

**PENGURAIAN ZAT WARNA METIL JINGGA  
MENGUNAKAN KATALIS CAMPURAN OKSIDA BESI  
DALAM SILIKA MESOPORI DENGAN OKSIDATOR H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

**SKRIPSI**

*Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat untuk Memperoleh  
Gelar Sarjana Sains*



Oleh:

**STEFFI DIEGO OCHTAFIRMA**

**15036042/2015**

**PROGRAM STUDI KIMIA**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS NEGERI PADANG**

**2019**

PERSETUJUAN SKRIPSI

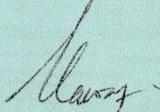
PENGURAIAN ZAT WARNA METIL JINGGA  
MENGUNAKAN CAMPURAN OKSIDA BESI DALAM  
SILIKA MESOPORI DENGAN OKSIDATOR  $H_2O_2$

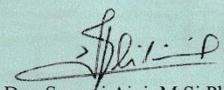
Nama : Steffi Diego Ochtafirna  
NIM : 15036042  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2019

Mengetahui:  
Ketua Jurusan Kimia

Disetujui oleh:  
Dosen pembimbing

  
Dr. Mawardi, M.Si.  
NIP. 19611123198903100

  
Dra. Syamsi Aini, M.Si Ph.D  
NIP. 196507271992032010

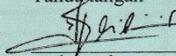
**PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI**

Nama : Steffi Diego Ochtafirma  
NIM : 15036042  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**PENGURAIAN ZAT WARNA METIL JINGGA  
MENGUNAKAN CAMPURAN OKSIDA BESI DALAM  
SILIKA MESOPORI DENGAN OKSIDATOR  $H_2O_2$**

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi Jurusan  
Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri  
Padang

Padang, Agustus 2019

Tim Penguji	Nama	Tanda tangan
Ketua :	Dra. Syamsi Aini, M.Si Ph.D	
Anggota :	Drs. Bahrizal, M.Si	
Anggota :	Hary Sanjaya, M.Si	

# Penguraian Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Katalis Campuran Oksida Besi Dalam Silika Mesopori Dengan Oksidator H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Steffi Diego Ochtafirma

## ABSTRAK

Semakin meningkatnya industri tekstil yang ada di Indonesia maka semakin banyak juga masalah yang ditimbulkan. Industri melibatkan pewarnaan dalam produksinya. Zat warna yang sering digunakan adalah golongan azo dimana zat warna tersebut memiliki sifat *non-biodegradable*. Zat warna yang sering digunakan dalam industri tekstil salah satunya yaitu metil jingga. Limbah zat warna azo merupakan penggambaran dari kelas polutan organik yang berpotensi karsinogenik yang menyebabkan masalah terhadap lingkungan jika dibuang langsung ke sungai apabila tanpa adanya pengolahan.

Para peneliti telah mengembangkan beberapa carapengolahan limbah cair tekstil secara konvensional antara lain, klorinasi, ozonisasi, dan biodegradasi. Beberapa kelemahan dari metode tersebut antara lain biaya operasional tinggi dan relatif sulit diterapkan di Indonesia. Salah satu metode untuk mendegradasi polutan dalam air adalah metode fenton dengan pembentukan OH radikal yang diperoleh dari reaksi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dengan ion Fe<sup>2+</sup> dimana radikal ini akan menguraikan senyawa organik menjadi senyawa yang tidak berbahaya (H<sub>2</sub>O dan CO<sub>2</sub>).

Sebelumnya telah berhasil disintesis komposit katalis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>@SiO<sub>2</sub> dari pasir besi dan pasir silika. Untuk menguji kinerja katalitik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>@SiO<sub>2</sub> hasil sintesis tersebut digunakan dalam penguraian zat warna azo. Parameter percobaan yang dilakukan adalah waktu optimum dan jumlah katalis. Kondisi optimum pada degradasi metil jingga dengan pH 2 oleh katalis heterogen Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>@SiO<sub>2</sub> pada waktu 120 menit, dan jumlah katalis 150 mg. Pada kondisi optimum tersebut efisiensi degradasi mencapai 97%.

**Kata Kunci** KatalisFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>@SiO<sub>2</sub>, Degradasi, dan Metil jingga.

## KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur ke Hadirat Tuhan Yang Maha Esa karena berkat limpahan Rahmat dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Penguraian Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Katalis Campuran Oksida Besi Dalam Silika Mesopori Dengan Oksidator H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>”**.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis banyak mendapat tantangan dan hambatan akan tetapi dengan bantuan dari berbagai pihak tantangan itu bisa teratasi. Oleh karenanya, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini:

1. Ibu Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D sebagai pembimbing dalam penulisan skripsi sekaligus sebagai Penasehat Akademik (PA).
2. Bapak Drs. Bahrizal, M.Si sebagai dosen pembahas.
3. Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia.
4. Bapak Harry Sanjaya, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia sekaligus sebagai dosen pembahas.
5. Bapak Edi Nasra, M.Si selaku Sekretaris Jurusan Kimia.
6. Kedua Orang Tua penulis, Malizar dan Rusmayanti yang merupakan motivator terbesar penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
7. Staff Dosen dan Laboran Kimia Universitas Negeri Padang.
8. Restu Feryan yang selalu sabar memberi masukan, arahan dan mendampingi sampai skripsi ini selesai.
9. Teman-teman kimia 2015 yang telah memberikan semangat dan dorongan kepada penulis selama pembuatan skripsi ini.

Semoga bantuannya mendapat balasan yang setimpal dari Tuhan Yang Maha Esa. Kritik konstruktif dari pembaca sangat penulis harapkan untuk penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat.

Padang, agustus 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>ABSTRAK .....</b>	<b>i</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>ii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>iii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>vii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
A. Latar Belakang .....	1
B. Batasan Masalah .....	4
C. Rumusan Masalah.....	4
D. Tujuan Penelitian.....	4
E. Manfaat Penelitian.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>6</b>
A. Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	6
B. Silika Mesopori.....	17
C. Metil Jingga.....	21
D. Nanopartikel Besi Sebagai Katalis.....	22
E. Difraktometer Sinar-X.....	25
F. Spektrofotometri UV-Vis.....	29
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>32</b>
A. Waktu dan Tempat penelitian .....	32
B. Alat dan Bahan .....	32
C. Prosedur Penelitian .....	33
D. Metode Pengukuran .....	36
<b>BABIVHASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>38</b>
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>51</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>52</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>56</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan Struktur $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	11
2. Struktur spinel $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	12
3. Struktur kubik ferit .....	14
4. Struktur heksagonal $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	15
5. Poladifraktogram sinar-X sintesis Nadia (2018) .....	16
6. Variasi bentuk silika mesopori .....	17
7. Berbagai struktur geometrik pori .....	18
8. Struktur family M41S .....	18
9. Struktur SBA-15 .....	18
10. Mesopori silika jenis MCM-41 .....	19
11. Struktur kimia metil jingga.....	21
12. Tahapan reaksi degradasi senyawa azo metil jingga .....	23
13. Tahapan reaksi degradasi senyawa azo metil jingga .....	24
14. Diagram Difraksi Bragg .....	26
15. Pola Difraksi Standar $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	27
16. Pola Difraksi Standar $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .....	27
17. Pola XRD dari Silika Mesopori .....	28
18. Spektrum absorbansi metil jingga .....	29
19. Diagram spektrofotometer UV-vis .....	31
20. Spektra UV senyawa metil jingga 10 ppm .....	38
21. Kurva Standar Metil Jingga .....	40
22. Kurva waktu optimum degradasi metil jingga .....	41

