

# SINTESIS NANOPARTIKEL COBALT FERRITE ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ) DENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN APLIKASINYA SEBAGAI FOTOKATALIS

Suaib<sup>1</sup>, Henry F. Aritonang<sup>1\*</sup> dan Harry S. J. Koleangan<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sam Ratulangi  
Jl. Kampus Unsrat, Kleak, Manado 95115 Sulawesi Utara

## ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang kemampuan fotokatalis nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dalam mendegradasi zat warna sintetik *Methylene Blue* (MB) menggunakan metode kopresipitasi. Nanopartikel tersebut dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometry* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan spektroskopi UV-vis. Kemampuan fotokatalis dilakukan melalui penentuan konsentrasi *Methylene Blue* yang tersisa setelah waktu kontak nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dengan larutan *Methylene Blue* 5 ppm yang disinari sinar UV-A selama 30, 45, 60, 90 dan 120 menit. Penentuan konsentrasi dihitung berdasarkan absorbansi yang didapatkan dari hasil pembacaan uji Spektrofotometri UV-vis lalu digunakan rumus menghitung % degradasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kemampuan fotokatalis paling baik adalah nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dengan nilai % degradasi untuk variasi waktu penyinaran 60 menit adalah sebesar 40,72 %.

Kata kunci:  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , fotokatalis, kopresipitasi, *methylene blue*, nanopartikel

## ABSTRACT

A research on the ability of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles degradation of as photocatalyst to dye *methylene Blue* (MB) synthetic using coprecipitation method. The nanoparticles were characterized using X-ray diffractometry (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM) and UV-Vis spectroscopy. The ability of the photocatalyst is done by determining the concentration of *Methylene Blue* residu after contact time of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles with a solution of *Methylene Blue* 5 ppm irradiated UV-A for 30, 45, 60, 90 and 120 minutes. Determining the concentration is calculated based on the absorbance obtained from the results of analysis UV-vis spectrophotometry and then used a formula calculating the % degradation. The results showed that ability is the best photocatalyst  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles with the value of % degradation for variations in exposure time of 60 minutes is equal to 40.72 %.

Keywords:  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , photocatalyst, coprecipitation, *methylene blue*, nanoparticles

## PENDAHULUAN

Pengembangan ilmu pengetahuan tentang nanoteknologi semakin berkembang pesat. Nanoteknologi memiliki potensi yang besar dalam aplikasi untuk biomedis, nanodevices, fotokatalis/fotodegradasi, dan lain-lain (Wang, 2008). Nanoteknologi adalah suatu teknologi yang melibatkan prekursor sebagai sumber material nano, ukuran dan bentuk partikel dalam skala nanometer sehingga mencapai keunikan sifat, yang dapat dimanipulasi sesuai kebutuhan yang diinginkan (Wang, 2008).

Salah satu material magnetik nanopartikel yang banyak diteliti adalah nanopartikel *cobalt ferrite* ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ). Nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  memiliki sifat stabilitas termal dan kimia yang tinggi. Nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  berpotensi dalam

berbagai aplikasi, misalnya dalam biomedis sebagai pembawa target dalam pengiriman obat (Tamhankar dkk., 2011), cairan magnetik (Briceno dkk., 2013), katalis (Senapati dkk., 2011), antibakteri (Kooti dkk., 2013) dan aplikasi lainnya. Selain memiliki stabilitas yang baik, ternyata  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  memiliki jarak celah pita yang cukup baik, yaitu 2,6 eV. Nilai ini sangat baik bila diaplikasikan sebagai fotokatalis (Waldron, 1955; Ravindra dkk., 2012).

Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat (Kim dkk., 2003). Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat,

\* Korespondensi:

Telepon: +62 812-4450-362

Email: henryaritonang@unsrat.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.35799/cp.12.1.2019.27305>

sulfat dan oksalat. Melalui penelitian ini, peneliti mencoba mensintesis nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dengan metode kopresipitasi menggunakan PVP sebagai penstabil partikel. Selanjutnya, nanopartikel yang dihasilkan dianalisis dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) seperti pada beberapa penelitian yang telah mensintesis material-material nano (San dkk., 2015; Rashada dkk., 2008). Kemudian, nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  digunakan sebagai katalis dalam mendegradasi zat warna sintetik *methylene blue* (MB). Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis nano partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dengan metode kopresipitasi, menentukan ukuran partikel dan menentukan aktivitas fotokatalitik  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  pada fotodegradasi zat warna sintetik *methylene blue*.

