

SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNESIUM OKSIDA DENGAN BANTUAN GELOMBANG MIKRO DAN APLIKASINYA SEBAGAI FOTOKATALIS

Henry F. Aritonang*¹, Ryscha Yolrian Babay¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sam Ratulangi

*Email: henryaritonang@unsrat.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian yang bertujuan untuk mensintesis nanopartikel magnesium oksida (MgO) dari sumber prekursor $Mg(NO_3)_2$ dengan bantuan gelombang mikro (*microwave*). Sintesis dilakukan di dalam microwave pada suhu 100 °C dengan waktu pemanasan 0; 5; 10; 15 dan 20 menit. Nanopartikel MgO yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffractometry (XRD) dan diuji aktivitasnya sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna *methylene blue* (MB). Hasil penelitian menunjukkan bahwa nanopartikel MgO dapat disintesis dan sesuai dengan daerah 2 θ standar dari ICSD no.9863 dan masing-masing ukuran nanopartikel MgO adalah 18,97; 12,79; 45,92; 42,74 dan 15,82 nm. Nanopartikel MgO dapat berfungsi sebagai fotokatalis dalam mendegradasi zat warna methylene blue dengan nilai % degradasi sebesar 93,12%; 94; 90,84; 93,52 dan 91,61%, masing-masing untuk waktu pemanasan 0; 5; 10; 15 dan 20 menit, dan waktu kontak optimumnya adalah 120 menit.

Kata kunci: Nanopartikel MgO, *microwave*, fotokatalis, *methylene blue*

ABSTRACT

A research has been carried out with the aim of synthesizing magnesium oxide (MgO) nanoparticles from a $Mg(NO_3)_2$ precursor source with the help of microwaves. The synthesis was carried out in the microwave at 100 °C with a heating time of 0; 5; 10; 15 and 20 minutes. The MgO nanoparticles produced were characterized using X-Ray Diffractometry (XRD) and tested for their activity as a photocatalyst to degrade methylene blue (MB) dye. The results showed that the MgO nanoparticles could be synthesized and conformed to the standard 2 θ region of ICSD no.9863 and the respective sizes of MgO nanoparticles were 18,98; 12,79; 45,92; 42,736 and 15,821 nm. MgO nanoparticles can function as a photocatalyst in degrading methylene blue dye with a % degradation value of 93,12; 94; 90,84; 93,52 and 91,61%, respectively for a heating time of 0 ; 5; 10; 15 20 minutes, and the optimum contact time is 120 minutes.

Keywords: Nanoparticle MgO, microwave, photocatalyst, methylene blue

PENDAHULUAN

Perkembangan nanoteknologi telah memberi harapan baru dalam berbagai bidang. Nanoteknologi secara umum dapat diidefinisikan sebagai teknologi rekayasa (desain), pembuatan dan aplikasi material yang berdimensi nanometer. Nanoteknologi tidak hanya sebatas tentang cara menghasilkan material atau partikel yang berukuran nanometer, melainkan memiliki pengertian yang lebih luas termasuk cara memproduksi serta mengetahui kegunaan sifat

baru yang muncul dari material nano yang telah dibuat (Ariyanta, 2014).

Nanoteknologi memiliki potensi yang besar dalam aplikasi untuk biomedis, nanodivais, fotokatalis/fotodegradasi, dan lain-lain. 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. Dalam struktur nano, material yang dihasilkan memiliki sifat yang berbeda dari material sebelumnya (dalam bentuk ruahnya)

sehingga dapat memiliki banyak fungsi. Karena keunikannya sehingga nanomaterial banyak diaplikasikan dan menunjukkan banyak manfaat sehingga dapat meningkatkan efisiensi penggunaannya dan lebih ekonomis (Wang, 2008). Perkembangan nanoteknologi sendiri tidak terlepas dari riset mengenai material nano karena material berukuran nano memiliki sejumlah sifat fisika dan kimia yang lebih unggul dibandingkan material berukuran besar (*bulk*) (Shankar *dkk.*, 2004).

