

SINTESIS NANOPARTIKEL Fe_3O_4 –POLIETILEN GLIKOL (PEG) 6000 DARI PASIR BESI PANTAI HAIS SEBAGAI ADSORBEN LOGAM KADMIUM (Cd)

Gabriel Dinnydio Tatinting¹, Henry F. Aritonang¹ dan Audy D. Wintu¹

¹Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sam Ratulangi,
Email: henryaritonang@unsrat.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dari pasir besi pantai Hais dengan metode kopresipitasi dan digunakan sebagai adsorben logam kadmium (Cd). Dalam sintesis nanopartikel tersebut digunakan polietilen glikol (PEG) 6000 sebagai agen penstabil ukuran partikel. Nanopartikel yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray diffractometry* (XRD) dan *Scanning electron microscope* (SEM) dan hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan penambahan PEG 6000 dapat mempengaruhi ukuran partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan. Selanjutnya nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 dianalisis kemampuannya sebagai adsorben logam Cd menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kemampuan nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 dalam menyerap logam Cd lebih baik jika dibandingkan dengan nanopartikel Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG 6000.

Kata kunci: Fe_3O_4 -PEG 6000, adsorpsi, kopresipitasi, nanopartikel, logam Cd

ABSTRACT

A research has been carried out on the synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles from the iron sand of Hais beach using the coprecipitation method and the material was used as an adsorbent for Cadmium (Cd) metal. In the synthesis of these nanoparticles, polyethylene glycol (PEG) 6000 was used as a particle size stabilizer. The resulting nanoparticles were characterized using X-Ray diffractometry (XRD) and Scanning electron microscope (SEM) and the results showed that the addition of PEG 6000 could affect the particle size of Fe_3O_4 produced. Furthermore, Fe_3O_4 -PEG 6000 nanoparticles were analyzed for their ability to adsorb Cd^{2+} ion using Atomic adsorption spectroscopy (AAS). The results showed that the ability of Fe_3O_4 -PEG 6000 nanoparticles to adsorb Cd^{2+} ion was better than that of Fe_3O_4 nanoparticles without the addition of PEG 6000.

Keywords: Fe_3O_4 -PEG 6000, adsorption, coprecipitation, nanoparticles, Cd metal

PENDAHULUAN

Industri di Indonesia telah berkembang pesat sehingga dapat memberikan dampak negatif terhadap lingkungan. Salah satu dampaknya yaitu menurunnya kualitas lingkungan perairan yang disebabkan oleh penanganan limbah yang tidak tepat terutama pencemaran logam berat. Pencemaran logam berat yang masuk ke lingkungan perairan, seperti sungai akan terlarut dalam perairan tersebut dan akan terakumulasi dalam sedimen dan dapat bertambah sejalan dengan berjalannya waktu, tergantung pada kondisi perairan tersebut (Wulan dkk., 2013).

Menurut Darmono (2006), logam kadmium (Cd) merupakan unsur logam berat yang paling beracun setelah Merkuri (Hg).

Logam Cd memiliki efek yang tidak baik bagi manusia, diantaranya menaikkan resiko terjadinya kanker payudara, penyakit kardiovaskular atau paru-paru, dan penyakit jantung (Chen & Klassen, 2009).

Salah satu cara yang dapat dilakukan untuk menanggulangi pencemaran akibat logam berat adalah adsorpsi (Pang dkk., 2011). Ada banyak senyawa yang dapat digunakan untuk mengadsorpsi logam berat antara lain zeolit, arang aktif dan magnetit. Fe_3O_4 dapat digunakan untuk pemurnian air seperti adsorpsi arsen (As), krom (Cr) dan nikel (Ni). Kelebihan Fe_3O_4 yaitu dapat dipisahkan dari media dengan proses magnetik yang sederhana, efisien, ekonomis dan tidak beracun (Hariyani dkk., 2013).