## BAHAN DAN METODE

### Alat dan bahan

Peralatan yang digunakan adalah alat-alat gelas (Iwaki Pyrex), Spektrofotometer, UV-Vis (UV-1800 SHIMADZU), alat uji (SEM JOEL JSM-6510 LA), dan XRD, (Rigaku SmartLab 3kV), sonikator (Eyela), sudip, neraca analitik (AE Adam), karet gelang, pipet tetes, oven (Memmert), tanur (IND88), reaktor fotodegradasi, lampu UV-A (Himawari T8-20 W). Bahan-bahan yang digunakan adalah akuades,  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , *methylene blue* (MB), PVP (*polyvinyl pyrrolidone*).

### Sintesis nanopartikel $\text{CoFe}_2\text{O}_4$

Nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  disiapkan menggunakan metode yang telah dilaporkan oleh Kooti dkk (2013), yang dimodifikasi. Untuk mensintesis  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  disiapkan sebanyak 1,188 gram  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 1,616 gram  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , 10 mL akuades dan 6 mL PVP dicampurkan dalam kondisi pengadukan dengan cara disonikasi selama 30 menit dan sementara disonikasi, larutan ditetesi 0,2 M NaOH hingga pH larutan menjadi 12. Endapan coklat gelap yang dihasilkan dipisahkan, kemudian endapan ini dipanaskan di dalam oven pada suhu 80 °C selama 4 jam. Selanjutnya, endapan tersebut dipanaskan dalam tanur pada suhu 300 °C selama 2 jam. Kristal yang terbentuk dikarakterisasi dengan SEM, XRD, serta dianalisis sifat fotokatalisisnya.

### Karakterisasi nanopartikel hasil sintesis *X-Ray diffraction* (XRD)

Pola XRD dicatat pada difraktometer sinar-X (PW1710, Philips), menggunakan radiasi Cu  $K\alpha$  ( $\lambda = 0.154\ 056\ \text{nm}$ ) pada 40kV dan 30mA. Sudut difraksi berkisar antara 25° sampai 80°. Ukuran kristalit nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dihitung berdasarkan pengukuran difraksi sinar-X. Ukuran kristal dihitung dari FWHM puncaknya dengan menggunakan rumus Scherrer (Monshi dkk., 2012).

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots (1)$$

dimana  $L$  adalah ukuran kristal rata-rata partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ,  $K$  adalah konstanta yang bernilai 0,9,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $\beta$  adalah (FWHM) dalam radian, dan  $\theta$  adalah sudut difraksi (Aritonang dkk., 2017).

### Scanning electron microscopy (SEM)

Morfologi permukaan dipelajari dengan menggunakan SEM. Sebelum dianalisis, kristal diletakkan pada *specimen holder* dengan menggunakan pita perekat (*carbon tape*), kemudian disemprot dengan *hand blower* untuk mengeluarkan pengotor. Selanjutnya dilapisi dengan lapisan tipis emas menggunakan alat *coating Fine Coat Ion Sputter JFC-1100* pada arus sebesar 35 mA selama 2 menit dan dicitrakan. Kondisi operasi dilakukan pada akselerasi tegangan sebesar 15 kV dan perbesaran 10.000 kali (Aritonang dkk., 2015).

### Pembuatan kurva standar

Dibuat larutan stock dengan konsentrasi 100 ppm dengan cara melarutkan 0,01 gram MB ke dalam labu ukur 1000 mL. Kemudian diencerkan menjadi 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm, 6 ppm dan 7 ppm. Setelah itu dibaca absorbansi dan panjang gelombang maksimum pada Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 500-700 nm.

### Pengujian aktivitas fotokatalis

Aktivitas fotokatalis yang digunakan dalam penelitian ini mengikuti prosedur Labhane dkk. (2015) dengan modifikasi. Disiapkan larutan MB 5 ppm dan dimasukkan ke dalam tiga tabung kaca yang berisi Kristal 0,01 gram masing-masing sebanyak 10 mL. tiga tabung kaca tersebut, selanjutnya diletakkan dalam reactor dan disinari dengan lampu UV selama selang waktu 30, 45, 60, 90, dan 120 menit. Konsentrasi zat warna yang tersisa dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis

pada panjang gelombang maksimum MB 664,50 nm. Persentase degradasi MB dapat dihitung melalui Persamaan (2) sebagai berikut:

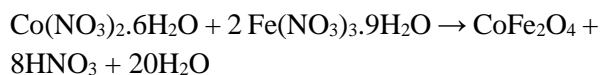
$$\% \text{ Degradasi} = \left( \frac{C_0 - C_t}{C_0} \right) \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

dimana  $C_0$  adalah konsentrasi awal dan  $C_t$  adalah konsentrasi setelah penyinaran.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

