

Sintesis dan karakterisasi magnetit terlapis dimerkaptosilika

Abdurrazaq Habib Fadhilah*, Ngatijo, Diah Riski Gusti

Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Jambi
Jl. Jambi-Ma. Bulian KM 15 Mendalo Darat Jambi 36361

*Email : abdurrazaqhf@gmail.com

Diterima: 7 November 2019 / Disetujui: 23 Desember 2019 / Dipublikasi online: 31 Desember 2019

DOI: <https://doi.org/10.22437/chp.v4i2.8034>

ABSTRAK

Sintesis magnetit terlapis dimerkaptosilika dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu sintesis magnetit dari $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ dan $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dengan metode kopresipitasi. Ekstraksi natrium silikat dari abu sekam padi sebagai sumber silika. Pelapisan magnetit oleh dimerkaptosilika menggunakan 2,3-dimercapto-1-propanol sebagai sumber gugus merkapto dan natrium silikat sebagai sumber silika. Pelapisan dilakukan dengan metode sol-gel. Karakterisasi FTIR menunjukkan munculnya serapan pada bilangan gelombang $894,04\text{ cm}^{-1}$, $2951,22\text{ cm}^{-1}$ dan $3655,26\text{ cm}^{-1}$ dari beberapa absorbansi yang juga muncul dalam spektrum bahan magnetit yang menunjukkan kelompok $-SH$, $-CH_2$, dan $-OH$. Karakterisasi XRD ditandai dengan penampilan puncak pada 2θ , yaitu $35,43^\circ$ dan karakterisasi SEM menunjukkan bahwa bahan Fe_3O_4 -DMS memiliki morfologi dalam bentuk gumpalan bulat-bulat yang membentuk agregat berwarna keabuan.

Kata kunci: magnetit, dimerkaptosilika, FTIR, XRD, SEM

ABSTRACT

Synthesis of dimerkaptosilica coated magnetite was carried out in several stages, namely synthesis of magnetite from $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ and $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ by coprecipitation method. Extraction of sodium silicate from rice husk ash as a source of silica. Coating magnetite by dimerkaptosilica using 2,3-dimercapto-1-propanol as a source of mercaptogroups and sodium silicate as sources of silica. Coating is done by the sol-gel method. FTIR characterization showed the appearance of uptake at wave numbers $894,04\text{ cm}^{-1}$, $2951,22\text{ cm}^{-1}$ and $3655,26\text{ cm}^{-1}$ from several absorbances which also appeared in magnetite material spectra indicating $-SH$, $-CH_2$ and $-OH$ groups. XRD characterization was characterized by the appearance of a peak at 2θ , which was $35,43^\circ$ and SEM characterization showed that the material Fe_3O_4 -DMS had a morphological shape in the form of round clumps forming gray-colored aggregates.

Keyword: Magnetite, dimercaptosilica, FTIR, XRD, SEM

PENDAHULUAN

Nanoteknologi merupakan teknologi berbasis pengelolaan materi yang berukuran nanometer atau satu per miliar meter. Partikel dalam ukuran nanometer memiliki luas permukaan yang besar dengan mengecilnya ukuran (Abdullah dan Khairurijal, 2010). Karakteristik spesifik dari nanopartikel tersebut bergantung pada ukuran, distribusi, morfologi, dan fasanya (Willems

dan Wildenberg 2005). Salah satu nanopartikel yang telah banyak digunakan dan dikembangkan oleh ilmuwan adalah magnetite (Fe_3O_4) (Teja dan Koh, 2009).

Magnetit merupakan salah satu jenis besi oksida yang memiliki sifat ferromagnetik sehingga telah banyak digunakan sebagai adsorben untuk *removal* berbagai kation – kation logam berat dalam limbah cair (El-kharrag *et al.*, 2011). Metode kopresipitasi dianggap sebagai metode yang paling sederhana, ekonomis dan paling efisien (Yuliani *et al.*, 2013). Magnetit dengan sifat kemagnetan yang tinggi sangat efektif digunakan sebagai adsorben. Namun magnetit memiliki sifat mudah teroksidasi, tidak stabil dalam kondisi asam dan mudah mengalami agregasi (Zhang *et al.*, 2013). Oleh karena itu, dibutuhkan suatu solusi untuk menanggulangi kelemahan magnetit.

