



Studi Penyerapan Logam Berat Pb Menggunakan Nanopartikel Fe_3O_4

D Sartika^{1*}, E Malis², dan A S Lestari²

Received
15 November 2018

Revised
07 August 2019

Accepted for Publication
05 May 2020

Published
15 June 2020

1. Jurusan Teknik mesin, Fakultas Teknik, Universitas PGRI Banyuwangi, Jl. Ikan Tongkol No. 01, Banyuwangi, 68416, Indonesia.
2. Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas PGRI Banyuwangi, Jl. Ikan Tongkol No. 01, Banyuwangi, 68416, Indonesia.

*E-mail: boyle.tika@gmail.com



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-ShareAlike 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

Abstract

Heavy metals have become a major concern for the community and government. These heavy metals are dangerous substances due on there big effect to human, plants, and farm health. In this research, we focused on Lead (Pb) as the heavy metal sample. Pb ions were absorbed using magnetic nanoparticle Fe_3O_4 material. Magnetic properties and nanosize of the nanoparticles have been confirmed to absorb heavy metal. Fe_3O_4 nanoparticle can adsorb Pb heavy metal up to reach 99.98% on concentration mass absorbant variation of 0.56 gram to 0.70 gram.

Keywords: Fe_3O_4 , heavy metal Pb, nanoparticle.

Abstrak

Logam berat saat ini telah menjadi perhatian besar bagi masyarakat maupun pemerintah. Logam berat tersebut merupakan zat yang berbahaya karena membawa dampak besar pada kesehatan manusia, tanaman, maupun peternakan. Penelitian ini difokuskan pada Timbal (Pb) sebagai sampel logam berat. Sifat magnetik dan ukuran nanopartikel dalam orde nano telah dikonfirmasi mampu menyerap logam berat. Dari hasil percobaan, diketahui bahwa nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan mampu menyerap logam berat Pb hingga mencapai 99,98% pada variasi konsentrasi masa adsorben 0,56 gram hingga 0,70 gram.

Kata Kunci: Fe_3O_4 , logam berat Pb, dan nanopartikel.

1. Pendahuluan

Nanopartikel magnetik merupakan salah satu cabang ilmu material dan teknologi yang tengah berkembang pesat saat ini [1]. Nanopartikel magnetik memiliki kegunaan dalam menghilangkan limbah dari larutan cair [2,3]. Nanopartikel magnetik telah dipelajari untuk menghilangkan ion logam beracun dari air karena memiliki sifat magnet, stabilitas kimia yang tinggi, kemudahan dalam sintesis, dan memiliki kemampuan daur ulang yang baik [4]. Salah satu material nanopartikel magnetik adalah Fe_3O_4 (*ferrite*). Material Fe_3O_4 memiliki sifat fisik, diantaranya: berwarna hitam, kilaunya seperti logam, biasanya ditemukan dalam bentuk butiran kecil dan besar [5]. Senyawa ini memiliki rumus umum $\alpha(\beta)_2O_4$ dari kelompok *spinel*, dimana α adalah ion logam dengan bilangan oksidasi +2 (seperti Fe, Mg, Ni, dan Zn), sedangkan β adalah ion Fe^{3+} yang terdapat dalam dua keadaan spesifik pada struktur kristal. Penyusunan ini menyebabkan transfer elektron antara ion-ion yang berbeda [6].

Material Fe_3O_4 dapat digunakan untuk mengadsorpsi logam beracun seperti Pb dan Cd [7]. Penelitian lebih lanjut mengenai investigasi logam beracun Cr (VI) dan Ni (II) dari limbah cair dengan sintesis *ferrite* menggunakan reaksi hidrotermal dan didapatkan kondisi reaksi optimum pada pH 9 dan suhu 70 °C [8]. Analisis logam berat buatan dalam larutan yang tercampur dengan nanopartikel *ferrite* juga telah dilakukan dengan pengukuran yang berbeda berdasarkan partikel, magnet murni, magnet yang didoping dengan ion kalsium, kobalt, mangan, dan nikel. Selain itu, permukaan *ferrite* dimodifikasi dengan *phthalic anhydride* (PA), *succini anhydride* (SA), *acetic anhydride* (AA) untuk membandingkan kemampuan adsorpsi dari logam berat Cd, Cu, dan Pb [9]. Selain *ferrite*, nanopartikel

CuFe_2O_4 dan NiFe_2O_4 juga digunakan sebagai adsorben penghilang logam berat *zinc*, nikel, dan *copper* dari limbah sintesis. Nanopartikel nikel dan *copper ferrite* (CuFe_2O_4 dan NiFe_2O_4) dihasilkan dengan metode hidrotermal dibantu dengan PEG. Pengukuran diulang beberapa waktu dengan sampel yang sama dan hasil yang didapatkan tiap waktu hampir sama [10].