Salah satu material yang berpotensi untuk dikembangkan dalam nanoteknologi adalah logam oksida. Logam oksida sangat penting dalam bidang kimia, fisika, dan material, karena memiliki kelebihan antara lain permitivitas listrik tinggi, tidak beracun, stabil dan aktivitas fotokatalisnya tinggi (Ganapathi *dkk.*, 2013). Logam oksida yang banyak diteliti saat ini antara lain Titanium Dioksida (TiO_2), Seng Oksida (ZnO), Magnetit (Fe_3O_4), Aluminium Oksida (Al_2O_3), Silikon Dioksida (SiO_2), dan Magnesium Oksida (MgO).

MgO merupakan bahan keramik yang potensial. MgO merupakan bahan keramik yang mempunyai titik lebur yang tinggi, sehingga bersifat tahan api, permukaan yang kuat, tahan air, kedap suara, tahan terhadap serangan jamur, lumut dan pembusukan. MgO biasanya digunakan pada pembuatan material sebagai dinding tahan panas pada furnace, isolator listrik, pembungkus makanan, kosmetik dan pembuatan obat pada bidang farmasi (Klabunde, 2001). MgO berpotensi dalam berbagai aplikasi, antara lain digunakan sebagai katalis dan pendukung katalis untuk berbagai reaksi organik (Sathyamoorthy, 2012), sebagai adsorben untuk menghilangkan pewarna tekstil (Nga *dkk.*, 2013) dan logam berat dalam limbah (Wu *dkk.*, 2013), antibakteri (Das *dkk.*, 2018), biosensor elektrokimia (Umar *dkk.*, 2009), dan banyak aplikasi lainnya.

Sintesis material MgO dalam skala nano semakin dikembangkan, antara lain dengan teknik sol-gel, hidrotermal, presipitasi, dan metode dispersi. Setiap metode memiliki kelebihan dan kekurangannya sendiri. Metode sol-gel merupakan metode yang digunakan untuk membuat suatu material padat dari nanopartikel atau molekul yang berukuran kecil terutama digunakan untuk fabrikasi dari logam oksida seperti MgO . Keuntungan metode ini adalah sintesis tidak membutuhkan suhu tinggi dan produk sintesis sangat murni (Bokov *dkk.*, 2021). Sintesis dengan teknik sol-gel berbantuan gelombang mikro (*microwave*) menarik perhatian

karena memiliki keunggulan lebih cepat, lebih sederhana, dan lebih hemat energi. Dalam metode sol-gel berbantuan gelombang mikro (*microwave*), larutan prekursor disinari dengan sumber gelombang mikro. Transfer energi yang efisien dapat menghasilkan proses pemanasan yang cepat. Selanjutnya, pemanasan gelombang mikro dapat menghasilkan pemanasan homogen dari larutan prekursor dalam waktu yang singkat untuk mencapai distribusi ukuran partikel yang seragam (Mirzaei & Davoodnia, 2012).

Melalui penelitian ini, peneliti mencoba mensintesis nanopartikel MgO dengan bantuan gelombang mikro karena hingga saat ini penggunaan gelombang mikro (*microwave*) masih kurang dalam mensintesis material anorganik, khususnya dalam mensintesis nanopartikel MgO . Nanopartikel MgO tersebut kemudian akan digunakan sebagai fotokatalis dalam mendegradasi zat warna sintetik *methylene blue* (MB).

BAHAN DAN METODE

Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah ammonia, magnesium nitrat, *methylene blue* yang diperoleh dari E. Merck (Darmstadt, Germany).