Silika gel merupakan material anorganik yang dapat dijadikan sebagai adsorben alternatif. Silika gel memiliki struktur fleksibel, luas permukaan besar, stabilitas mekanik yang baik, dan tahan terhadap panas. Permukaan silika gel yang berupa gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) dapat dimodifikasi dengan gugus fungsi organik atau anorganik seperti $-\text{CN}$, $-\text{SH}$, dan $-\text{NH}_2$ (Jal *et al.*, 2004). Modifikasi permukaan silika dapat meningkatkan efektivitas dan selektivitas adsorpsi terhadap ion – ion logam (Karimnezhad dan Moghimi, 2014).

Nuryono *et al* (2014), telah melakukan sintesis magnetit dilapisi merkaptosilika menggunakan larutan natrium silikat yang dibuat dari abu sekam padi sebagai sumber silika yang telah dikembangkan dalam larutan berair melalui pendekatan persiapan sederhana dan lancar yang disebut satu proses pot. Pendekatan ini cepat dan tidak memerlukan penambahan surfaktan untuk membentuk hibrida merkaptosilika yang dilapisi langsung ke magnetit.

Lapisan merkaptosilika pada magnetit meningkatkan ukuran partikel, luas permukaan, dan stabilitas kimia. Kehadiran kelompok merkaptosilika efektif untuk interaksi dengan ion logam berat, stabilitas kimia tinggi tanpa menghilangkan sifat magnetik (Nuryono *et al.*, 2014). Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis magnetit terlapis dimerkaptosilika.

Untuk mengetahui gugus fungsional menggunakan instrumen *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), analisa struktur kristal senyawa dilakukan dengan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD), analisis morfologi dalam komposisi unsur dalam partikel menggunakan instrumen *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan seperangkat gelas standar (erlenmeyer, gelas beker, corong, labu ukur, gelas ukur), *oven*, *furnace*, neraca analitik, corong kaca, pHmeter, *shaker*, *stirrer*, *magnetic*, *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah besi (II) sulfat pentahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), besi (II) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), ammonium hidroksida (NH_4OH), 2,3-dimerkapto-1-propanol, asam klorida (HCl) kertas saring *whattman* 42, tetrakloroaurat $[\text{AuCl}_4]^-$ dan aquades.

Destruksi Natrium Silikat dari Abu Sekam Padi

Sekam padi dibakar terlebih dahulu hingga menjadi arang, kemudian dimasukkan ke dalam *furnace* pada suhu 700°C selama 2 jam dan diayak dengan ukuran 200 mesh. Sebanyak 60 gram abu sekam padi (ASP) ditambahkan 500 mL larutan NaOH 4 M. Dipanaskan dan distirer selama 2 jam. Setelah di stirer didinginkan dan disaring. Didapatkan filtrat berwarna merah.

Sintesis magnetit (Fe_3O_4)

Sebanyak 16,2 gr $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 9,7 gr $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan masing-masing dalam 25 ml akuades hingga homogen dan dicampur. Kemudian ditambahkan NH_4OH 10% tetes demi tetes ke dalam campuran sampai terbentuk serbuk berwarna hitam. Larutan dipanaskan dan distirer dengan *hot plate* pada suhu 60°C sejak pemberian tetesan pertama NH_4OH . Selanjutnya, endapan disaring dan dibilas hingga pH netral dan bau amonia hilang. Kemudian dikeringkan dalam oven selama 3 jam pada suhu 80°C . Dilakukan karakterisasi dengan XRD, FTIR dan SEM.