Berdasarkan beberapa penelitian sebelumnya mengenai nanopartikel Fe_3O_4 sebagai adsorben logam berat, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui tingkat penurunan kadar logam berat timbal (Pb) menggunakan nanopartikel Fe_3O_4 . Pada penelitian ini, Fe_3O_4 disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi dipilih karena lebih ekonomis, efisien, dan metode yang paling sederhana [11–13]. Pemilihan metode adsorpsi nanopartikel Fe_3O_4 didasarkan pada efektivitas kemampuan penyerapan logam berat, biaya yang terjangkau, serta tidak menghasilkan efek samping dari zat beracun [14].

2. Metode Penelitian

Penelitian ini diarahkan pada penyerapan logam berat timbal (Pb). Beberapa langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut.

2.1. Sintesis Adsorben Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4

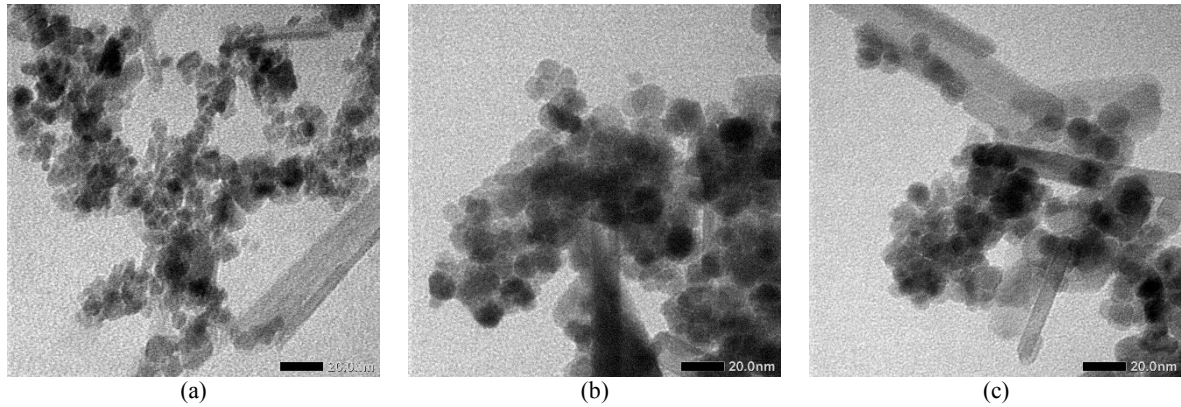
Sintesis nanopartikel magnetik Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi. Bahan-bahan kimia untuk menyintesis material adalah $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan massa masing-masing sampel adalah 4,170 gram dan 8,109 gram. Keduanya dimasukkan dalam 30 ml akuades. Larutan tersebut ditambahkan dengan larutan NH_4OH 10% sebanyak 60 ml dan dilakukan pengadukan di atas *magnetic stirrer* pada suhu 60°C selama 150 menit. Selanjutnya dilakukan proses pencucian dengan menggunakan akuades sampai bau NH_4OH dan diendapkan menggunakan magnet permanen. Hasil endapan kemudian disaring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 80°C selama 2 jam. Hasil dari sintesis nanopartikel berwarna hitam pekat seperti pada Gambar 1.