Sintesis nanopartikel MgO

Sintesis nanopartikel MgO mengikuti prosedur dari penelitian Mirzaei & Davoodnia (2012) yang dimodifikasi. Sebanyak 74 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ dilarutkan dalam 500 mL akuades untuk membuat larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 1 M. 100 mL larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 1 M disonikasi dan ditetesi larutan ammonia 25% hingga pH larutan menjadi 1 L. Larutan dan endapan yang diperoleh diiradiasi dengan gelombang mikro (*microwave*) pada suhu 100 °C selama selang waktu 0, 5, 10, 15, dan 20 menit. Setelah didinginkan selama 1 jam, endapan disaring dan dicuci dengan akuades sebanyak 5 kali sampai pH endapan netral. Endapan yang dihasilkan dikeringkan di dalam oven (Mommert), pada suhu 120 °C selama 1 jam. Selanjutnya, endapan tersebut dikalsinasi di dalam tanur pada suhu 500 °C selama 2 jam untuk mendapatkan kristal MgO .

Karakterisasi XRD

Pola XRD dicatat pada difraktometer sinar-X (PW1710, Philips), menggunakan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 0,154056$ nm) pada 40 kV dan 30 mA. Sudut difraksi berkisar antara 10° sampai 90°.

Ukuran kristalit nanopartikel MgO dihitung berdasarkan pengukuran difraksi sinar-X. Ukuran kristal dihitung dari FWHM puncaknya dengan menggunakan rumus Scherrer (Monshi dkk., 2012).

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

di mana D adalah diameter kristal partikel MgO, K adalah konstanta yang bernilai 0,9, λ adalah panjang gelombang yang digunakan pada alat XRD yaitu 0,15406, β merupakan besarnya pelebaran pada ketinggian setengah dari puncak maksimum difraksi (FWHM) dihitung dalam satuan radian, dan θ adalah sudut difraksi (Moshi dkk., 2012).

Pembuatan kurva standar

Dibuat larutan stok dengan konsentrasi 100 ppm dengan cara melarutkan 0,01 g *methylene blue* ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan menjadi 0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 ppm. Setelah itu dibaca absorbansinya dan panjang gelombang maksimum pada Spektrofotometri UV-Vis (Shimadzu UV-1800) pada panjang gelombang 500-700 nm.

Pengujian aktivitas fotokatalis

Hasil campuran kemudian diiradiasi dengan gelombang mikro (microwave) pada suhu 100 °C dengan variasi waktu pemanasan selama 0, 5, 10, 15, dan 20 menit untuk mensintesis MgO sekaligus menentukan waktu optimum. Endapan yang diperoleh kemudian dicuci dengan akuades hingga endapan tersebut mencapai pH netral. Pembentukan MgO dari Mg(OH)₂ dapat terjadi melalui bantuan pemanasan oleh microwave.

Sebelum proses pembentukan kristal, endapan ini dikeringkan di dalam oven pada

Aktivitas fotokatalis yang digunakan dalam penelitian ini mengikuti prosedur Labhane dkk. (2015). Disiapkan larutan methylene blue 5 ppm dan dimasukkan ke dalam 6 tabung kaca masing-masing sebanyak 20 mL. Kemudian ditambahkan kristal 0,01 g ke dalam 5 tabung kaca, sedangkan tabung ke 6 tidak ditambahkan. Selanjutnya 6 tabung kaca tersebut dimasukkan dalam reaktor dan disinari dengan lampu UV selama selang waktu 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Setelah itu campuran disaring dan disentrifugasi (Clements GS-150) selama 30 menit. Konsentrasi zat warna yang tersisa dianalisis dengan spektrofotometer UV-vis pada panjang gelombang 664 nm. Persen degradasi methylene blue dapat dihitung melalui persamaan sebagai berikut.

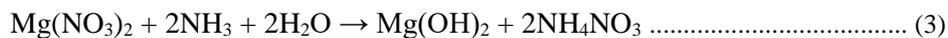
$$\% \text{ Degradasi} = \left(\frac{C_0 - C_t}{C_0} \right) \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

di mana C₀ adalah konsentrasi awal dan C_t adalah konsentrasi setelah penyinaran.