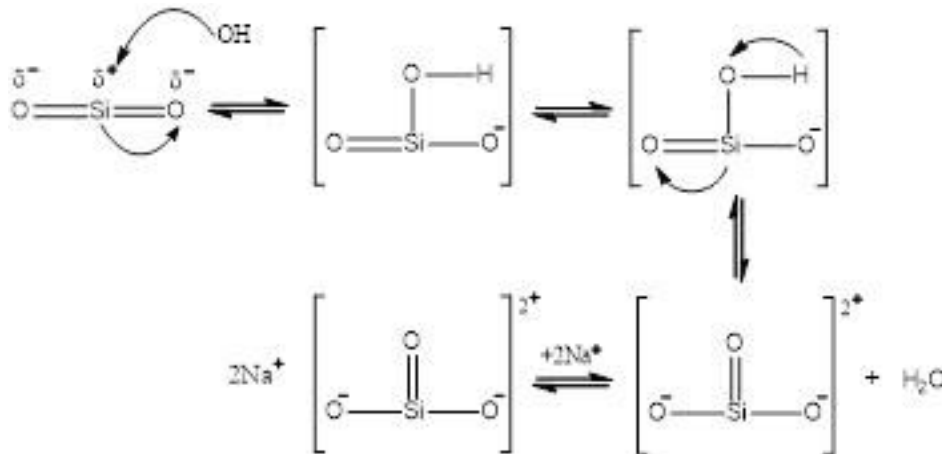
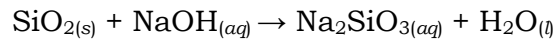
Pelapisan magnetit dengan dimerkaptosilika

Dilarutkan 2 gram Fe_3O_4 dalam 4 mL larutan HCl 1 M, kemudian ditambahkan 5 mL natrium silikat (Na_2SiO_3), 10 mL 2,3-dimecapto-1-propanol dan aquades hingga volume campuran menjadi 24 mL. Campuran kemudian ditambahkan dengan larutan HCl 1 M atau NH_4OH 1 M tetes demi tetes untuk mencapai pH 7. Endapan yang dihasilkan dipisahkan dengan magnet eksternal, dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada 80°C selama 2 jam. Dilakukan karakterisasi dengan XRD, FTIR dan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

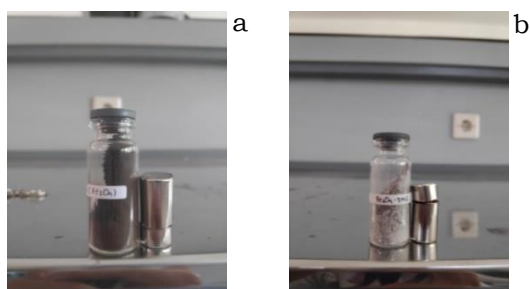
Pembuatan Adsorben Fe₃O₄-Dimerkaptosilika

Sebanyak 60 g abu sekam padi ditambahkan 500 mL NaOH sambil diaduk dan dipanaskan selama 2 jam sehingga diperoleh larutan natrium silikat yang berwarna merah kecoklatan. Adapun reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 1. Mekanisme pembentukan natrium silikat (Alex, 2005).

NaOH terdisosiasi membentuk ion Na⁺ dan OH⁻. Elektronegativitas O yang tinggi pada SiO₂ menyebabkan Si lebih elektropositif dan terbentuk *intermediet* [SiO₂OH]⁻ yang tidak stabil dan akan terjadi dehidrogenasi. Ion OH⁻ yang kedua akan berikatan dengan hidrogen membentuk molekul air dan dua ion Na⁺ akan menyeimbangkan muatan negatif ion SiO₃²⁻ sehingga terbentuk natrium silikat.



