pada tahap selanjutnya, Fe_3O_4 diujikan pada larutan uji yang mengandung logam Co(II) dan Ni(II). Pada Gambar 3, terlihat adanya perbedaan warna awal dan warna akhir pada larutan Co(II) (Gambar 3c, 3d), namun tidak pada larutan Ni(II) awal dan Ni(II) akhir (Gambar 3a, 3b). Perbedaan warna tersebut diperkuat melalui hasil analisis dengan menggunakan spektrofotometer HACH yang disajikan pada Tabel 2.

Hasil yang diperoleh pada Tabel 2, menunjukkan bahwa Fe_3O_4 mampu menjerap lebih baik pada larutan Co(II). Konsentrasi larutan Co(II) mengalami penurunan dari 0,47 ppm menjadi 0,21 ppm, sedangkan pada larutan Ni(II) tidak terjadi perubahan konsentrasi larutan. Hal ini dikarenakan gugus aktif pada Fe_3O_4 (-OH) lebih tertarik untuk berinteraksi dengan spesi Co(II) daripada spesi Ni(II). Berdasarkan konsep *Hard-Soft Acids Bases* (HSAB) (Huheey, Keiter, and Keiter 1993), spesi -OH tergolong dalam basa keras yang

memungkinkan untuk berinteraksi dengan asam keras maupun spesi *borderline acids* seperti logam Co(II). Sifat keras atau lunak dari asam basa tersebut digolongkan berdasarkan jari-jari spesinya. Spesi yang memiliki jari-jari cenderung kecil tergolong sebagai spesi asam atau basa yang bersifat keras, sebaliknya spesi yang memiliki jari-jari cenderung besar tergolong sebagai spesi asam atau basa yang bersifat lunak (Huheey, Keiter, and Keiter 1993).

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh nanopartikel Fe_3O_4 dengan ukuran 30 nm sampai dengan 70 nm. Dalam proses adsorpsi, MNPs cenderung menjerap larutan yang mengandung logam Co(II) daripada Ni(II). Berdasarkan analisis dengan menggunakan spektrofotometer HACH, penurunan konsentrasi hanya terjadi pada larutan Co(II) sebesar 55,31% dari 0,47 ppm menjadi 0,21 ppm. Dengan demikian, nanopartikel Fe_3O_4 dapat digunakan sebagai adsorben Co(II).

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada Universitas Kristen Satya Wacana yang

mendukung pendanaan penelitian ini melalui Hibah Penelitian Internal Skim Penelitian Perseorangan/Kelompok Wajib Tahun Anggaran 2016/2017.