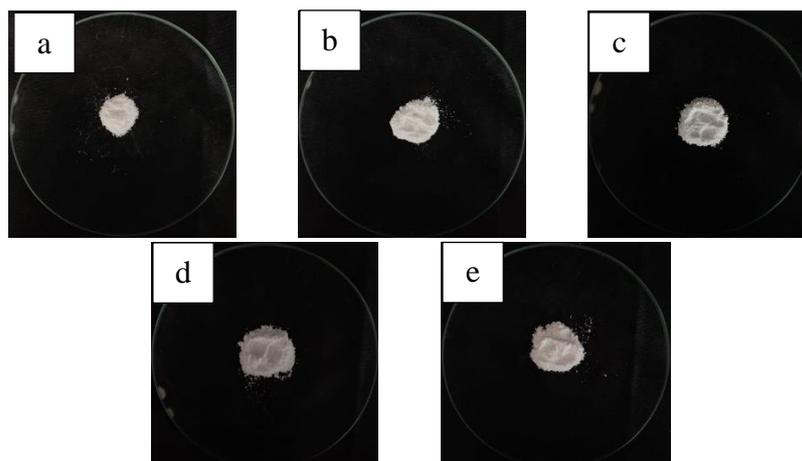
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis nanopartikel MgO

Sintesis nanopartikel MgO dilakukan dengan menggunakan prekursor Mg(NO₃)₂ dan menambah larutan ammonia ke dalam reaksi. Reaksi yang terbentuk adalah sebagai berikut:



suhu 120 °C selama 1 jam. Hal ini bertujuan untuk mengurangi kadar airnya agar tidak terjadi penguapan saat pemanasan dalam tanur yang mencapai 500 °C. Selanjutnya, endapan dikalsinasi di dalam tanur pada suhu 500 °C untuk mendapatkan kristal murni MgO. Hasil yang didapatkan yaitu kristal berwarna putih seperti tampak pada Gambar 1 dan rendemen hasil sintesis dari masing-masing variasi waktu pemanasan microwave, tersaji pada Tabel 1.



Gambar 1. Hasil sintesis nanopartikel MgO dengan variasi waktu pemanasan *microwave*; (a) 0 menit; (b) 5 menit; (c) 10 menit; (d) 15 menit; (e) 20 menit.