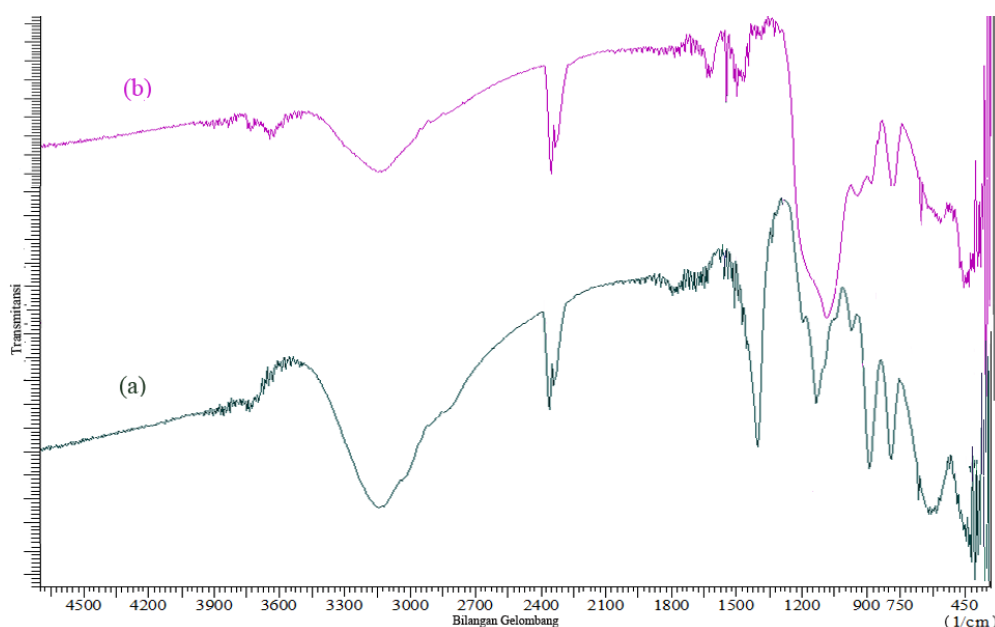
Gambar 2. (a)Fe₃O₄ (b)Fe₃O₄-DMS

Sintesis magnetit dilakukan dengan mereaksikan 16,2 g FeCl₃.6H₂O dan 9,7 g Fe₂SO₄.7H₂O yang masing-masing dilarutkan dalam 25 mL akuades. Material magnetit (Fe₃O₄) yang diperoleh berupa serbuk berwarna hitam dan dapat ditarik oleh magnet eksternal seperti yang terlihat pada gambar 2(a). Pelapisan Fe₃O₄ dengan dimerkaptosilika (DMS) dilakukan dengan mereaksikan Fe₃O₄ yang dilarutkan dalam HCl dengan natrium silikat sebagai sumber silika

dan 2,3-dimerkapto-1-propanol sebagai sumber merkaptto dalam pelarut air. Material yang dihasilkan berwarna abu-abu tanpa kehilangan sifat kemagnetannya seperti pada gambar 2(b).

Karakterisasi

Spektra FTIR dari Fe_3O_4 dan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-DMS}$ ditunjukkan pada gambar 3. Gambar 3(a) merupakan spektra FTIR dari Fe_3O_4 . Terlihat pita serapan khas yang muncul, yaitu pada bilangan gelombang $3146,03\text{ cm}^{-1}$ dan $1791,95\text{ cm}^{-1}$ yang masing – masing merupakan vibrasi ulur dan tekuk dari gugus -OH pada Fe-OH . Sedangkan pita serapan pada bilangan gelombang $605,67\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk dari ikatan Fe-O (Agnestisia, 2017).

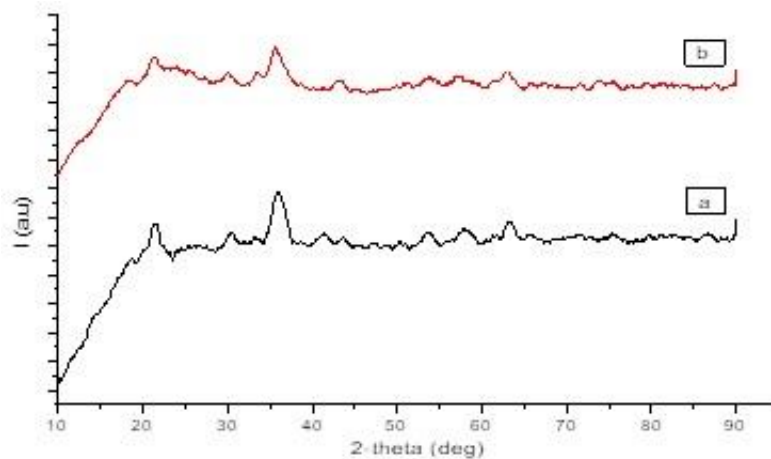


Gambar 3. Spektra FTIR (a) Fe_3O_4 (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-DMS}$.