23. Kurva absorbansi degradasi metil jingga pada penentuankondisi optimum waktu.....	43
24. Kurva pengaruh jumlah katalis pada degradasi metil jingga .....	44
25. Kurva absorbansi degradasi metil jingga pada penentuan kondisi optimum jumlah katalis .....	45
26. Pola difraktogram katalis $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$ sebelum dan sesudah degradasi metil jingga .....	46
27. Degradasi metil jingga pada beberapa kali penggunaan katalis..	49
28. Kurva absorbansi penggunaan berulang katalis katalis dalam proses degradasi metil jingga .....	50

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Hasil pengukuran larutan standar metil jingga .....	39
2. Hasil pengukuran penentuan waktu optimum .....	41
3. Hasil pengukuran pengaruh jumlah katalis pada metil jingga.	44
4. Ukuran partikel katalis sebelum dan sesudah proses degradasi	47
5. Degradasi metil jingga pada beberapa kali penggunaan katalis	48

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Penentuan waktu optimum penguraian metil jingga menggunakan campuran oksida besi dalam silika mesopori.....	56
2. Pengaruh jumlah katalis optimum penguraian metil jingga menggunakan campuran oksida besi dalam silika mesopori.....	57
3. Uji reusability katalis $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$ dalam menguraikan zat warna metil jingga .....	58
4. Pengukuran menggunakan Spektrofotometer UV-Vis .....	59
5. Grafik XRD katalis $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$ .....	68
6. Perhitungan ukuran Kristal menggunakan <i>Debye-Scherrer</i> .....	70

## **BAB I PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang**

Semakin meningkatnya industri tekstil yang ada di Indonesia maka semakin banyak juga masalah yang ditimbulkan. Industri melibatkan pewarnaan dalam produksinya. Sebenarnya tidak hanya industri tekstil yang memerlukan pewarnaan, masih banyak industri lain yang memerlukan pewarnaan, misalnya industri garmen, industri peralatan kertas, dan industri percetakan. Proses pewarnaan merupakan faktor penting dalam berbagai industri tersebut (Wijaya dkk, 2005).

Untuk memenuhi kebutuhan masyarakat akan sandang maka industri tekstil di Indonesia mengalami peningkatan yang semakin pesat. Jumlah industri tekstil di Indonesia mencapai 2900 pada tahun 2015 (kemeperin.go.id). Jumlah industri tekstil di Indonesia ini tidak diimbangi dengan pengolahan limbah cair dengan baik dan benar. Industri tekstil menggunakan pewarna sintesis dengan alasan murah, tahan lama, mudah diperoleh dan mudah dalam penggunaan. Penggunaan pewarna tekstil sintesis menimbulkan masalah yakni limbah yang dihasilkan masih berwarna dan sulit terdegradasi. Sebelum dibuang ke saluran air, limbah pewarna tekstil harus diolah terlebih dahulu karena sekitar 10% hingga 15% zat pewarna yang sudah dipakai, tidak dapat digunakan ulang dan harus dibuang (Ruzicka dkk, 2014).

Zat warna yang sering digunakan adalah golongan azo dimana zat warna tersebut memiliki sifat *non-biodegradable* (Rashed dkk, 2007). Pelepasan limbah zat pewarna tersebut ke ekosistem merupakan sumber polusi dan limbah cair yang

berbahaya (Wijaya dkk, 2006). Salah satu senyawa dari golongan azo adalah metil jingga dimana senyawa ini sering digunakan di industri tekstil. Zat warna azo adalah senyawa yang paling banyak terdapat dalam limbah tekstil, yaitu sekitar lebih dari 50% (Blackburn dan Burkinshaw, 2002). Limbah zat warna azo merupakan penggambaran dari kelas polutan organik yang berpotensi karsinogenik (Garcia et al., 2006).

Para peneliti telah mengembangkan beberapa cara pengolahan limbah cair tekstil secara konvensional antara lain, klorinasi, ozonisasi, dan biodegradasi. Beberapa kelemahan dari metode tersebut antara lain biaya operasional tinggi dan relatif sulit diterapkan di Indonesia. Proses adsorpsi yang saat ini banyak dikembangkan kurang efektif, karena limbah sintetis yang teradsorpsi masih terakumulasi di dalam adsorben yang pada suatu saat nanti akan menimbulkan masalah baru bagi lingkungan (Utubira et al., 2006).

Untuk mendegradasi polutan dalam air banyak metode yang dilakukan salah satunya adalah metode fenton yang merupakan salah satu metode untuk mendegradasi senyawa organik dengan pembentukan radikal hidroksil  $\text{OH}^{\bullet}$ , yang selanjutnya radikal hidroksil ini akan menguraikan senyawa organik menjadi senyawa yang tidak berbahaya ( $\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{CO}_2$ ) (Alalm et al., 2013). Pada proses Fenton klasik radikal hidroksil  $\text{OH}^{\bullet}$  diperoleh dari reaksi  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan ion  $\text{Fe}^{2+}$  dalam kondisi penyinaran baik dengan sinar Ultra Violet (UV) maupun sinar tampak yang selanjutnya disebut proses Foto Fenton atau tanpa penyinaran yang disebut proses Fenton. Pada metode Fenton hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) berfungsi sebagai oksidator dan ion besi sebagai katalisator.

Peningkatan proses degradasi senyawa organik dan penyederhanaan proses digunakan katalis heterogen, katalisator yang digunakan adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Kelebihan penggunaan katalisator  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mudah dibuat dan bahan bakunya melimpah di alam (yaitu pasir besi), mudah diambil kembali karena bersifat magnet, dan dapat dipakai berulang kali. Karena  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mudah teroksidasi dan tidak stabil maka berbagai bahan telah ditemukan dalam beberapa tahun terakhir untuk digunakan sebagai bahan penyangga (Feng, Wu et al., 2000). Bahan penyangga yang paling menguntungkan adalah silika, karena silika tahan panas dan tahan asam serta meningkatkan stabilitas kimianya (Barbusinski, K et al., 2003).

Pada percobaan sebelumnya, telah berhasil disintesis komposit katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$  (Aini, 2018). Untuk menguji kinerja katalitik  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$  hasil sintesis tersebut digunakan dalam penguraian zat warna azo. Pada penelitian ini, dipilih zat warna azo yang mudah ditemui di laboratorium dan sering digunakan sebagai zat warna tekstil yaitu metil jingga. Adapun judul proposal ini adalah **"Penguraian Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Katalis Campuran Oksida Besi Dalam Silika Mesopori Dengan Oksidator  $\text{H}_2\text{O}_2$ "**.

## B. Batasan Masalah

Agar penelitian ini lebih terarah, maka penelitian ini dibatasi pada pengukuran uji aktivitas katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  dalam menguraikan zat warna Metil Jingga berdasarkan waktu yang diperlukan, variasi konsentrasi katalis yang digunakan dan kemampuan *reusability* katalis dalam menguraikan zat warna metil jingga.