2.2. Adsorpsi Logam Berat Pb dengan Adsorben Fe_3O_4

Tahap awal yaitu dengan menimbang 0,4 gram $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ yang kemudian dilarutkan dalam 1000 ml akuades untuk menghasilkan konsentrasi larutan sebesar 400 ppm. Selanjutnya 500 ml larutan $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ dicampur dengan 150 ml sampel air laut. Kedua larutan dicampur hingga homogen dengan menggunakan alat *magnetic stirrer*. Selanjutnya dilakukan proses purifikasi. Proses purifikasi dilakukan dengan mencampurkan adsorben Fe_3O_4 dengan variasi konsentrasi massa adsorben 0,35 gram; 0,42 gram; 0,56 gram; dan 0,70 gram; dan larutan $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ sebanyak 70 ml. Larutan yang telah dicampur adsorben Fe_3O_4 diletakkan di atas *magnetic stirrer* dengan suhu kamar selama 3 jam dan menambahkan beberapa tetes larutan NH_4OH 10% hingga pH 9. Setelah 3 jam, larutan diendapkan di atas magnet permanen selama 30 menit untuk memisahkan larutan dari endapannya. Selanjutnya larutan diendapkan lagi di atas magnet permanen selama 30 menit dan disaring. Hasil larutan yang telah disaring dilakukan karakterisasi AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*).



Gambar 1. Hasil sintesis nanopartikel Fe_3O_4 .



Gambar 2. Hasil karakterisasi Fe_3O_4 (a) sampel 1; (b) sampel 2; (c) sampel 3; dengan menggunakan TEM.

Hasil dari karakterisasi AAS dihitung dengan rumus berikut

$$\% \text{Penurunan} = \frac{\text{kadar awal} - \text{kadar akhir}}{\text{kadar awal}} \times 100\% \quad (1)$$

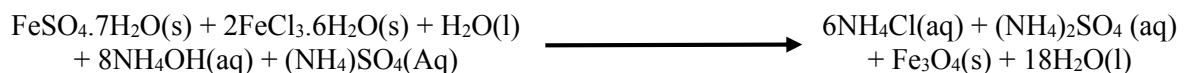
Kadar awal merupakan kadar sebelum dilakukan proses adsorpsi menggunakan adsorben Fe_3O_4 . Sedangkan kadar akhir merupakan kadar setelah dilakukan proses adsorpsi menggunakan adsorben Fe_3O_4 .

3. Hasil dan Pembahasan

Penelitian ini dilakukan melalui tiga tahap, yaitu: sintesis nanopartikel magnetik Fe_3O_4 , karakterisasi Fe_3O_4 dengan TEM (*Transmission Electron Microscopy*), dan adsorpsi logam berat Pb dengan adsorben Fe_3O_4 .

3.1. Sintesis Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4

Bahan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam akuades, sehingga menghasilkan suatu larutan yang mengandung ion-ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Ion-ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} merupakan bahan dasar pembentukan nanopartikel magnetik Fe_3O_4 yang kemudian ditambahkan dengan larutan pengendap NH_4OH . Selanjutnya diikuti dengan molekul air yang terhidrolisis menjadi ion H^+ dan OH^- . Berikut reaksi pembentukan nanopartikel magnetik Fe_3O_4



3.2. Karakterisasi Fe_3O_4 dengan TEM (*Transmission Electron Microscopy*)

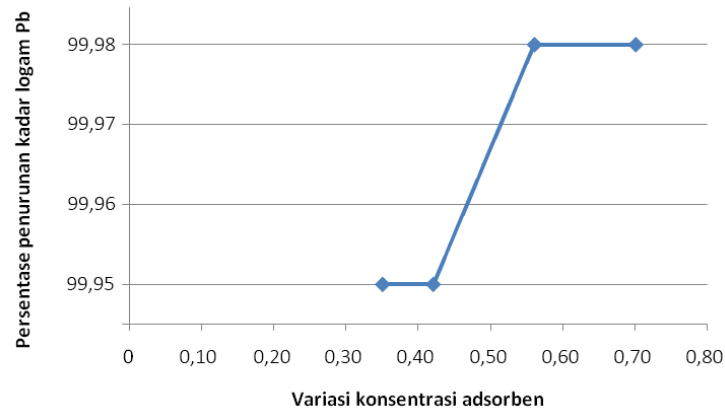
Hasil sintesis Fe_3O_4 kemudian dikarakterisasi dengan TEM untuk mengetahui bahwa ukuran yang terbentuk adalah berorde nano. Melalui pengukuran masing-masing diameter butir diperoleh ukuran partikel sebesar 14,33 nm. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 2. Berdasarkan nilai ukuran partikel sampel, pembuatan adsorben Fe_3O_4 berukuran nanometer telah berhasil dilakukan sesuai dengan tujuan. Sehingga adsorben nanopartikel Fe_3O_4 dapat digunakan untuk mengadsorpsi logam berat.