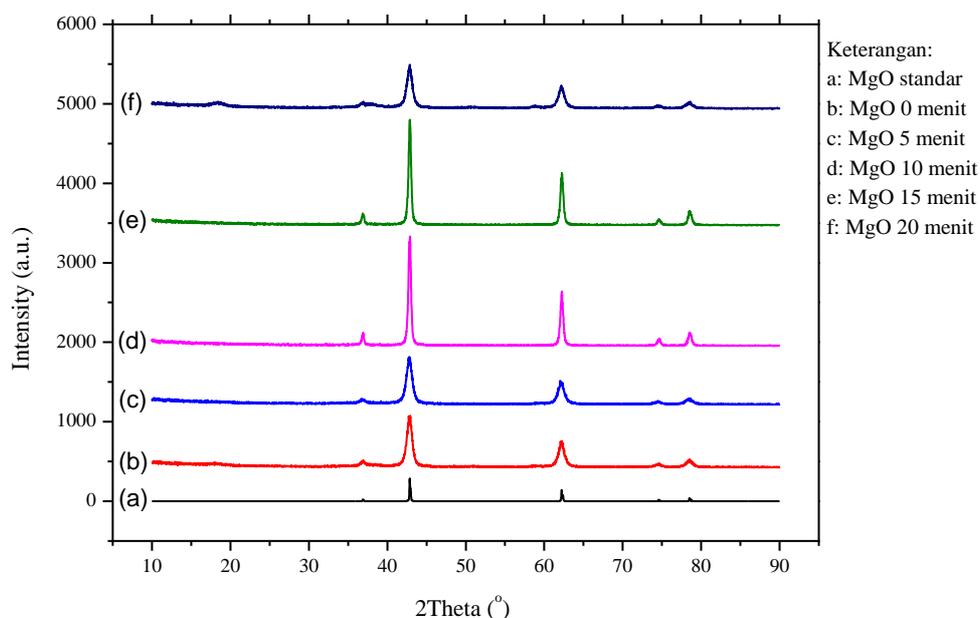
Tabel 1. Rendemen hasil sintesis MgO

Sampel	Massa (g)	Rendemen
MgO 0 menit	0,745	5,030
MgO 5 menit	0,418	2,824
MgO 10 menit	0,475	3,209
MgO 15 menit	0,549	3,709
MgO 20 menit	0,485	3,280

Analisis hasil pengujian XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui telah terbentuknya partikel-partikel MgO dari sumber prekursornya $Mg(NO_3)_2$. Pola difraktogram sampel MgO yang dibandingkan

dengan standarnya yaitu *Inorganic Crystal Structur Database* (ICSD) No. 9863 ditunjukkan pada Gambar 2 dan daerah 2θ produk MgO yang dihasilkan tersaji pada Tabel 2.



Gambar 2. Difraktogram nanopartikel MgO dengan variasi waktu pemanasan *microwave*

Tabel 2. Perbandingan daerah $2\theta(^{\circ})$

MgO (Standar) $2\theta(^{\circ})$	Sampel MgO variasi waktu pemanasan <i>microwave</i>				
	0 menit	5 menit	10 menit	15 menit	20 menit
36.90	36.8836	36.8242	36.8844 42.7642	36.8848	36.8730
42.86	42.8775 58.9722	42.8137	42.8854	42.8600	42.8139 58.8149
62.22	62.1789	62.1640	62.2289	62.2380	62.1727
74.58	74.5467	74.5322	74.6301	74.6260	74.5379
78.50	78.4381	78.4840	78.5241	78.5294	78.5216

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pola difraksi sampel MgO hasil sintesis mirip dengan pola difraksi MgO standar. Hal ini didukung dengan nilai daerah 2 sampel yang mirip dengan daerah 2θ dari MgO standar (Tabel 2) dan menunjukkan bahwa produk hasil

penelitian adalah MgO. Untuk menghitung ukuran kristal sampel nanopartikel MgO menggunakan Persamaan Scherrer berdasarkan data Full Width at Half Maximum (FWHM) dan hasilnya tersaji pada Tabel 3.

Tabel 3. Ukuran kristalit produk nanopartikel MgO dengan variasi waktu pemanasan *Microwave*.

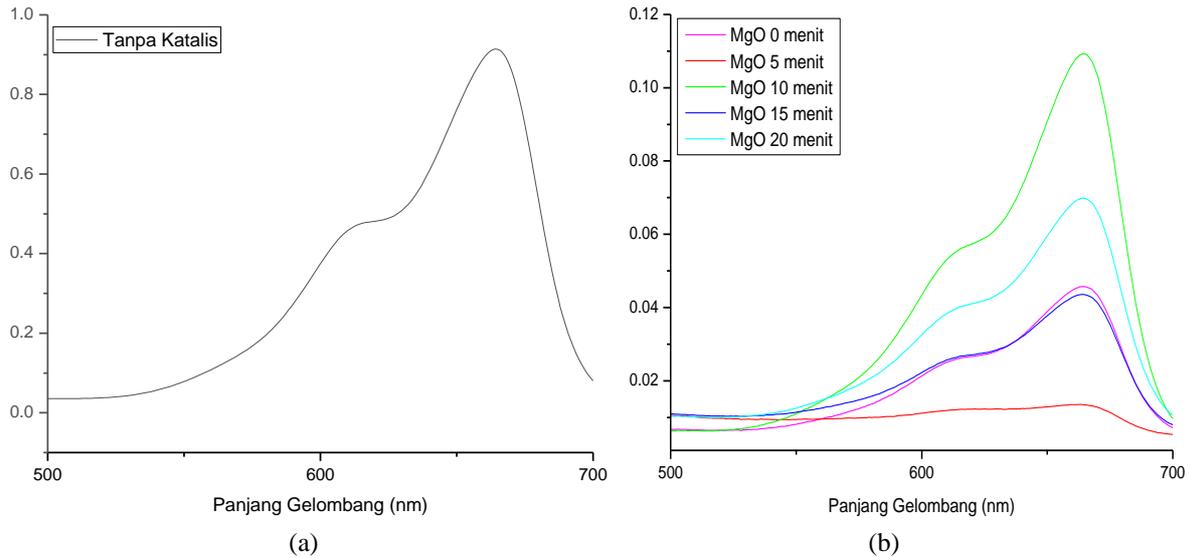
Variasi waktu pemanasan <i>microwave</i> (menit)	D (nm) MgO
0	18,972
5	12,783
10	45,919
15	42,736
20	15,821