## C. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang, maka rumusan masalah dinyatakan sebagai berikut:

1. Berapakah waktu optimum (30, 60, 120, 150, dan 180 menit) dari katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  untuk mendegradasi zat warna metil jingga?
2. Bagaimanakah pengaruh jumlah katalis (50, 100, 150, dan 200 mg)  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  untuk mendegradasi zat warna metil jingga?
3. Apakah katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  dapat digunakan secara berulang kali (*reusability*) dalam menguraikan metil jingga?

## D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian adalah sebagai berikut:

1. Menentukan waktu optimum dari katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  untuk mendegradasi zat warna metil jingga.
2. Mengetahui pengaruh jumlah katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  dalam penguraian zat warna metil jingga.
3. Menentukan *reusability* katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  dalam menguraikan zat warna metil jingga.

### **E. Manfaat Penelitian**

Menambah wawasan baru tentang teknik degradasi menggunakan katalis heterogen  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  yang dapat diaplikasikan dalam pengolahan limbah industri untuk mendegradasi zat warna tekstil metil jingga dalam limbah industri.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### A. Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Pasir besi adalah pasir dengan persentase Fe dalam bentuk mineral magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) tinggi dan pengotor berupa Ti, Si, Mn, Ca dan V dengan warna abu-abu kehitaman. Pasir besi memiliki rentang harga puluhan dollar sampai ratusan dolar per ton, bergantung pada kadar besi yang dikandungnya. Sejak 2005 ekspor pasir besi mengalami penurunan dikarenakan dikenai bea ekspor. Sesuai dengan teori kuantum, logam dan oksida logam dalam ukuran nanometer ( $<100$  nm) akan memperlihatkan aktivitasnya sebagai katalis. Untuk itu perlu sintesis magnetic ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) berukuran nanometer. Begitu juga dengan nanopartikel Fe atau oksida Fe memperlihatkan aktivitas katalitik yang tinggi dibanding dengan Fe atau oksida Fe berukuran besar (Rao, et al. 2005).

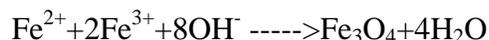
Nanopartikel magnetik dari pasir besi dapat disintesis secara fisika dan kimia. Secara fisika yaitu pengilingan energi tinggi (*high-energy milling*). Pasir besi digerus, kemudian diayak menggunakan ayakan 250 mesh dan kemudian digiling dengan High Energy Milling-Ellipse 3D Motion selama 2-6 jam dengan kecepatan 1000 rpm. Sintesis nanopartikel magnetik secara fisika ini ekonomis dan menghasilkan produk dalam skala besar, namun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan dalam bentuk dan ukuran yang tidak sama, kemurnian rendah, serta nanopartikel besi yang dihasilkan memiliki sifat magnet 25% lebih lemah dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ukuran besar.

Secara kimia ada beberapa metoda yang umum untuk sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [Laurent, S., et al. (2008)&Lu, A.-H., et al. (2007)], yaitu;

a). Co-presipitasi

Co-presipitasi adalah cara paling mudah dan aman untuk mensintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari larutan garam Fe dengan penambahan basa untuk pengendapan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada suhu ruang. Ukuran bentuk dan komposisi nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ditentukan oleh jenis garam yang digunakan (klorida, nitrat atau sulfat), rasio Fe<sup>+2</sup>/Fe<sup>+3</sup>, temperatur reaksi, nilai pH larutan.

Pembentukan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara kimia dapat dituliskan sbb.



Pengendapan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terjadi pada pH 8-14 dengan rasio Fe<sup>+2</sup>/Fe<sup>+3</sup>/adalah 2 : 1. namun magnetik (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang terbentuk tidak stabil, cenderung teroksidasi membentuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan keberadaan oksigen. Karena Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kurang stabil maka diperlukan pelindung berupa oksida logam, logam, silika atau fosfat yang stabil.

b). Dekomposisi thermal

Metoda dekomposisi thermal dilakukan pada senyawa organologam (organo-Fe) yang bersifat metastabil, dalam pelarut organik titik didih tinggi dan mengandung surfaktan sebagai penstabil. Ukuran dan bentuk nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang terbentuk ditentukan oleh suhu reaksi, waktu dan rasio reagen (senyawa organologam, pelarut, dan surfaktan) yang digunakan. Jika senyawa organologam yang digunakan adalah

logam dengan bilangan oksidasi nol seperti Fe-pentacarbonyl, maka produk yang didapat adalah nanopartikel besi, bukan oksida, hingga perlu langkah ke dua penambahan oksidan pada temperatur tinggi untuk menghasilkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

#### c). Mikroemulsi

Metoda mikroemulsi dilakukan dengan membuat emulsi air dengan senyawa organik sebagai nano reaktor, ditambah surfaktan dan larutan garam besi dalam suasana asam (HCl), sementara proses pengendapan nanopartikel magnetik dimulai ketika campuran emulsi dan larutan garam besi dipertahankan dalam suasana basa dengan penambahan *cyclohexylamine*. Secara kimia metoda mikroemulsi sama dengan metoda co-presipitasi, yaitu larutan garam besi yang diendapkan dengan penambahan basa, tetapi menggunakan nanoreaktor. Bentuk dan ukuran magnetik yang dihasilkan tidak sama, dan penggunaan pelarut yang banyak menyebabkan metoda mikroemulsi ini tidak efisien.

#### d). Hydrothermal

Pada hydrothermal reaksi berlangsung dalam pelarut air dan senyawa organik lainnya dalam reaktor autoclave pada tekanan tinggi dan dipanaskan pada temperatur sampai di bawah  $200^\circ\text{C}$ . Ukuran partikel yang dihasilkan ditentukan oleh jenis pelarut, temperatur dan lamanya reaksi. Kristalinitas magnetik yang dihasilkan ditentukan oleh laju nukleasi, pertumbuhan biji, dan, kedua laju ini ditentukan oleh temperatur reaksi. Beberapa metoda sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  di atas, metoda co-

presipitasi merupakan metoda yang paling sederhana dan ekonomis (temperatur rendah) (Liu, H. et al., 2013).

Nanopartikel magnetik memiliki sifat kimia yaitu sangat reaktif dengan oksidator atau udara, sementara secara fisika nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mudah teraglomerasi. Dengan demikian  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam ukuran kecil harus dilindungi dari udara, waktu penyimpanan dan penggunaan. Perlindungan/stabilisasi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilakukan dengan beberapa cara sebagai berikut;

a) Perlindungan Monomerik

Merupakan perlindungan dengan cara mengikatkan gugus fungsi (sulfat, fosfat, atau karboksilat) pada permukaan magnetik. Stabilizer gugus fungsi ini bertujuan untuk memudahkan nanopartikel magnetik untuk tersebar merata dalam larutan organik maupun air.

b) Perlindungan menggunakan material anorganik

Senyawa anorganik yang paling umum digunakan untuk mengimmobilisasi magnetik adalah silika dan emas.