Berbagai metode telah dikembangkan untuk mensintesis Fe_3O_4 , khususnya untuk

mendapatkan Fe_3O_4 dalam bentuk nanopartikel antara lain metode kopresipitasi (Khalil, 2015; Salviano dkk., 2018). Kelemahan metode kopresipitasi adalah distribusi ukuran butir nanopartikel cenderung besar karena mudah teraglomerasi. Oleh karena itu dilakukan fungsionalisasi permukaan nanopartikel atau menambahkan bahan penstabil partikel (*capping agent*) (Nalle dkk., 2019). Salah satu zat yang dapat dipakai untuk mengontrol ukuran partikel adalah polietilen glikol (PEG). Dalam hal ini PEG dapat berfungsi sebagai *template* dan juga pembungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat (Perdana dkk., 2013).

Pada umumnya, nanopartikel Fe_3O_4 disintesis secara kimiawi menggunakan prekursor anhidrat dari $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Selain prekursor sintesis, Fe_3O_4 juga dapat disintesis dari pasir besi, terutama untuk mendapatkan Fe_3O_4 dalam bentuk nano serta memisahkan Fe_3O_4 dari campuran mineral-mineral lain (Afdal & Niarti, 2013). Hingga kini, penelitian tentang pasir besi yang bersumber dari Provinsi Sulawesi Utara telah dilaporkan oleh Tamuntuan dkk., (2017), namun hanya meneliti sifat kemagnetan dari pasir besi yang ada di beberapa pantai Sulawesi Utara. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 yang bersumber dari pasir besi di sepanjang pantai Hais Kecamatan Belang Kabupaten Minahasa Tenggara menggunakan PEG-6000 yang berfungsi sebagai penstabil. Nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan dikarakterisasi dengan *X-Ray diffractometry* (XRD) dan *Scanning electron microscope* (SEM) serta menganalisis kemampuannya sebagai adsorben logam Cd.

BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan adalah pasir besi yang diperoleh dari pantai Hais Kecamatan Belang Kabupaten Minahasa Tenggara. Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah asam klorida, amonia, standar kadmium, asam nitrat diperoleh dari E. Merck (Darmstadt, Germany), sedangkan poliethylene Glycol 6000 diperoleh dari Sigma-Aldrich (St. Louis, MO).

Pembuatan serbuk pasir besi

Pasir besi dikeringkan terlebih dahulu kemudian digerus hingga menjadi halus dan disaring dengan ayakan 200 mesh. Serbuk pasir yang tersaring ditarik dengan magnet permanen.

Serbuk yang ditarik dengan magnet permanen dipisahkan dari serbuk pasir yang tidak ditarik dengan magnet permanen. Serbuk yang ditarik oleh magnet permanen digunakan untuk mensintesis Fe_3O_4 . Kandungan besi (Fe) dalam serbuk pasir besi sebelum dan sesudah ditarik dengan magnet permanen di analisis dengan menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF, Epsilon IV).

Pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000

Sebanyak 20 g serbuk pasir besi dicampurkan dengan HCl 12 M dalam gelas piala. Campuran tersebut diaduk dengan kecepatan pengadukan 375 RPM, selama 30 menit pada suhu 70 °C. Larutan yang terbentuk kemudian disaring dan diambil filtratnya. Sebanyak 1 mL filtrat dicampurkan dengan PEG 6000 yang telah dicairkan dengan perbandingan rasio 1:5 (v/v), kemudian diaduk dengan kecepatan pengadukan sebesar 375 RPM, selama 40 menit pada suhu 70°C. Saat pengadukan, sebanyak 30 mL NH_4OH 25% ditambahkan dalam campuran tersebut kemudian terus diaduk dengan kecepatan pengadukan sebesar 375 RPM, selama 40 menit pada suhu 70 °C hingga terbentuk endapan berwarna hitam. Endapan tersebut dipisahkan dengan penyaringan dan dicuci berulang kali hingga pH filtrat netral, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C selama 2 jam. Selanjutnya, sampel yang telah dikeringkan dikarakterisasi dengan alat XRD (XRD, Rigaku SmartLab 3kV) dan SEM (JOEL JSM-6510 LA).