Tabel 3 di atas menunjukkan bahwa ukuran material MgO berukuran nano dan ukurannya tidak linier dengan bertambahnya suhu pemanasan di dalam *microwave*. Data di atas menunjukkan bahwa waktu pemanasan 5 dan 20 menit menghasilkan ukuran MgO relatif lebih kecil dibandingkan waktu pemanasan yang lain.

Analisis hasil pengujian spektroskopi UV-Vis

Karakterisasi nanopartikel MgO menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada

selang panjang gelombang 500-700 nm. Nanopartikel MgO yang dilarutkan dalam 20 mL MB dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui karakteristik dari nanopartikel MgO hasil sintesis berdasarkan spektrum puncak absorbansinya. Nanopartikel MgO di dalam larutan MB dengan waktu kontak 120 menit merupakan hasil yang terbaik dari masing-masing waktu kontak, dapat dilihat pada Gambar 3 di bawah ini.



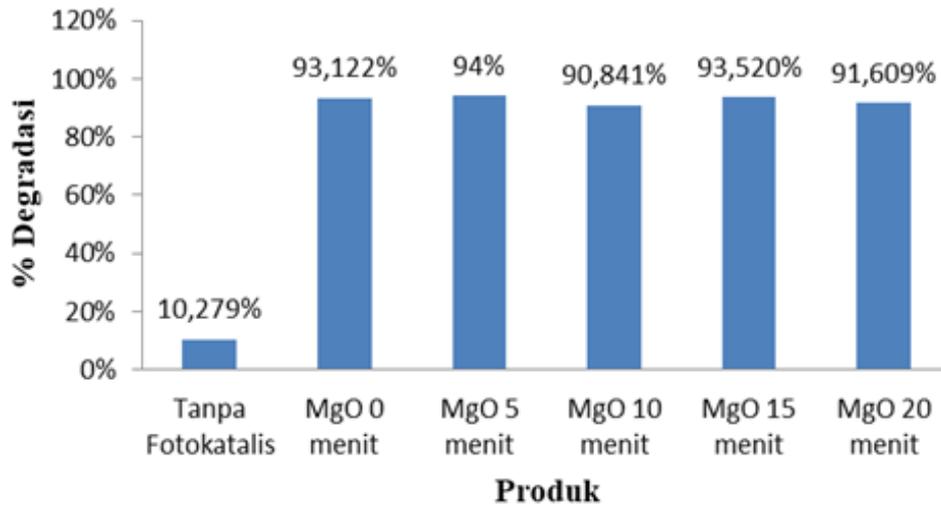
Gambar 3. Spektra absorpsi UV-Vis dari larutan *Methylene blue* dengan nanopartikel MgO, (a) tanpa katalis; (b) MgO 0 menit, 5 menit, 10 menit, 15 menit dan 20 menit.

Tampak bahwa pola spektrum UV-Vis mirip untuk sampel *methylele blue*, baik tanpa MgO maupun adanya MgO di dalam larutan *methylele blue*. Namun yang membedakannya adalah intensitas puncak adsorpsi relatif lebih rendah (a) dibanding tanpa adanya MgO (b). Informasi ini menunjukkan bahwa nanopartikel MgO dapat bekerja dalam mendegradasi zat

warna *methylele blue* sehingga intensitas spektrum menjadi menurun.