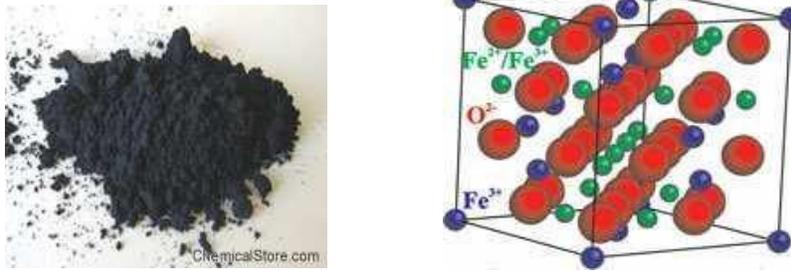
c) Stabilizer polimer

Polimer pelapis (*coating*) magnetik yang umum digunakan adalah, dekstran, *carboxymethylated* dekstran, *carboxydextran*, pati, *arabinogalactan*, *glikosaminoglikan*, tersulfonasi *stirena-divinylbenzene*, polietilen glikol (PEG), polivinil alkohol (PVA), Polaksamer-poloksamer, dan olyoxamines.

d) Perlindungan  $\text{Fe}_3\text{O}_4(\text{PEG})$ , polivinil alkohol (PVA), Polaksamer-poloksamer, dan olyoxamines.

Perlindungan Oksida besi dengan material anorganik seperti silika tidak mengurangi aktivitas katalitik terhadap berbagai reaksi kimia, seperti nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dilapisi silika memiliki aktivitas katalitik untuk; a).Konversi gas CO dan  $\text{H}_2$  membentuk senyawa hidrokarbon enam kali lebih tinggi dari pada oksida lepas (Marchetti, S. G., 2002); b). Degradasi azo-dye dan dapat digunakan berulang kali (Zhang, G., et al., 2014); reduksi p-nitrophenol dengan aktivitas katalitik lebih tinggi dari pada Au- $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dilapisi silika (Liu, H. et al., 2013).

Partikel nano magnetik diaplikasikan dalam berbagai bidang karena memiliki sifat fisis dan kimia yang bervariasi. Salah satu partikel magnetik tersebut yang dapat dijadikan berukuran nanometer adalah besi oksida seperti  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit). Lao et al., 2004, meneliti bahwa partikel nano ini dapat dimanfaatkan sebagai material untuk kegunaan sistem pengangkutan obat-obatan (*Drug Delivery System = DDS*), *Magnetic Resonance Imaging* (MRI), dan terapi kanker. Agar dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang tersebut, sangatlah penting untuk mempertimbangkan ukuran partikel, sifat magnetik, dan sifat permukaan dari partikel nano itu sendiri.



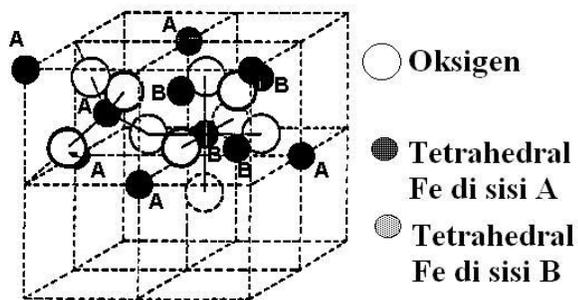
Gambar 1. (a) Serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , (b) Struktur  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Lao et al, 2004)

Beberapa tahun belakangan ini, peneliti mensintesis partikel nano magnetik dengan metode-metode yang berbeda. Seperti metode sol gel yang dikembangkan oleh Xu et al., 2007. Lain lagi dengan dilakukan oleh Iida et al., 2007 yang memilih mensintesis partikel nano magnetik dengan metode hidrolisis terkontrol sedangkan Hong et al., 2007 memilih metode kopresipitasi dalam air. Di antara metode sintesis tersebut, metode kopresipitasi yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dilakukan dan memerlukan suhu reaksi yang rendah ( $< 100\text{ }^\circ\text{C}$ ). Metode kopresipitasi merupakan proses kimia yang membawa suatu zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Teknik ini sering dipakai untuk memisahkan analit dari pengotornya.

Sintesis partikel nano magnetik dengan metode kopresipitasi, perbandingan/rasio antara ion ferrous ( $\text{Fe}^{2+}$ ) dan ion ferric ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam medium basa (alkali) sangat mempengaruhi hasil akhir sintesis. Efeknya meliputi rentang diameter ukuran partikel dan sifat magnetik yang dihasilkan. Dilaporkan bahwa valensi garam logam yang digunakan dalam sintesis memegang peranan penting dalam menentukan ukuran partikel. Ukuran partikel nano magnetik dengan variasi presentase molar ion

ferrous terhadap jumlah total ion besinya dalam rentang ~9 nm sampai ~40 nm (Iida et al., 2007).

Struktur magnetik terdiri dari dua magnetik sublatis (disebut A dan B) yang dipisahkan oleh oksigen. Pertukaran interaksi dimediasi oleh anion oksigen. Ketika ini terjadi, interaksi tersebut disebut interaksi tidaklangsung atau *superexchange* (Moskowitz,1991).



Gambar 2. Struktur spinel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Moskowitz, 1991)

Kristal magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan struktur spinel dapat dilihat dari Gambar 2 Struktur tetrahedral: ion Fe dikelilingi oleh empat oksigen. Struktur oktahedral: ion Fe dikelilingi oleh enam ion Oksigen (Moskowitz,1991).

Bahan yang sangat bersifat magnetik disebut ferimagnetik. Material ferimagnetik atau biasa disebut ferit adalah gabungan ion-ion yang memiliki kemampuan magnetik berasal dari magnetik ion yang disebut kation dan mempunyai sifat khas yaitu keras, rapuh, tahan terhadap panas dan zat kimia, mempunyai tahanan jenis listrik yang tinggi, sehingga banyak digunakan dalam bidang elektronika (Chrismant, J. Rhicard, 1988).

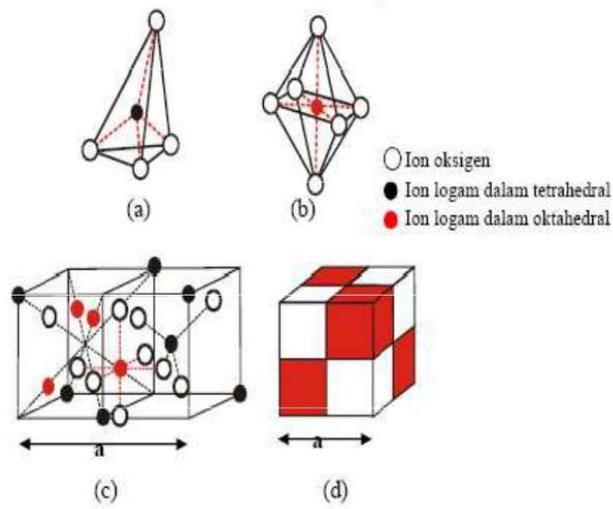
Berdasarkan struktur kristalnya, ferit digolongkan menjadi 2 kelompok:

### 1. Kubik

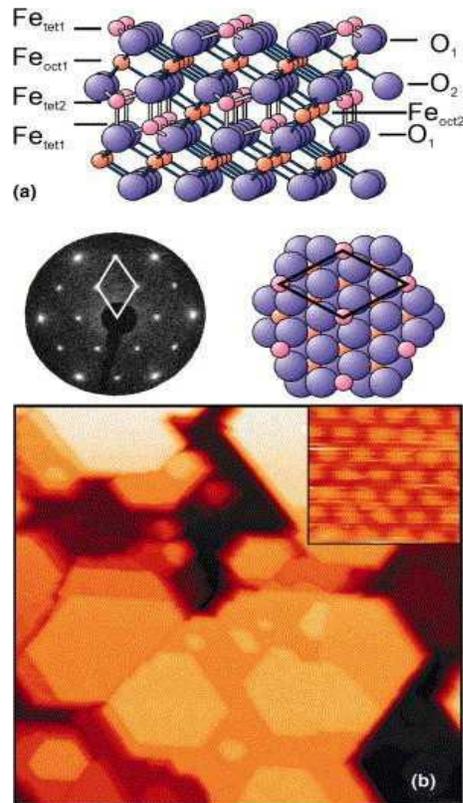
Ferit yang mempunyai rumusan umum  $MO.Fe_2O_3$ , dengan M adalah ion logam divalent seperti Mg, Mn, Fe, Ni, Zn, Co dan Cu. Ferit-ferit ini memiliki struktur spinel dan sering disebut ferrosipinel karena struktur kristalnya berhubungan erat pada spinel  $MgO.Al_2O_3$ , dengan struktur kompleks dan umumnya magnetik lunak (*soft magnetic*).