Pengujian adsorpsi terhadap logam berat

Larutan standar Cd 1000 ppm diencerkan menjadi 1 ppm dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan 1,5 mL HNO_3 . Larutan Cd 1 ppm ini digunakan untuk membuat larutan standar Cd dengan konsentrasi 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2; 2,5 ppb yang digunakan dalam pembuatan kurva kalibrasi (SNI 3554:2015). Metode pengujian adsorpsi terhadap logam Cd mengikuti prosedur Maylani dkk., 2016. Sebagai konsentrasi awal larutan, untuk pengujian aktivitas adsorben dibuat larutan Cd dengan konsentrasi 1,5 ppb dalam labu ukur 250 mL. Kemudian, diambil 3 buah Erlenmeyer 100 mL, masing-masing diisi 10 mL larutan Cd 1,5 ppb. Sebanyak 0,01 g sampel (Fe_3O_4 -PEG 6000) dimasukkan ke dalam masing-masing 3 buah Erlenmeyer tersebut, sebagai kontrol adalah sampel Fe_3O_4 tanpa PEG 6000 dan erlenmeyer yang tidak diisi sampel (hanya larutan Cd saja). Masing-masing larutan

tersebut dihomogenkan dengan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam. Setelah itu, larutan yang telah dihomogenkan dipisahkan dari sampel dengan cara disaring dan kadar Cd dalam filtrat diukur konsentrasinya menggunakan instrumen AAS (Spektrofotometer serapan atom, AAS, Shimatsu-7000). Untuk menghitung kemampuan adsorben dalam menurunkan konsentrasi awal larutan analit digunakan persamaan persentase penurunan (Persamaan 1)

$$\% \text{ Penurunan} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan : C₀ = Konsentrasi Awal, C_t = Konsentrasi Akhir.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan serbuk pasir besi

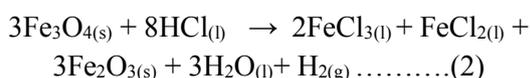
Tabel 1 menunjukkan bahwa unsur Fe merupakan unsur utama serbuk pasir besi diikuti dengan unsur Si, Al dan Ti. Pada serbuk pasir besi sebelum ditarik dengan magnet, kandungan Fe totalnya adalah 71,09%, setelah diberi perlakuan penarikan dengan magnet kandungan Fe totalnya menjadi 73,34%. Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan dengan magnet dapat meningkatkan jumlah Fe total serbuk pasir besi serta mengurangi beberapa unsur maupun senyawa yang memiliki sifat magnet yang lemah maupun tidak memiliki sifat kemagnetan (Rusianto dkk., 2012).

Tabel 1. Kandungan unsur-unsur pada pasir besi pantai Hais Kecamatan Belang Kabupaten Minahasa Tenggara Provinsi Sulawesi Utara.

Unsur	Konsentrasi (%)		
	Sebelum perlakuan	Tidak ditarik magnet	Ditarik dengan magnet
Fe	71,09	72,15	73,34
Al	6	5	3,4
Si	11,8	11,6	11,6
K	0,5	0,47	0,47
Ca	3	3	3,01
Ti	5,25	5,33	5,34
V	0,44	0,45	0,44
Cr	0,11	0,11	0,11
Mn	0,39	0,41	0,4
Br	0,25	0,24	0,27
Rb	0,3	0,68	0,31
P	0,25	-	0,26
Cu	0,064	0,071	-
Zn	0,02	0,01	-
Eu	0,65	0,3	0,68
Re	0,37	0,68	0,44

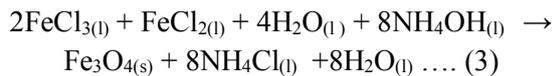
Sintesis nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000

Proses ini dilakukan untuk mendapatkan senyawa FeCl₂ dan FeCl₃ yang selanjutnya akan digunakan dalam tahap kopresipitasi. Adapun reaksi yang terjadi seperti yang tersaji pada Persamaan 2 berikut (Sholihah, 2010):