DAFTAR PUSTAKA

- Ajmal, M., A. Hussain Khan, S. Ahmad, and A. Ahmad. 1998. "Role of Sawdust in the Removal of copper(II) from Industrial Wastes." *Water Research* 32 (10) : 3085–91. doi:10.1016/S0043-1354(98)00067-0.
- Ali, Y., R. Samaneh, R. Zohre, and J. Mostafa. 2014. "Magnetic Water Treatment in Environmental Management A Review of the Recent Advances and Future Perspectives." *Current World Environment* 9 (3): 1008–16. doi:10.12944/cwe.9.3.56.
- Argun, M. E. 2008. "Use of Clinoptilolite for the Removal of Nickel Ions from Water: Kinetics and Thermodynamics." *Journal of Hazardous Materials* 150 (3) : 587–95. doi:10.1016/J.JHAZMAT.2007.05.008.
- Deng, X., Z. Huang, W. Wang, and R. N. Davé. 2016. "Investigation of Nanoparticle Agglomerates Properties Using Monte Carlo Simulations." *Advanced Powder Technology* 27 (5) : 1971–79. doi:10.1016/J.APT.2016.06.029.
- Dewi, M. R., W. M. Skinner, and T. Nann. 2014. "Synthesis and Phase Transfer of Monodisperse Iron Oxide (Fe₃O₄) Nanocubes." *Australian Journal of Chemistry* 67 (4): 663. doi:10.1071/CH13595.
- Egila, J. N., B. E. N. Dauda, and T. Jimoh. 2010. "Biosorptive Removal of Cobalt (II) Ions from Aqueous Solution by *Amaranthus Hydrizus* L. Stalk Wastes." *African Journal of Biotechnology* 9 (48) : 8192–98. doi:10.5897/AJB10.1365.
- Faraji, M., Y. Yamini, and M. Razaee. 2010. *BOOK-Magnetic Nanoparticles. Iranian Chemical Society*. Vol. 46. doi:10.1557/mrs.2013.230.
- Fatta-Kassinos, D., I. K. Kalavrouziotis, P. H. Koukoulakis, and M. I. Vasquez. 2011. "The Risks Associated with Wastewater Reuse and Xenobiotics in the Agroecological Environment." *Science of The Total Environment* 409 (19) : 3555–63. doi:10.1016/J.SCITOTENV.2010.03.036.
- Huang, C., and B. Hu. 2008. "Silica-Coated Magnetic Nanoparticles Modified with - Mercaptopropyltrimethoxysilane for Fast and Selective Solid Phase Extraction of Trace Amounts of Cd, Cu, Hg, and Pb in Environmental and Biological Samples prior to Their Determination by Inductively Co." *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy* 63 (3) : 437–44. doi:10.1016/J.SAB.2007.12.010.
- Huheey, J., E. Keiter, and R. Keiter. 1993. *Inorganic Chemistry: Principles of Structure and Reactivity*. Vol. 70. Pearson Education. doi:10.1007/SpringerReference_9061.
- Kushwaha, A. K., N. Gupta, and M. C. Chattopadhyaya. 2017. "Dynamics of Adsorption of Ni(II), Co(II) and Cu(II) from Aqueous Solution onto Newly Synthesized poly[N-(4-[4-(Aminophenyl)methylphenylmethacrylamid e])]." *Arabian Journal of Chemistry* 10 (May) : S1645–53. doi:10.1016/J.ARABJC.2013.06.007.
- O'Connor, G. A. 1996. "Organic Compounds in Sludge-Amended Soils and Their Potential for Uptake by Crop Plants." *Science of The Total Environment* 185 (1–3) : 71–81. doi:10.1016/0048-9697(95)05043-4.
- Saiz, J., E. Bringas, and I. Ortiz. 2014. "New Functionalized Magnetic Materials for As 5+ Removal: Adsorbent Regeneration and Reuse." *Industrial & Engineering Chemistry Research* 53 (49) : 18928–34. doi:10.1021/ie500912k.
- Stumm, W., and J. J. Morgan. 1996. *Aquatic Chemistry: Chemical Equilibria and Rates in Natural Waters*. Wiley.
- Thomas, W. J., and B. D. Crittenden. 1998. *Adsorption Technology and Design*. Butterworth-Heinemann.
- Wei, Y., B. Han, X. Hu, Y. Lin, X. Wang, and X. Deng. 2012. "Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles and Their Magnetic Properties." *Procedia Engineering* 27 (January) : 632–37. doi:10.1016/J.PROENG.2011.12.498.
- Xu, P., G. M. Zeng, D. L. Huang, C. L. Feng, S. Hu, M. H. Zhao, C. Lai, et al. 2012. "Use of Iron Oxide Nanomaterials in Wastewater Treatment: A Review." *Science of The Total Environment* 424 (May) : 1–10. doi:10.1016/J.SCITOTENV.2012.02.023.
- Zaidi, N. S., J. Sohaili, K. Muda, and M. Sillanpää. 2014. "Magnetic Field Application and Its Potential in Water and Wastewater Treatment Systems." *Separation & Purification Reviews* 43 (3): 206–40. doi:10.1080/15422119.2013.794148.
- Zhang, Y., S. Xu, Y. Luo, S. Pan, H. Ding, and G. Li. 2011. "Synthesis of Mesoporous Carbon Capsules Encapsulated with Magnetite Nanoparticles and Their Application in Wastewater Treatment." *Journal of Materials Chemistry* 21 (11) : 3664-3671. doi:10.1039/c0jm03727c.