### 2. Heksagonal

Magnetit mempunyai rumus kimia  $Fe_3O_4$  dan mempunyai struktur spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, di mana celah-celahnya ditempati oleh ion  $Fe^{2+}$  dan  $Fe^{3+}$ . Delapan ion  $Fe^{3+}$  dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral (A), karena berlokasi di tengah sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen (Gambar 3a). Sisanya delapan ion  $Fe^{3+}$  dan delapan ion  $Fe^{2+}$  berada pada bagian oktahedral (B), karena ion-ion oksigen disekitarnya menempati sudut-sudut sebuah oktahedron (Gambar 3b) yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen (Hook, J, R & Hall, H, E, 1991). Tiap-tiap unit sel berisi sejumlah ion, di mana secara kompleks sulit dibayangkan. Satu sel terbagi menjadi 8 oktan (kubus spinel), masing-masing berukuran  $a/2$  (Gambar 3c), empat oktan yang berarsir memiliki ukuran isi yang sama, begitu pula dengan cara yang sama, tetrahedral di oktan terarsir dan oktahedral di oktan tidak terarsir (Cullity, B. D. 1972) Bentuk heksagonal dari  $Fe_3O_4$  dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur kubik ferit (cullity, B. D. 1972), (a) posisi ion logam dalam kristal tetrahedral (A), (b) posisi ion logam dalam octahedral (B), (c) gabungan tetrahedral dan octahedral, (d) kubik magnet.



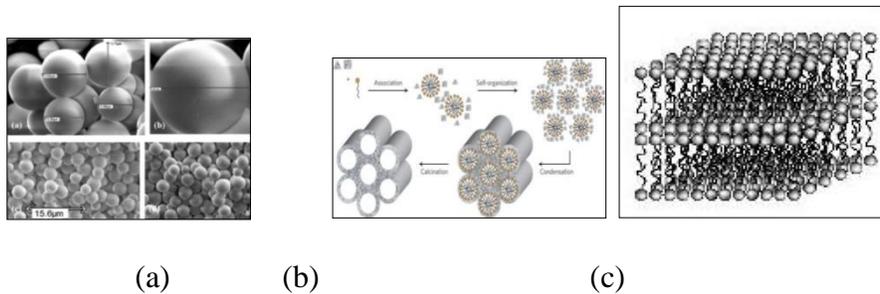
Gambar 4. Struktur heksagonal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Lemire.C, 2004). (a) gambar sisi samping dan atas Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>(1 1 1). (b) gambar STM Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (1 1 1) dari film (size 300 × 300 nm<sup>2</sup>) dengan ukuran atomik sebesar 3 × 3 nm<sup>2</sup>.

Sintesis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> telah disintesis oleh Aini (2018) dari pasir besi daerah Pariaman dengan memodifikasi dan menggunakan metoda yang digunakan oleh Laurent et al. (2008), Mahdavi, M. (2013), Zhang, G. (2014), dan Zhicuan Xu (2010). Pasir besi dilarutkan dalam HCl 12 M hingga terbentuk larutan FeCl<sub>2</sub> dan FeCl<sub>3</sub> kemudian disaring. Filtrat yang terbentuk diencerkan dengan berbagai variasi konsentrasi. Selanjutnya filtrat di masukkan tetes demi tetes ke dalam larutan NH<sub>4</sub>OH yang telah ditambahkan NaOH 8 M, kemudian ditempelkan surfaktan CTAB dalam alkohol dan ditambahkan natrium silikat hingga terbentuk nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>.



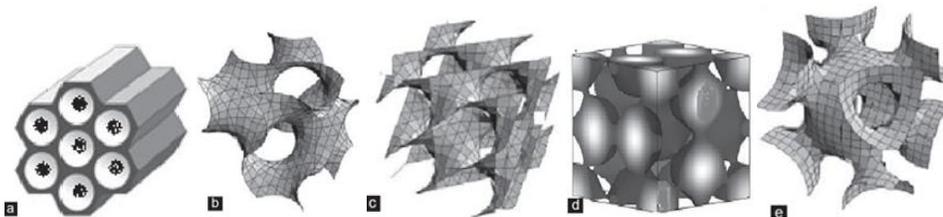
## B. Silika Mesopori

Silika mesopori adalah oksida logam silikon yang merupakan polikondensasi spesies silika Si-O-Si membentuk pori dengan ukuran 2-50 nm dengan berbagai morfologi (Zhao and Wan, 2007). Ukuran partikel nanopori mempunyai rentang 1-100 nm, sehingga partikel mesopori bisa dianggap sebagai nanopori. Silika mesopori memiliki bentuk yang berbeda-beda seperti sferik, silinder, atau lamelar, seperti tampak pada gambar 6.



Gambar 6. Variasi bentuk silika mesopori: (a) Sferik (b) Silinder (c) Lamelar (Zhao and Wan, 2007)

Silika mesopori memiliki struktur geometrik pori yang berbeda-beda, seperti 2D hexagonal  $p6mm$ , kubik bicontinuous  $la3d$ , kubik bikontinuous  $pn3m$ , tipe cage  $pm3n$  dan tipe cage  $Im3m$ .

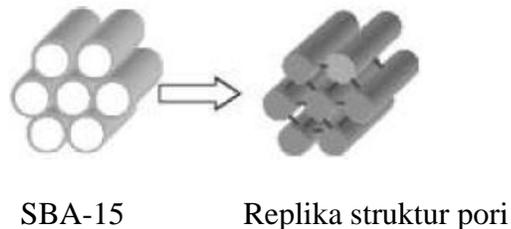


Gambar 7. Berbagai struktur geometrik pori : a) 2D hexagonal  $p6mm$ , b) kubik bicontinuous  $la3d$ , c) kubik bikontinuous  $pn3m$ , d) tipe cage  $pm3n$ , dan e) tipe cage  $Im3m$  (Zhao *et al.*, 2015)

Contoh material mesopori adalah material mesopori silika M41S (MCM-41, MCM-48, MCM-50) dan SBA-15. Material mesopori pertama kali disintesis adalah jenis M41S oleh Peneliti dari *Mobil Company*, Jepang (Yunita, 2013).