Aktivitas fotokatalis nanopartikel MgO

Nanopartikel MgO menunjukkan kirnerjanya sebagai fotokatalis dalam mendegradasi zat warna *methylene blue*, seperti tampak pada Gambar 4 di bawah ini.



Gambar 4. Pengaruh lama waktu pemanasan *microwave* MgO terhadap fotodegradasi *methylene blue* dengan waktu kontak 120 menit.

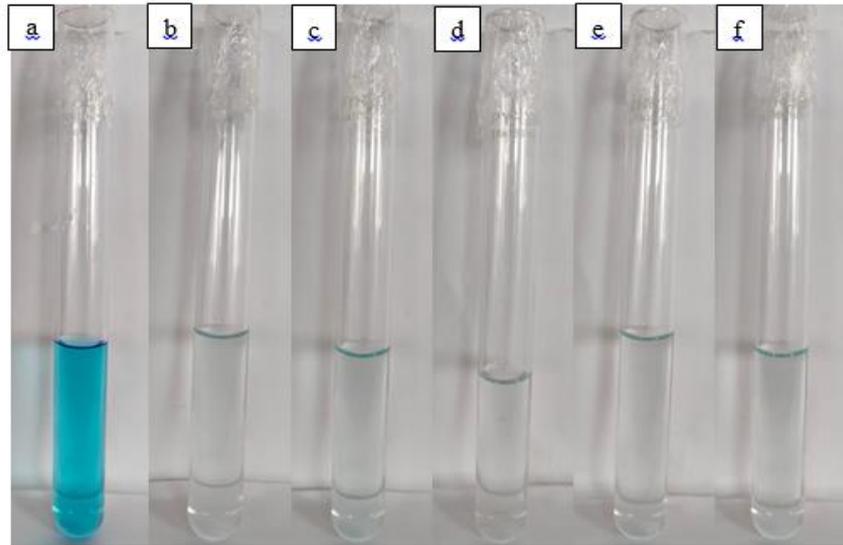
Berdasarkan hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa waktu pemanasan *microwave* 5 menit merupakan waktu terbaik yang diperoleh dalam mendegradasi sampel MB. Hal ini ditunjukkan dengan nilai % degradasi yang relatif lebih besar (94%) dibandingkan dengan nanopartikel MgO hasil waktu pemanasan yang

lain. Oleh karena itu, kemampuan fotokatalis nanopartikel MgO 5 menit relatif lebih baik dalam mendegradasi zat warna MB dibandingkan dengan fotokatalis nanopartikel MgO lainnya.

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, 60, 90, 120, dan 150 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 *methylene blue* (MB) dalam proses degradasi. Konsentrasi zat warna MB yang digunakan adalah sebesar 5 ppm. Proses perubahan warna MB dengan adanya fotokatalis dan dibandingkan dengan tanpa fotokatalis dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Perubahan warna methylene blue dengan dan tanpa fotokatalis untuk waktu kontak 120 menit; (a) tanpa fotokatalis, (b) MgO 0 menit, (c) MgO 5 menit, (d) MgO 10 menit, (e) MgO 15 menit, (f) MgO 20 menit.

Gambar 5 menunjukkan bahwa perubahan warna MB sangat bagus, yaitu dari warna biru menjadi bening. Hal ini menunjukkan bahwa waktu kontak 120 menit memiliki kemampuan yang sangat baik dalam mendegradasi zat warna MB.