Penggunaan PEG 6000 dimaksudkan untuk menstabilkan ukuran nanopartikel Fe₃O₄ yang akan terbentuk ketika dilakukan tahapan kopresipitasi dengan larutan amonium klorida (NH₄OH) 25%. Pemilihan NH₄OH sebagai agen pengendap karena telah terbukti dapat menghasilkan ukuran yang lebih seragam dibandingkan dengan agen pengendap lainnya (Peternele dkk., 2014). Menurut Sholihah

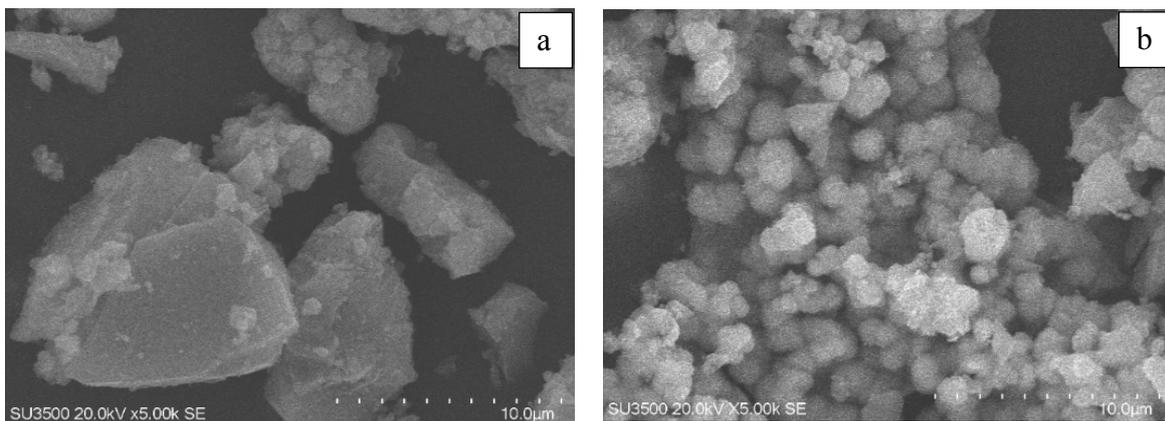
(2010), reaksi kopresipitasi yang terjadi, dinyatakan dalam Persamaan 3.



Endapan berwarna hitam ini selanjutnya dicuci dengan aquades untuk memisahkannya dari zat pengotor. Setelah melalui proses pengeringan, produk hasil sintesis nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 berupa serbuk berwarna hitam. Hasil ini mirip dengan yang dilaporkan oleh Bukit dkk. (2015). Hasil penelitian menunjukkan bahwa massa produk nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 adalah 0,9206 gram Demikian pula massa nanopartikel Fe_3O_4 tanpa PEG 6000 adalah 0,6715 g.

Analisis scanning electron microscope (SEM)

Untuk hasil pengamatan nanopartikel Fe_3O_4 tanpa PEG 6000 memiliki bentuk yang lebih besar dibandingkan dengan nanopartikel Fe_3O_4 PEG 6000 (Gambar 1.). Hal ini dapat disebabkan adanya aglomerasi yang terjadi pada produk nanopartikel Fe_3O_4 tanpa PEG 6000. Adanya penambahan PEG 6000 sebagai *capping agent* dapat menghalangi terjadinya aglomerasi, dikarenakan PEG 6000 terjebak pada permukaan partikel-partikel Fe_3O_4 . Produk nanopartikel Fe_3O_4 PEG 6000 yang dihasilkan memiliki bentuk yang relatif seragam sama seperti yang dilaporkan oleh Perdana dkk. (2013).