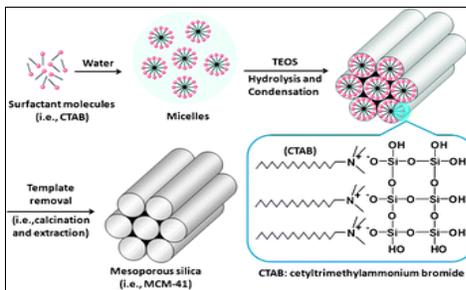


Gambar 8. Struktur family M41S, MCM-50 (layer / berlapis), MCM-41 (heksagonal), dan MCM-48 (kubik) (AlOthman, 2012)



Gambar 9. Struktur SBA-15 (Johansson, 2008)

MCM-41 merupakan jenis M41S yang disintesis melalui mekanisme template-surfaktan menggunakan hidrolisis sumber silika dalam air yang mengandung surfaktan membentuk misel melalui proses *self-assembly* (pemasangan secara mandiri). MCM-41 membentuk susunan heksagonal yang memiliki pori seragam dengan ukuran 1,5 nm – 10 nm, memiliki luas permukaan lebih dari 700 m<sup>2</sup>/g, kapasitas penyerapan hidrokarbon 0,7 mL/g atau lebih besar, oleh karena itu banyak digunakan dibidang katalis, filtrasi, dan pemisahan.



Gambar 10. Mesopori silika jenis MCM-41 (Yang, 2014)

Jenis mesopori silika sperik pertama kali disintesis menggunakan metode modifikasi dari prosedur Strober (Kosuge, 2004). Silika mesopori sperik mono-dispersi disintesis menggunakan prosedur sederhana, sintetik reaksi dalam campuran larutan yang terdiri atas larutan Na-silikat, triblok kopolimer pluronik, dan HCl atau  $\text{HNO}_3$  tanpa zat aditif. Penggunaan  $\text{NO}_3^-$  sebagai mediasi menghasilkan partikel sperik mono-dispersi lebih bervariasi dengan diameter lebih besar dari 100  $\mu\text{m}$ . Mesopori sperik mono-dispersi dengan ukuran 100  $\mu\text{m}$  dapat diaplikasikan secara luas di industri katalis, pemisahan, dan adsorbs, karena partikel ini dapat dengan mudah dimasukkan ke dalam reaktor atau kolom dalam berbagai sistem reaksi. Sperik mono-dispersi dengan kualitas bagus diperoleh dengan laju pengadukan pada rentang 500 – 700 rpm.

Selain M41S dan mesopori silika sperik, terdapat silika mesopori lain yang disebut SBA-15 yang disintesis pada tahun 1997 oleh perusahaan Stucky. SBA-15 berbentuk heksagonal teratur disintesis dengan menggunakan amfilik blok kopolimer PEO-PPO-PEO untuk mengarahkan proses polimerisasi silika. Dengan memilih panjang blok kopolimer dan kondisi reaksi, ukuran pori bervariasi mulai dari

4,6 nm – 30 nm (Liu, 2007). MCM-41 dan SBA-15 sama-sama menggunakan surfaktan untuk mengarahkan dan merakit blok yang terbentuk menjadi struktur mesopori yang teratur.

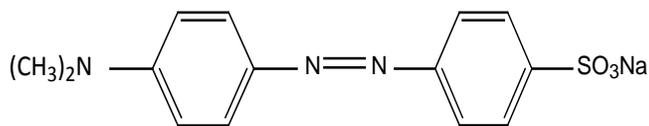
Struktur dan perilaku fasa material mesopori komposit anorganik-organik bergantung pada sifat alami molekul surfaktan dan prekursor silika. Dengan menggunakan tipe surfaktan yang berbeda (kooplimer netral, surfaktan kation, dan surfaktan anion), zat tambahan (trimetil benzene, alkohol, dan garam), suhu sintesis, dan medium (basa atau asam) yang berbeda, maka berbagai material mesopori dapat disintesis. Penyesuaian struktur mesopori dengan morfologi, serat, dan partikel yang berbeda dapat dilakukan dengan mengontrol kondisi dan batasan proses reaksi (Liu, 2007).

Silika mesopori telah disintesis oleh Ade dan Putri (2018) menggunakan sumber silika  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang disintesis dari bahan alam pasir silika daerah oleh Aini, S (2008). Sodium silikat disintesis dari pasir silika menggunakan campuran NaOH dengan penurunan titik lebur  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , sehingga reaksi pembentukan sodiumsilikat berlangsung pada temperature  $300^\circ\text{C}$ . Produk silika yang dihasilkan oleh Ade (2018), morfologinya masih belum beraturan dan ukuran partikelnya masih kecil. Sedangkan, silika mesopori dengan bentuk morfologi silika yang terpisah satu sama lain telah berhasil disintesis oleh Putri (2018) berbentuk heksagonal dengan ukuran pori 4,17 nm, dengan waktu pematangan optimum dan pH campuran optimum adalah 6 jam pada pH 5.

### C. Metil Jingga

Metil orange (MO) merupakan molekul zat warna dengan rumus molekul  $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$  dan mempunyai berat molekul 327,33 g/mol. Nama IUPAC dari metil jingga adalah Sodium 4-[(4-dimethylamino)phenyldiazenyl]benzenesulfonate yang bersifat toxic. Panjang gelombang maksimum larutan MO adalah sekitar 465 nm (Nugroho, *et al.*, 2013). MO termasuk jenis zat warna azo yang mempunyai sistem kromofor dari gugus azo ( $-N=N-$ ) yang berikatan dengan gugus aromatik. Keberadaan senyawa golongan azo dalam limbah yang melebihi ambang batas sebesar 5 mg/L (Kep Men LH No 51 Tahun 1995) dapat menimbulkan terjadinya pencemaran lingkungan yaitu terjadinya alergi dan iritasi pada kulit.

Sementara itu di laboratorium metil jingga digunakan untuk menentukan kadar alkalinitas air serta sebagai indikator pada proses titrasi, khususnya titrasi asam mineral dan basa kuat. Senyawa azo seperti metil jingga, dapat digunakan sebagai indikator asam, karena berfungsi sebagai asam lemah yang berbeda warna (berwarna merah) sampai dengan pH 4,4 (berwarna kuning). Struktur senyawa jingga metil dapat dilihat pada Gambar 11.



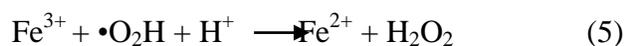
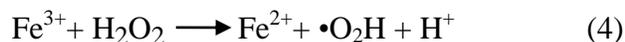
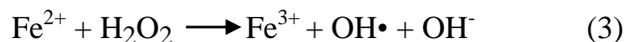
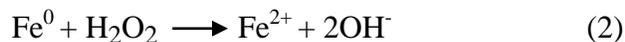
Gambar 11. Struktur kimia metil jingga (O'Neil, 2001).