Pada Gambar 8(b) merupakan spektra FTIR dari $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-DMS}$. Pada spektra tersebut muncul pita serapan baru pada bilangan gelombang $423,39\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi tekuk dari gugus siloksan (=Si-O-Si=). Pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang $797,60\text{ cm}^{-1}$ dan $961,56\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur dari Si-O yang masing – masing pada gugus siloksan (=Si-O-Si=) dan silanol (=Si-OH). Pita serapan pada bilangan gelombang $1558,55\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk -OH dari gugus silanol (=Si-OH) (Trivana *et al.*, 2015). Pita serapan pada bilangan gelombang $668,36\text{ cm}^{-1}$ merupakan ikatan Fe-O-Si (Taib dan Suharyadi, 2015). Pita serapan baru yang muncul pada bilangan gelombang $894,04\text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur S-H dari gugus merkaptto, yang juga pita

serapan lemah yang muncul pada bilangan gelombang $2807,51\text{ cm}^{-1}$ (Nuryono *et al.*, 2014). Pita serapan baru yang muncul pada bilangan gelombang $2951,22\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur dari gugus CH_2 (Buhani *et al.*, 2009). Serta pita serapan baru yang muncul pada bilangan gelombang $3655,26\text{ cm}^{-1}$ merupakan gugus $-\text{OH}$ dari gugus silanol (Kalapathy *et al.*, 2000).

Untuk mengetahui struktur padatan dari material yang telah disintesis, dapat dianalisis dengan menggunakan XRD. Adapaun hasil XRD yang diperoleh ditunjukkan pada gambar 4.

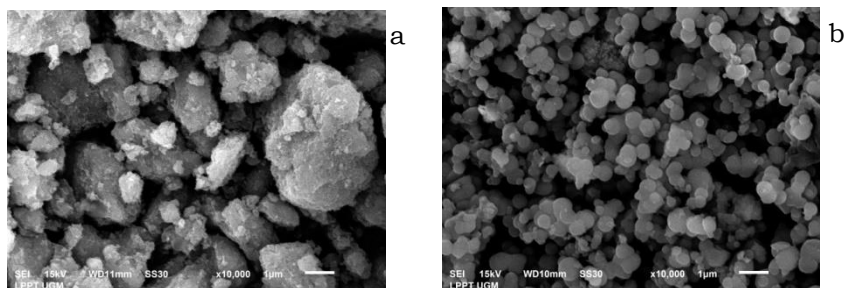


Gambar 4. Difraktogram XRD (a) Fe_3O_4 (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-DMS}$.

Gambar 4(a) merupakan pola difraksi dari Fe_3O_4 . Difraktogram tersebut menunjukkan terdapat beberapa puncak yang muncul pada 2θ yakni $21,56^\circ$; $30,42^\circ$; $35,96^\circ$; $41,3^\circ$; $53,36^\circ$; $57,9^\circ$ dan $63,2^\circ$ yang sesuai dengan pola XRD standar Fe_3O_4 (JCPDS card no 19-629). Berdasarkan hasil analisis XRD diperoleh dapat dikonfirmasi bahwa partikel yang terbentuk adalah Fe_3O_4 dengan sistem kristal kubik serta ukuran kristal $4,883\text{ nm}$. Sedangkan pada gambar 4(b) yang menunjukkan pola difraksi dari $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-DMS}$ terdapat puncak tertinggi pada 2θ yaitu $35,46^\circ$ dan puncak melebar pada 2θ $20\text{-}22^\circ$ yang menunjukkan silika dengan struktur amorf. Berdasarkan penelitian Nuryono *et al.* (2014), untuk pelapisan silika termodifikasi pada Fe_3O_4 ditandai dengan puncak baru pada $2\theta = 35,43^\circ$.

Gambar 5 menunjukkan hasil karakterisasi SEM yang dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan material hasil sintesis dengan perbesaran $10000\times$. Pada gambar 5(a) merupakan hasil SEM dari partikel Fe_3O_4 yang sferik dan masih teraglomerasi. Pada gambar 5(b) merupakan hasil SEM dari partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-DMS}$ yang menunjukkan bahwa terdapat agregat partikel yang lebih

besar dengan bola kecil belakang sebagai biji magnetit yang dikelilingi oleh cangkang abu-abu silika.



Gambar 5. Karakterisasi SEM (a) Fe_3O_4 (b) Fe_3O_4 -DMS.