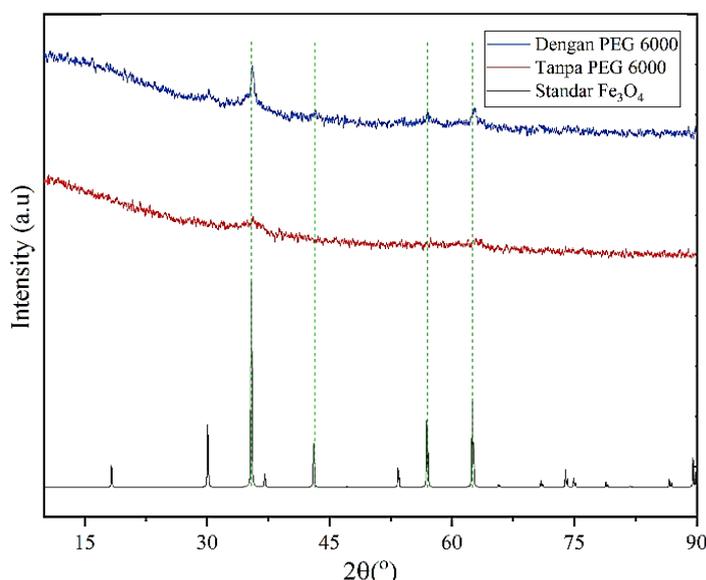


Gambar 1. a. Citra SEM dari sampel hasil nanopartikel Fe_3O_4 tanpa PEG 6000 b. Nanopartikel Fe_3O_4 PEG 6000.

Analisis X-ray diffractometry (XRD)

Analisis XRD dilakukan untuk membuktikan telah terbentuknya partikel-partikel Fe_3O_4 . Pola difraktogram produk Fe_3O_4 ditunjukkan pada Gambar 2. Difraktogram XRD hasil penelitian Difraktogram XRD hasil

penelitian ini dibandingkan dengan data standar dari *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Daerah 2θ untuk senyawa Fe_3O_4 standar dari ICSD No. 20596 memiliki 6 puncak tertinggi/dominan.



Gambar 2. Difraktogram nanopartikel Fe₃O₄

Sampel Fe₃O₄ dengan dan tanpa PEG 6000 menunjukkan memiliki 4 puncak pada daerah 2θ tertentu disekitar 30.1°-30.3°, 35.5°-35.6°, 56.9°-58.9° dan 62.7°-63°. Daerah 2θ ini merupakan titik puncak senyawa Fe₃O₄ dan daerah ini mirip dengan data Fe₃O₄ dari ICSD No. 20596. Untuk menghitung ukuran nanopartikel Fe₃O₄ pada sampel menggunakan persamaan Scherrer berdasarkan data *Full Width at Half*

Maximum (FWHM) (Persamaan 4) (Aritonang dkk., 2020) dan hasilnya tersaji pada Tabel 2.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots(4)$$

Keterangan : D = Diameter rata-rata, K = Konstanta Scherrer (0,94), λ = Panjang gelombang (1,5406 Å), β = Nilai FWHM, θ = Sudut difraksi

Tabel 2. Ukuran kristalit nanopartikel Fe₃O₄ PEG 6000 serta Fe₃O₄ tanpa PEG 6000

Hasil sintesis Fe ₃ O ₄	D (nm) Fe ₃ O ₄
Tanpa PEG 6000	55,674
Dengan PEG 6000	4,382