3.3. Adsorpsi Logam Berat Pb dengan Adsorben Fe_3O_4

Adsorpsi logam berat Pb dilakukan dengan menggunakan karakterisasi AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*). Karakterisasi AAS bertujuan untuk mengetahui kadar atau konsentrasi ion logam Pb yang telah dilakukan proses adsorpsi [15,16]. Hasil dari adsorpsi ion logam Pb dengan adsorben Fe_3O_4 ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil dari adsorpsi ion logam Pb dengan adsorben Fe₃O₄

Variasi Adsorben (gram)	Konsentrasi Awal (ppm)	Konsentrasi Akhir (ppm)	Penurunan (%)
0,35	400	0,06	99,95
0,42	400	0,04	99,95
0,56	400	0,06	99,98
0,70	400	0,03	99,98

**Gambar 3.** Grafik persentase penurunan kadar logam berat Pb

Adsorpsi logam berat Pb dengan variasi konsentrasi massa adsorben terhadap persentase penurunan kadar logam Pb dapat dilihat pada Gambar 3. Semakin tinggi konsentrasi massa adsorben, persentase penyerapan logam berat Pb semakin besar. Hal ini selaras dengan beberapa penelitian sebelumnya [17–19]. Kondisi ini disebabkan karena terdapat jumlah sisi aktif yang terdapat pada permukaan adsorben Fe₃O₄. Bila jumlah sisi aktif cukup besar dibanding jumlah ion logam, maka persentase teradsorpsi akan tinggi sampai pada jumlah sisi aktif sama dengan ion logam [20,21]. Adapun pada konsentrasi massa adsorben 0,56 gram hingga 0,70 gram cenderung meningkat. Hal itu disebabkan karena terjadi kejenuhan pada material adsorben akibat kontak antara Fe₃O₄ sebagai adsorben (penyerap) dan larutan Pb sebagai adsorbet (yang diserap) yang telah mengalami kesetimbangan.

4. Kesimpulan dan Saran

Berdasarkan hasil yang telah didapatkan, dapat disimpulkan bahwa nanopartikel Fe₃O₄ mampu mengadsorpsi logam berat Pb hingga mencapai 99,98% pada variasi konsentrasi masa adsorben 0,56 gram hingga 0,70 gram. Hasil karakterisasi TEM menunjukkan ukuran partikel dari adsorben Fe₃O₄ sebesar 14,33 nm.

Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada dosen penerima hibah Penelitian Dosen Pemula (PDP) tahun anggaran 2018.

Daftar Rujukan

- [1] M. Amjadi, A. Samadi, and J. L. Manzhori, "A Composite Prepared from Halloysite Nanotubes and Magnetite (Fe₃O₄) as A New Magnetic Sorbent for The Preconcentration of Cadmium (II) Prior to Its Determination by Flame Atomic Absorption Spectrometry", *Microchimia Acta*, vol. 182, no. 9–10, pp. 1627–1633, 2015.
- [2] M. K. Rofouei *et al.*, "A Bucky Gel Consisting of Fe₃O₄ Nanoparticles, Graphene Oxide and Ionic Liquid as An Efficient Sorbent for Extraction of Heavy Metal Ions from Water Prior to Their Determination by ICP-OES", *Microchimia Acta*, vol. 184, no. 9, pp. 3425–3432, 2017.
- [3] X. Xin *et al.*, "Highly Efficient Removal of Heavy Metal Ions by Amine-Functionalized Mesoporous Fe₃O₄ Nanoparticles", *Chemical Eng. J.*, vol. 184, pp. 132–140, 2012.