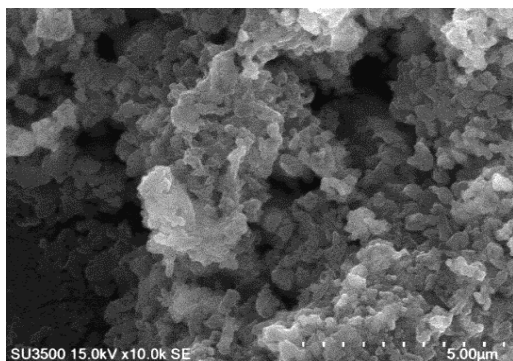
### Sintesis nanopartikel $\text{CoFe}_2\text{O}_4$

Sintesis nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dilakukan dengan cara menyiapkan perkursor  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 1,188 g dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  1,616 g yang dimasukkan kedalam gelas kimia yang telah berisi akuades 10 mL dan PVP 6 mL. Penambahan larutan PVP bertujuan agar dapat menstabilkan partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ . Pembentukan partikel-partikel tersebut disempurnakan melalui penambahan basa NaOH sehingga terbentuk endapan berwarna coklat tua yang mengendap di dasar wadah. Sebelum proses pembentukan kristal, endapan ini dipanaskan di dalam oven pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 4 jam untuk mengurangi kadar airnya agar mengurangi resiko tumpah dalam tanur. Selanjutnya, endapan tersebut dipanaskan dalam tanur pada suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 2 jam untuk mendapatkan Kristal. Hasil yang didapatkan yaitu kristal berwarna hitam yang dapat ditarik oleh magnet dan massa kristal yang diperoleh sebesar 0,505 g. Kedua prekursor ini dapat menghasilkan  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  seperti reaksi berikut ini Venkatesan dkk. (2015):



### Analisis hasil pengujian SEM

Pengamatan morfologi nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan perbesaran 10.000 kali. Hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada Gambar 1 berikut.

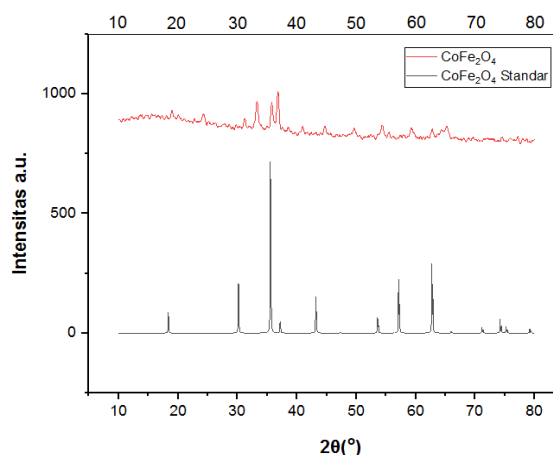


Gambar 1. Citra SEM dari nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$

Pengamatan morfologi permukaan nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  menunjukkan bentuk partikel-partikel dengan bentuk persegi yang tidak beraturan. bentuk persegi yang tidak beraturan ini menandakan bahwa partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  telah terbentuk, seperti tampak pada Gambar 6. Morfologi partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ . Hasil penelitian ini mirip dengan yang telah dilaporkan oleh Sathishkumar dkk (2013), di mana bentuk partikel-partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  juga berbentuk persegi yang tidak beraturan seperti lempengan-lempengan. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa partikel-partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  hasil penelitian ini telah terbentuk.

### Analisis hasil pengujian XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui telah terbentuknya partikel-partikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dari sumber prekursor. Pola difraktogram sampel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  yang dibandingkan dengan standarnya yaitu *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) No.16-0059 untuk  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , ditunjukkan pada Gambar 2 berikut ini.



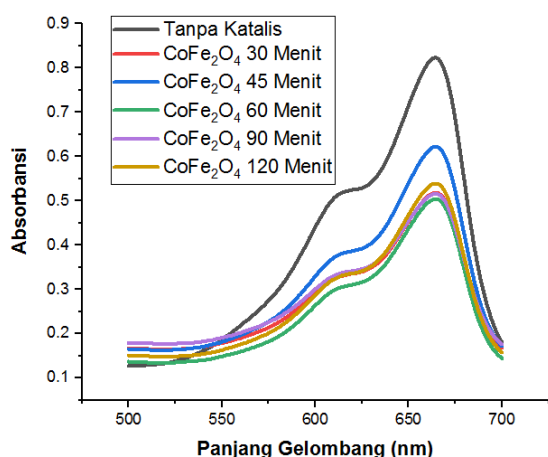
Gambar 2. Difraktogram nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$