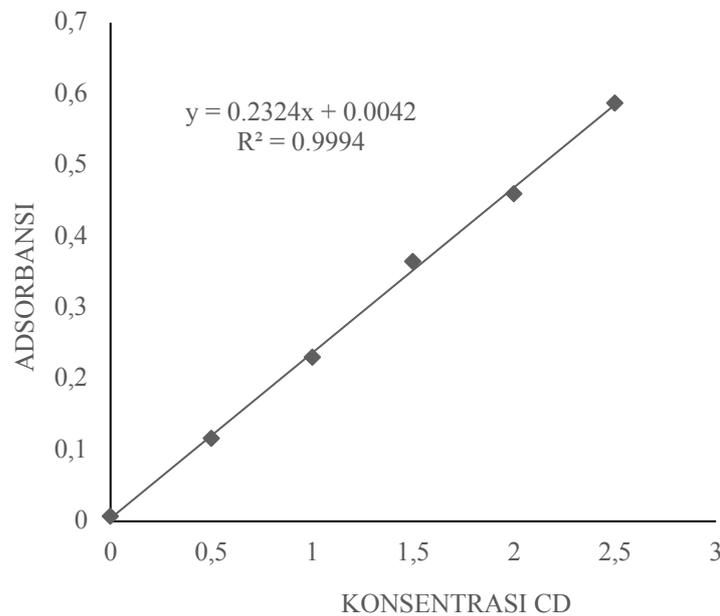
Tabel 2. menunjukkan bahwa ukuran kristalit nanopartikel Fe₃O₄.PEG 6000 mengalami penurunan dengan adanya penambahan PEG 6000. Dengan penambahan PEG 6000 pula dapat menurunkan ukuran partikel Fe₃O₄ dibandingkan dengan sintesis nanopartikel Fe₃O₄ tanpa adanya penambahan PEG 6000. Hal ini disebabkan karena PEG 6000 merupakan sebuah oligomer yang mempunyai rantai seragam pendek, dapat dengan mudah diserap pada permukaan koloid metal oksida dalam hal ini Fe₃O₄.

Pelapisan oleh PEG 6000 pada permukaan koloid menyebabkan pertumbuhan partikel-partikel Fe₃O₄ terhambat karena ruang

gerak partikel-partikel tersebut terhalang dengan adanya PEG 6000. Oleh karena itu partikel-partikel Fe₃O₄ yang dihasilkan memiliki ukuran kecil yaitu berukuran nano (Perdana dkk., 2013; Mahmuda dkk., 2014).

Pengujian adsorpsi terhadap logam berat

Pengujian adsorpsi terhadap logam berat dilakukan menggunakan AAS. Kurva kalibrasi standar yang digunakan memiliki nilai koefisien korelasi (R²) sebesar 0,9994 (Gambar 3.) yang menunjukkan korelasi antar nilai konsentrasi dan absorbansi kuat karena nilainya mendekati satu.



Gambar 3. Kurva kalibrasi standar pengujian Cd

Besarnya persentase penurunan akibat Fe_3O_4 dapat dilihat pada Tabel 3. penambahan adsorben

Sampel	C_0 (ppb)	C_t (ppb)	Penurunan (%)
Fe_3O_4 dengan PEG 6000	1,5	0,0359	97,60
Fe_3O_4 tanpa PEG 6000	1,5	0,0069	99,54

Pengaruh penambahan PEG 6000 bukan hanya mempengaruhi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 yang terbentuk namun mempengaruhi pula sifatnya sebagai adsorben. Berdasarkan Tabel 5. dengan adanya penambahan PEG 6000 maka konsentrasi analit semakin menurun. Menurunnya konsentrasi analit menunjukkan bahwa analit semakin banyak dijerap oleh adsorben, dalam hal ini nanopartikel Fe_3O_4 dengan PEG 6000 maupun tanpa PEG 6000. Hal ini dikarenakan adanya pengaruh ukuran nanopartikel Fe_3O_4 , dimana ukurannya relatif lebih besar sehingga memiliki luas permukaan kontak yang lebih kecil dan relatif lebih sedikit logam yang diadsorpsi oleh permukaan adsorben (Lu dkk., 2007).

KESIMPULAN

Nanopartikel Fe_3O_4 -polietilen glikol (PEG) 6000 berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi. Ukuran Nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 yang dihasilkan rata-rata senilai 4,382 nm, ukuran tersebut lebih kecil jika dibandingkan dengan nanopartikel Fe_3O_4 tanpa penambahan

PEG 6000. Nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 dapat mengadsorpsi logam Cd dengan persentase penurunan terhadap konsentrasi awal larutan sebesar 99,54% dimana lebih besar jika dibandingkan dengan nanopartikel Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG 6000.