- [4] M. C. Chattopadhyaya *et al.*, *Heavy Metals in Water: Presence, Removal, and Safety*, London: Royal Society of Chemistry, 2014.
- [5] Y. Tan, M. Chen, and H. Yongmei, “High Efficient Removal of Pb (II) by Amino-Functionalized Fe₃O₄ Magnetic Nano-Particles”, *Chemical Engineering J.*, vol. 191, pp. 104–111, 2012.
- [6] M. Kumari, J. C. U. Pittman, and M. Dinesh, “Heavy Metals [Chromium (VI) and Lead (II)] Removal from Water Using Mesoporous Magnetite (Fe₃O₄) Nanospheres”, *J. of Colloid and Interface Sci.*, vol. 442, pp. 120–132, 2015.
- [7] G. K. Salman, A. J. Bohan, and G. M. Jaed, “Use of Nano-Magnetic Material for Removal of Heavy Metals from Wastewater”, *J. Eng. And Tech.*, vol. 35, no. 9, pp. 903–908, 2017.
- [8] X. San *et al.*, “Removal of Heavy Metals by the Ferrite Process”, in *Conference on Environmental Pollution and Public Health*, pp. 1030-1032, 2010.
- [9] S. Rajput, J. C. U. Pittman, M. Dinesh, “Magnetic Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticle Synthesis and Applications for Lead (Pb²⁺) and Chromium (Cr⁶⁺) Removal from Water”, *J. of Colloid and Interface Sci.*, vol. 468, pp. 334–346, 2016.
- [10] U. Klekotka *et al.*, “Heavy Metal Detectors Based on Modified Ferrite Nanoparticles”, *Beilstein J. of Nanotechnology*, vol. 9, no. 1, pp. 762–770, 2018.
- [11] N. Sezgin *et al.*, “Synthesis, Characterization and, the Heavy Metal Removal Efficiency of MFe₂O₄ (M=Ni, Cu) Nanoparticle”, *Ekoloji*, vol. 22, no. 89, pp. 89–96, 2013.
- [12] T. Saragi *et al.*, “Sintesis Nanopartikel Magnetik dengan Metode Kopresipitasi”, *J. Material Energi Indo.*, vol. 7, no. 2, pp. 17–20, 2017.
- [13] S. Merdekani and F. J. K. U. Jatinangor, “Sintesis Partikel Nanokomposit Fe₃O₄/SiO₂ dengan Metode Kopresipitasi”, *Pros. Sem. Nas. Sains dan Tekno. PTNBRBATAN*, 2013.
- [14] N. R. Yuliani, S. Arief, and U. Septiani, “Penggunaan Reduktor Organik dan Anorganik pada Proses Sintesis Fe₃O₄ dengan Metode Kopresipitasi”, *J. Kim. Unand*, vol. 2, no.1, pp. 93–97, 2013.
- [15] W. Slavin, “Atomic Absorption Spectroscopy: Why Has It Become Successful”, *Analytical Chemistry*, vol. 63, no. 21, pp. 1033A–1038A, 1991.
- [16] S. Akram, “Determination of Heavy Metal Contents by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) in Some Medicinal Plants from Pakistani and Malaysian Origin”, *Pakistan J. of Pharmaceutical Sci.*, vol. 28, no. 5, pp. 1781–1787, 2015.
- [17] A. A. Aqadami *et al.*, “Efficient Removal of Toxic Metal Ions from Wastewater Using A Recyclable Nanocomposite: A Study of Adsorption Parameters and Interaction Mechanism”, *J. of Cleaner Prod.*, vol. 156, pp. 426–436, 2017.
- [18] Y. Bagbi *et al.*, “Lead and Chromium Adsorption from Water Using L-Cysteine Functionalized Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles”, *Scientific Reports*, vol. 7, no. 1, pp. 1–15, 2017.
- [19] T. Liu *et al.*, “Magnetic Chitosan/Anaerobic Granular Sludge Composite: Synthesis, Characterization and Application in Heavy Metal Ions Removal”, *J. of Colloid and Interface Sci.*, vol. 508, pp. 405–414, 2017.
- [20] K. Kalantari *et al.*, “Rapid and High Capacity Adsorption of Heavy Metals by Fe₃O₄/Montmorillonite Nanocomposite Using Response Surface Methodology: Preparation, Characterization, Optimization, Equilibrium Isotherms, and Adsorption Kinetic Study”, *J. of The Taiwan Inst. of Chem. Eng.*, vol. 49, pp. 192–198, 2015.
- [21] G. D. Tarigh and F. Shemirani, “Magnetic Multi-Wall Carbon Nanotube Nanocomposite as An Adsorbent for Preconcentration and Determination of Lead (II) and Manganese (II) in Various Matrices”, *Talanta*, vol. 115, pp. 744–750, 2013.