KESIMPULAN

Nanopartikel MgO dapat disintesis melalui metode sol-gel dengan bantuan gelombang mikro (*microwave*) pada suhu 100°C dengan variasi waktu pemanasan 0, 5, 10, 15, dan 20 menit. Penelitian menunjukkan bahwa nanopartikel MgO menunjukkan kinerjanya sebagai fotokatalis dengan waktu optimum pemanasannya adalah 5 menit. Nanopartikel MgO juga dapat berfungsi sebagai fotokatalis dalam mendegradasi zat warna *methylene blue* dengan % degradasi sebesar 94% dan waktu kontak optimumnya adalah 120 menit.

DAFTAR PUSTAKA

Ariyanta, H.A. 2014. Preparasi Nanopartikel Perak dengan metode reduksi dan

aplikasinya sebagai antibakteri penyebab luka infeksi. *Jurnal Media Kesehatan Masyarakat Indonesia*. 10(1), 36-42.

Bokov, D., Jalil, A.T., Chupradit, S., Suksatan, W., Ansari, M.J., Iman H. Shewael, Gabdrakhman H. Valiev, & Ehsan Kianfar. 2021. Nanomaterial by sol-gel method: synthesis and application. *Advances in Materials Science and Engineering*. Volume 2021.

Das, B., Moumita, S., Ghosh, S., Khan, Md.I., Indira, D., Jayabalan, R., Tripathy, S.K., Mishra, A., & Balasubramanian, P. 2018. Biosynthesis of magnesium oxide (MgO) nanoflakes by using leaf extract of *Bauhinia purpurea* and evaluation of its antibacterial property against *Staphylococcus aureus*. *Materials Science & Engineering C*, 91(3), 436-444.

Ganaphati, K.R., Ashok, C.H., Venkateswara, K.R. & Shilpa, C.CH. 2013. Structural

- properties of MgO Nanoparticles: synthesized by coprecipitation technique. *International Journal of Science and Research (IJSR)*. 43-46.
- Klabunde, K.J. 2001. *Nanoscale Material in Chemistry*. John Wiley & Sons In: New York.
- Labhane, P.K., Huse, V.R., Patle, L.B., Cahudary, A.L., & Sonawane, G.H. 2015. Synthesis of Cu doped ZnO nanoparticles: Crystallographic, optical, FTIR, morphological and photocatalytic study. *Journal of Material Science and Engineering*. 3(7), 39-51.
- Nga, N-K., Hong, Phi T-T., Lam, T-D., & Huy, T-Q. 2013. A facile synthesis of nanostructured magnesium oxide particles for enhanced adsorption performance in reactive blue 19 removal. *Journal of Colloid and Interface Science*. 398, 210-216.
- Mirzaei, H., & Davoodnia, A. 2012. Microwave assisted solgel synthesis of MgO nanoparticles and their catalytic activity in the synthesis of hantzsch 1,4-dihydropyridines. *Chinese Journal of Catalysis*. 33(9-10), 1502-1507.
- Monshi, A., Forouhu, M.R., & Monshi, M.R. 2012. Modified scherrer equation to estimate more accurately nanocrystallitesize using XRD. *World Journal of Nano Science and Engineering*. 2(3), 154-160.
- Sathyamoorthya, R., Mageshwari, K., Mali, S.S., Priyadharshini, S., & Patil, P.S. 2012. Effect of organic capping agent on the photocatalytic activity of MgO nanoflakes obtained by thermal decomposition route. *Ceramics International*. 39(1), 323-330.
- Shankar, S.S., Ahmed, A., Akkamwar, B., Sastry, M., Rai, A., & Singh, A. 2004. Biological synthesis of triangular gold nanoprism. *Journal of Nature*. 3(7), 482-491.
- Umar, A., Rahman, M.M., & Hahn, Y-B. 2009. MgO polyhedral nanocages and nanocrystals based glucose biosensor. *Electrochemistry Communications*. 11(7), 1353-1357.
- 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.
- Wu, Z., Xu, C., Chen, H., Wu, Y., Yu, H., Ye, Y., & Gao, F. 2013. Mesoporous MgO nanosheets: 1,6-hexanediamin-assisted synthesis and their applications on electrochemical detection of toxic metal ions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 74(7), 1032-1038.