DAFTAR PUSTAKA

- Afdal & Niarti, L. 2013. Karakterisasi sifat magnet dan kandungan mineral pasir besi Sungai Batang Kuranji Padang Sumatera Barat. *Jurnal Ilmu Fisika*. 5(1), 24-30.
- Aritonang, F.H., Tarigan, K.A. & Wuntu, D.A. 2020. Synthesis and characterization of Ag-doped ZnO nanoparticles and their photocatalytic degradation activity. *International Journal of Advanced Sciences and Technology*. 29(8), 1072-1079.
- Bukit, N., Frida, E., Simamora, P. & Sinaga, T. 2015. Synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles of iron sand coprecipitation method with polyethylene glycol 6000. *Journal*

- Chemistry and Material Research*. 7(7), 110-115.
- Chen, Dr., & Klassen, C.D., 2009. *Cadmium Toxicity*. United States, Environmental Health Perspective.
- Darmono. 2006. *Logam dalam Sistem Biologi makhluk Hidup*. Jakarta, Universitas Indonesia Press.
- Hariani, P., L., M. Faizal, Ridwan, Marsi & D. Setiabudidaya. 2013. Synthesis and properties of Fe₃O₄ nanoparticles by Co-precipitation method to removal procion dye. *International Journal of Environmental Science and Development*. 4(3), 336-340.
- Khalil, M., I. 2015. Co-precipitation in aqueous solution synthesis of magnetite nanoparticles using iron (III) salts as precursors. *Arabian Journal of Chemistry*. 8(2), 279-284.X
- Lu, A., H., Salabas, E., L., & Schuth, F. 2007. Magnetic nanoparticles: Synthesis, protection, functionalization, and application. *Angewandte Chemie International Edition*. 46(8), 1222-1224.
- Mahmuda, D., Sakinah, N. & Suharyadi, E. 2014. Adsorpsi logam tembaga (Cu), mangan (Mn) dan Nikel (Ni) dalam artificial limbah cair dengan menggunakan nanopartikel magnetit (Fe₃O₄). *Indonesian Journal of Applied Physic*. 4(2), 126-133.
- Maylani, S.A., Sulistyaningsih, T. & Kusumastuti, E. 2016. Preparasi nanopartikel Fe₃O₄ (*Magnetite*) serta aplikasinya sebagai adsorben ion logam kadmium. *Indonesia Journal of Chemical Science*. 5(2), 130-135.
- Nalle, F., C., Wahid, R., Wulandari, I., O. & Sabarudin, A. 2019. Synthesis and characterization of magnetic Fe₃O₄ nanoparticles using oleic acid as stabilizing agent. *Rayasan Journal of Chemistry*. 12(1), 14-21.
- Pang, M., Kano, N. & Imaizumi, H. 2015. Adsorption of chromium (VI) from aqueous solution using zeolite/chitosan hybrid composite. *Journal Chemistry Engineering*. 9(1), 433-441.
- Perdana, A, F., Malik, Baqiya, M, A., Mashuri, T. & Darminto. 2013. Sintesis dan karakterisasi partikel nano Fe₃ dengan template PEG-1000. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*. 1(1), 1-6.
- Rusianto, T., Wildan, M.W., Abraha, K. & Kusmono. 2012. The potential of iron sand from the coast south of bantul yogyakarta as raw ceramic magnet materials. *Jurnal Teknologi*. 5(1), 62-69.
- Salviano, L.B., da Silva Cardoso, T.M., Dantas, M.S. & Ferreira, A.M. 2018. Microstructural assessment of magnetite nanoparticles (Fe₃O₄) obtained by chemical precipitation under different synthesis conditions. *Materials Research*. 21(2), 1-7.
- Tamuntuan, G., Tongkurut, H.J.S. & Pasau, G. 2017. Analisis suseptibilitas dan histeresis magnetik pada endapan pasir besi Di Sulawesi Utara. *Jurnal MIPA*. 6(2), 105-108.
- Wulan, S.P., Thamri & Amin, B. 2013. Konsentrasi, distribusi dan korelasi logam berat Pb, Cr dan Zn pada air dan sedimen di perairan sungai Siak sekitar dermaga PT. Indah Kiat Pulp and Paper Perawang-Provinsi Riau. *Jurnal Kajian Lingkungan*. 1(2), 72-92.