#### D. Nanopartikel Besi Sebagai Katalis

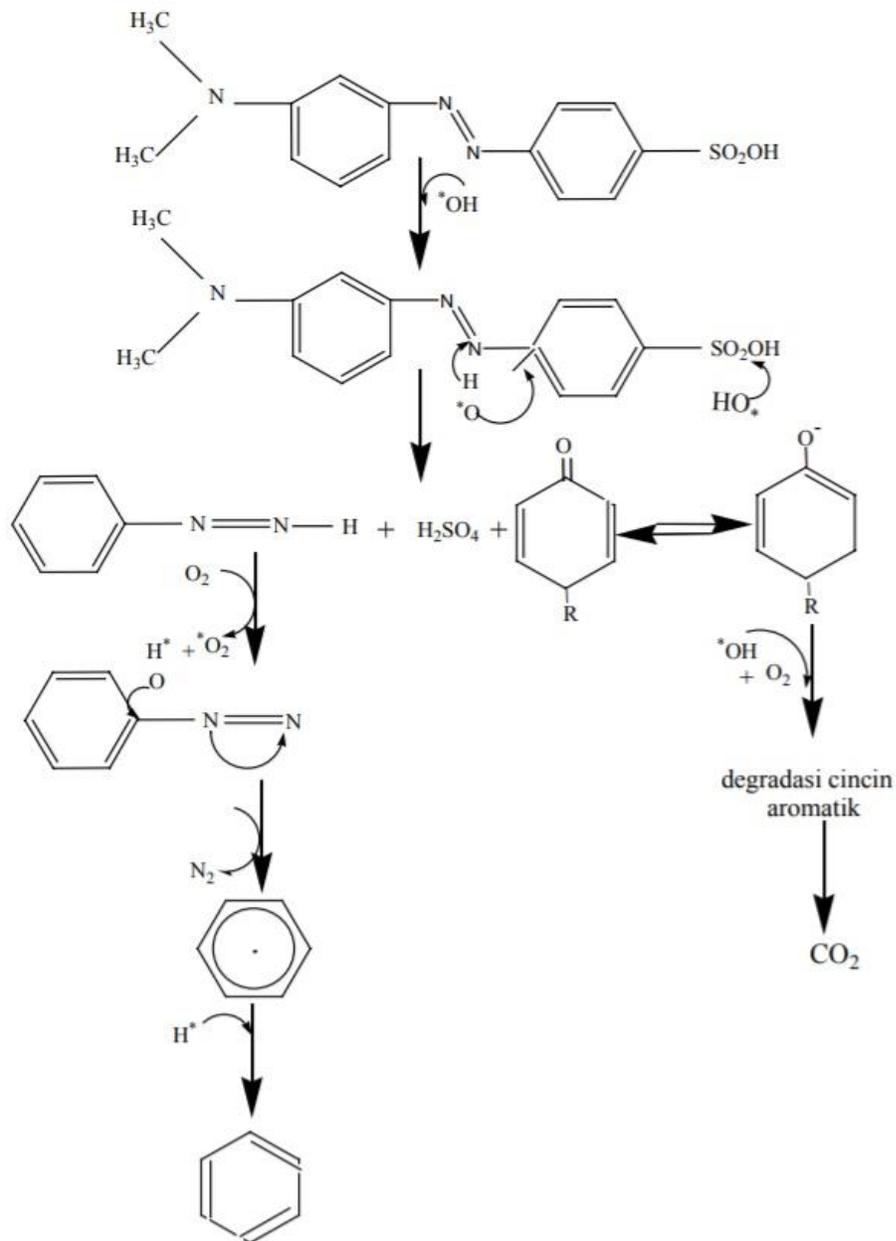
Penguraian zat warna secara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan katalis heterogen, seperti oksida besi ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dalam silika mesopori (Ashikin, et al. 2016). Sifat oksidasi dari oksida besi ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dalam silika mesopori dapat dibantu dengan oksidator ramah lingkungan seperti  $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam kondisi penyinaran baik dengan sinar Ultra Violet (UV) maupun sinar tampak yang selanjutnya disebut proses Foto Fenton atau tanpa penyinaran yang disebut proses Fenton (Rajeshwar et al. 2008). Pada prinsipnya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat bertindak sebagai katalis disebabkan reaksi oksidasi reduksi ion  $\text{Fe}^{+2}$  dan  $\text{Fe}^{+3}$  dengan oksidan  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Reduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  lebih cepat seperti yang ditunjukkan pada persamaan (1).



Penguraian azo-dye diperlukan radikal hidroksida  $\bullet\text{OH}$  untuk memutus ikatan rangkap  $-\text{N}=\text{N}-$ . Pembentukan radikal  $\bullet\text{OH}$  dimulai oleh reaksi oksidan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan ion  $\text{Fe}^{+2}$ .  $\text{Fe}^0$  mudah teoksidasi menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan adanya oksidan.

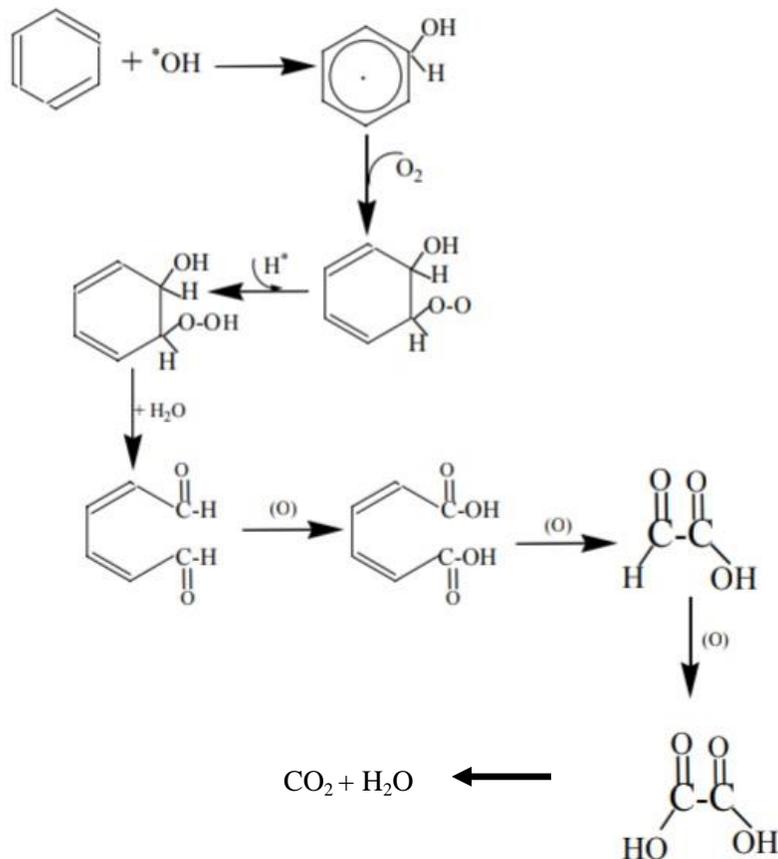


Semakin banyak radikal hidroksil yang terbentuk maka semakin cepat proses penguraian mejil jingga. Mekanisme degradasi terhadap senyawa azo metil jingga dapat diperkirakan terjadi seperti pada gambar 12 dan gambar 13.



Gambar 12. Tahapan reaksi degradasi senyawa azo metil jingga (Christina, 2007).

Gambar 12 menunjukkan radikal hidroksil adalah radikal utama yang melakukan inisiasi degradasi pada gugus utama senyawa azo, dengan menghasilkan radikal fenil dan fenoksi. Pada tahap berikutnya dengan adanya oksigen terlarut, akan terjadi abstraksi ion hydrogen dan radikalnya, pada radikal fenil. Pada tahap lebih lanjut akan keluar gas nitrogen yang diikuti dengan proses reduksi pada radikal cincin benzene menjadi senyawa aromatik sederhana disisi lain, gugus radikal fenoksi akan teroksidasi oleh radikal hidroksil menjadi gugus benzena. Gambar 6 adalah tahap reaksi degradasi pada gugus benzena.