Tabel 1. Perbandingan Daerah  $2\theta$  ( $^\circ$ )

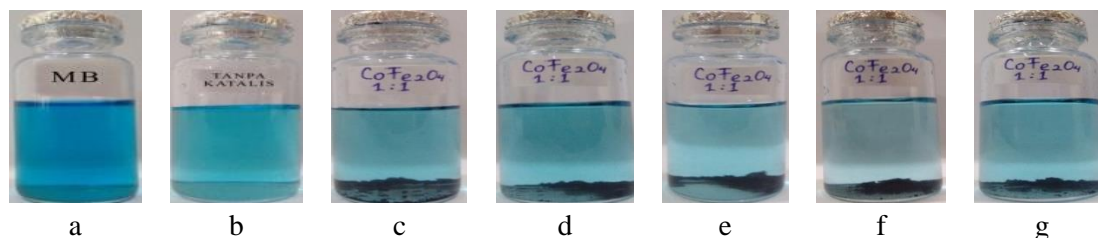
$\text{CoFe}_2\text{O}_4$ (Standar) $2\theta$ ( $^\circ$ )	$\text{CoFe}_2\text{O}_4$ $2\theta$ ( $^\circ$ )
18,34	18.02
	24.19
30,16	33.28
35,52	35.76
35,66	40.97
43,18	49.65
53,56	54.36
57,1	
62,7	62.78

### Analisis hasil pengujian spektroskopi UV-Vis

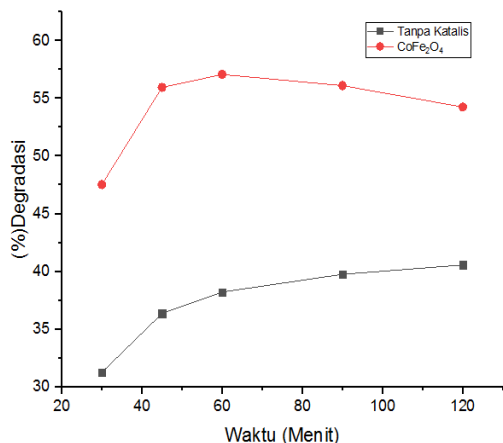
Karakterisasi nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada selang panjang gelombang 500-700 nm. Nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  yang dilarutkan dalam 10 mL MB dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis, untuk mengetahui karakteristik dari nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  yang terbentuk berdasarkan spektrum puncak absorbansinya. Nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  di dalam larutan MB dengan waktu kontak 60 menit merupakan hasil yang terbaik dari masing-masing waktu kontak, dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektra absorpsi UV-Vis dari larutan MB dengan nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$



Gambar 4. Perubahan warna MB dengan dan tanpa fotokatalis; (a) MB, (b) Tanpa katalis, dan katalis  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dengan waktu kontak (c) 30 menit, (d) 45 menit, (e) 60 menit, (f) 90 menit, (g) 120 menit



Gambar 5. Waktu kontak antara fotokatalis  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dengan MB terhadap % degradasinya

### Aktivitas fotokatalis $\text{CoFe}_2\text{O}_4$

#### Uji aktivitas fotodegradasi *methylene blue* dengan variasi waktu penyinaran

Uji aktivitas fotodegradasi dilakukan dalam suatu reaktor yang disinari oleh lampu UV, dengan variasi waktu penyinaran 30 menit, 45 menit, 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Ini dilakukan untuk menggambarkan lamanya interaksi (kontak) antara fotokatalis dengan sinar ( $h\nu$ ) dalam menghasilkan radikal OH dan kontak radikal OH dengan zat warna MB dalam proses degradasi. Konsentrasi zat warna MB yang digunakan adalah sebesar 5 ppm. Adapun proses perubahan MB dengan adanya fotokatalis dan dibandingkan dengan tanpa fotokatalis dapat dilihat pada Gambar 4. Perubahan warna MB tersebut, selanjutnya dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis untuk memperoleh data absorbansinya. Kemudian, data tersebut digunakan untuk menghitung % degradasi. Adapun profil waktu kontak antara fotokatalis dengan MB terhadap % degradasi dapat dilihat pada Gambar 5. Dari Gambar 5. tampak bahwa zat warna MB terdegradasi dengan baik, yaitu pada saat waktu kontak dari 30 menit sampai 60 menit. Ini dapat dilihat dengan naiknya grafik % degradasinya.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa fotokatalis nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  merupakan yang terbaik dalam mendegradasi zat warna MB. Ketika waktu kontak naik hingga 90 dan 120 menit, terjadi penurunan % degradasi. Terjadinya penurunan % degradasi menandakan bahwa di atas waktu 90 menit, fotokatalis nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  mengalami penurunan aktivitasnya dalam mendegradasi zat warna MB. Oleh karena itu, waktu kontak 60 menit merupakan waktu kontak optimum dari fotokatalis  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dalam mendegradasi zat warna MB.