KESIMPULAN

Magnetit terlapis dimerkaptosilika berhasil disintesis dengan metode sol-gel yang berwarna abu-abu. Karakterisasi FTIR menunjukkan munculnya serapan pada bilangan gelombang $894,04\text{ cm}^{-1}$, $2951,22\text{ cm}^{-1}$ dan $3655,26\text{ cm}^{-1}$ dari beberapa serapan yang juga muncul pada spektra material magnetit yang mengindikasikan gugus $-\text{SH}$, $-\text{CH}_2$ dan $-\text{OH}$. Karakterisasi XRD ditandai dengan munculnya puncak pada 2θ yaitu $35,43^\circ$ dengan ukuran partikel $1,317\text{ nm}$ serta karakterisasi SEM menunjukkan bahwa material Fe_3O_4 -DMS memiliki bentuk morfologi berupa gumpalan bulat - bulat yang membentuk agregat berwarna keabuan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M dan Khairurijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial: Teori, Penerapan, dan Pengolahan Data*. Bandung: CV. Rezeki Putera Bandung.
- Agnestisia, R. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Magnetit (Fe_3O_4) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben *Methylene Blue*. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. Vol 11(2): 61 – 70.
- Alberty, R. A. 1987. *Physical Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Buhani., Narsito, Nuryono dan E. S. Kunarti. 2009. Hibrida Amino-silika dan Merkpto-silika sebagai Adsorben untuk Adsorpsi Cd(II) dalam Larutan. *Indo. J. Chem* 9 (2): 170 – 176.
- El-Kharrag, R., A. Amin dan Y. E. Greish. 2011. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles. *Ceram. Int*.
- Jal, P. K., M. Sudarshan, A. Saha, S. Patel, dan B. K. Mishra. 2004. Synthesis and Characterization of Nanosilica Prepared by Precipitation Methode. *J. Colloid and Surface A: Physicochem Eng. Aspect*. Vol 240: 173 – 378.
- Kalpathy, U., A. Proctor dan J. Shultz. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica From Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. Vol 73(3): 257 – 262.

- Karimnezhad, K dan A. Moghimi. 2014. Extraction of Zn(II) Using Magnetic Chitosan Nanoparticles Grafted With β -cyclodextrin and Determination by Faas. *Orient. J. Chem.*. Vol 30 (1): 95 – 103.
- Nuryono, N., E. Mulyati, B. Rusdiarso, S. C. W. Sakti dan S. Tanaka. 2014. Adsorption Of Au(III), Cu(II) And Ni(II) On Magnetite Coated With Mercapto Groups Modified Rice Hull Ash Silica. *Journal Ion Exchange*. Vol 25 (4): 114 – 121.
- Syed, S. 2012. Recovery of Gold from Secondary Sources – A Review. *Hidrometallurgy*. Vol 115 – 116: 30 – 51.
- Taib, S dan E. Suharyadi. 2015. Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) Dengan Template Silika (SiO_2) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Indonesian Journal of Applied Physics*. Vol 5(1): 23 – 30.
- Tanaka R., T. Nakata, C. Yamaguchi, S. Wada, T. B. Yamada dan H. Tokuda. 2008. Potential Anti-Tumor Promoting Activity of 3a-Hydroxy-D:A-friedooleanan-2-one from the Stem Bark of *Mallotus philippensis*. *Planta Med.* Vol 74 (4): 413 – 416.
- Teja, A. S dan P. Koh. 2009. Synthesis, Properties, and Application of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*. Vol 55: 22 – 45.
- Trivana, L., S. Sugiarti dan E. Rohaeti. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na_2SiO_3) Dari Sekam Padi. *Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan*. Vol 7(2): 66 – 75.
- Willems dan V. D. Wildenberg. 2005. *Roadmap Report on Nanoparticle*. Spain: W & W Espanas.
- Yuliani, N. R., S. Arief dan U. Septiani. 2013. Penggunaan Reduktor Organik dan Anorganik pada Proses Sintesis Fe_3O_4 dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Kimia Unand*. Vol 2(1):93 – 97.
- Zhang, Y., Q. Xu, S. Zhang, J. S. Liu, J. Zhou, H. Xu, H. Xiao and J. Li. 2013. Preparation of Thiol-modified $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2$ Nanoparticles and Their Application for Gold Recovery from Dilute Solution. *Separation and Purification Technology*. Vol 116: 391 – 397.