## KESIMPULAN

Nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  dapat disintesis dengan metode kopresipitasi dan berat yang diperoleh yaitu 0,5053 gram. Ukuran rata-rata nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  yang dihasilkan yaitu 27,8204 nm. Aktivitas fotokatalis nanopartikel  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  pada konsentrasi MB 5 ppm dengan waktu kontak 60 menit merupakan waktu kontak yang paling baik dari masing-masing waktu kontak dengan % degradasinya yaitu 40,722 %.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aritonang, H.F., Kamu, V.S., Ciptati, C., Onggo, D. & Radiman, C.L. 2017. Performance of platinum nanoparticles / multiwalled carbon nanotubes/bacterial cellulose composite as anode catalyst for proton exchange membrane fuel cells. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 12(2), 287-292.
- Aritonang, H.F., Onggo, D., Ciptati, & Radiman, C.L. 2015. Insertion of platinum particles in bacterial cellulose membranes from  $\text{PtCl}_4$  and  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  precursors. *Macromolecular Symposia*. 353, 55-61.
- Briceno, S., Sanchez, Y., Escamilla, W.B., Silvaa, P., Rodriguez, J.P., Ramos, M.A. & Plaza, E. 2013. Estudio comparativo de los metodos de preparacion de nanoparticulas de ferritas  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ . *Acta Microscopica*. 22(1), 62-68.
- Kim, Y.I., Kim, D. & Lee C.S. 2003. Synthesis & Characterization of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  Magnetic nanoparticles prepared by temperature-controlled coprecipitation method. *Physica*. 337, 42-51.
- Kooti, M., Saiahi, S. & Motamedi, H. 2013. Fabrication of silver-coated cobalt ferrite nanocomposite and the study of its antibacterial activity. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 333, 138-143.
- Labhane, P.K., Huse, V.R., Patle, L.B., Cahudary, A.L. & Sonawane, G.H. 2015. Synthesis of Cu doped  $\text{ZnO}$  nanoparticles : Crystallographic, optical, FTIR, morphological and photocatalytic study. *Journal of Material Science and Engineering*. 3, 39-51.
- Monshi, A., Forouhu, M.R. & Monshi, M.R. 2012. Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD. *World Journal of Nano Science and Engineering*. 2, 154-160.
- Rashada, M.M., Mohameda, R.M. & El-Shall, H. 2008. Magnetic properties of nanocrystalline Sm-substituted  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  synthesized by citrate precursor method. *Journal of Materials Processing Technology*. 198, 139-146.
- Ravindra, A.V., Padhan, P. & Prellier, W. 2012. Electronic structure and optical band gap of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  thin films. *Applied Physics Letters*. 101, 161902,1-161902,4.
- San, F. P., Zulkifli, M. & Subaer. 2015. Sintesis dan karakterisasi struktur mikro komposit geopolimer nanopartikel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . *Prosiding Pertemuan Ilmiah*. 25, 174-177.
- Sathishkumar, P., Mangalaraja, R.V., Anandana, S. & Ashokkumar M. 2013.  $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{TiO}_2$  nanocatalysts for the photocatalytic degradation of Reactive Red 120 in aqueous solutions in the presence and absence of electron acceptors. *Chemical Engineering Journal*. 220, 302-310.
- Senapati, K.K., Borgohain, C. & Phukan, P. 2011. Synthesis of highly stable  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles and their use as magnetically separable catalyst for knoevenagel reaction in aqueous medium. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 339, 24-31.
- Tamhankar, P.M., Kulkarni, A.M. & Watawe S.C. 2011. Functionalization of cobalt ferrite nanoparticles with alginate coating for biocompatible applications. *Materials Sciences and Applications*. 2, 1317-1321.
- Venkatesan, K., Supriya R., Bai, M.P.K., Madeswaran, S., Vidya, R. & Babu, D.R. 2015. Cobalt ferrite ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ) nanoparticles for evaluation of antibacterial activity. *Journal of the Indian Chemical Society*. 92, 637-639.
- Waldron, R.D. 1955. Infrared spectra of ferrites. *Physical Review*. 99(6), 1727-1735.
- Wang, Z.L. 2008. Splendid one-dimensional nanostructures of zinc oxide: A new nanomaterial family for nanotechnology. *Materials Science and Engineering*. 2(10), 1987-1992.