Gambar 13. Tahapan reaksi degradasi senyawa azo metil jingga (Christina, 2007).

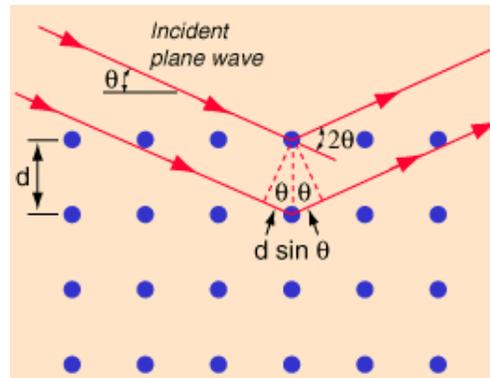
Pada gambar 13, cincin aromatik benzene akan terdegradasi menjadi radikal hidroksisikloheksadienil. Radikal ini akan bereaksi dengan oksigen terlarut menghasilkan hidroksi hidroperoksida yang tidak stabil. Reaksi berikutnya adalah terjadinya penghilangan satu molekul air dan pembentukan cincin aromatis dari hidroksi hidroperoksida menjadi mukodialdehid. Mukodialdehid kemudian teroksidasi menjadi asam mukonot. Pada proses oksidasi selanjutnya akan terbentuk glioksial yang kemudian teroksidasi menjadi asam karboksilat (Christina, 2007).

#### **E. Difraktometer Sinar-X (XRD)**

Difraktometer sinar-X merupakan alat yang dapat digunakan untuk melihat difraktogram (pola difraksi sinar-X) pada suatu padatan kristal yang bila diberi sinar-X. Difraktometer sinar-X (XRD) digunakan sebagai metode mengkarakterisasi struktur kristal suatu materi pada  $2\theta$  10-100 dan untuk menentukan ada atau tidaknya pori pada suatu materi. Materi yang memiliki pori antara 2-50 nm (meso) akan memberikan puncak difraktogram pada  $2\theta$  1-10 dengan pola satu atau dua puncak pada  $2\theta$  1-3 (1,3/2,3), diiringi oleh puncak kecil pada  $2\theta$  5-10. Suatu kristal memiliki bidang yang dibentuk oleh atom-atom yang tertata secara teratur. Sinar-X yang mengenai bidang akan didifraksikan dengan sudut tertentu sesuai dengan sudut sinar datang. Padatan yang berstruktur kristal tertentu akan memiliki jarak antar bidang tertentu ( $d$ ) dan sudut difraksi tertentu ( $2\theta$ ). Hubungan panjang gelombang sinar-X yang datang ( $\lambda$ ) pada bidang kristal dengan jarak antar bidang ( $d$ ) dan sudut difraksi ( $\theta$ ), tingkat difraksi ( $n$ ), dapat dijelaskan oleh persamaan Bragg di bawah ini.

$$n\lambda = 2d \sin 2\theta$$

$\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan  $n$  adalah bilangan bulat yang disebut orde pembiasan.

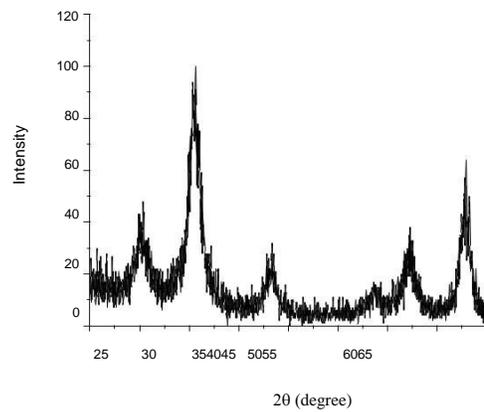


Gambar 14. Diagram difraksi Bragg (Thotnton & Rex, 1993)

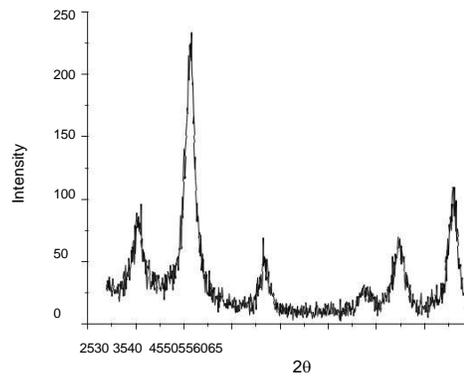
Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS.

Hasil yang diperoleh dari pengukuran dengan menggunakan instrument Difraktometer sinar-X (XRD) adalah grafik difraktogram. Difraktogram adalah

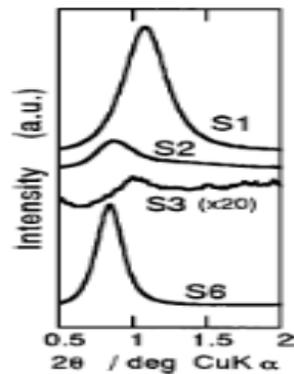
output yang merupakan grafik antara  $2\theta$  (*diffraction angle*) pada sumbu X versus intensitas pada sumbu Y.



Gambar 15. Pola XRD standar  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (JCPDS Card No. 19-629)



Gambar 16. Pola XRD standar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (JCPDS Card No. 39-1346)



Gambar 17. Pola XRD dari Silika Mesopori (Kosuge *et al*, 2004)

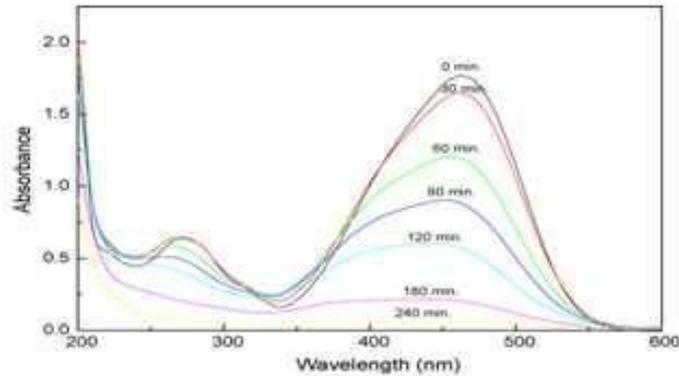
$2\theta$  merupakan sudut antara sinar datang dengan sinar pantul. Sedangkan intensitas merupakan jumlah banyaknya X-Ray yang didifraksikan oleh kisi-kisi kristal yang mungkin. Kisi kristal ini juga tergantung dari kristal itu sendiri. Kisi-kisi ini dibentuk oleh atom-atom penyusun kristal. Jika tidak ada atom-atom yang menyusun suatu bidang kisi pada kristal, maka sinar X yang datang tidak dapat didifraksikan atau dengan kata lain tidak ada kisi tersebut.

#### F. Spektrofotometri UV-VIS

Spektrosfotometri merupakan studi mengenai interaksi cahaya dengan atom atau molekul. Bila cahaya jatuh pada senyawa, maka sebagai cahaya tersebut akan terserap oleh molekul tersebut. Banyaknya sinar yang diabsorpsi adalah sebanding dengan konsentrasi senyawa yang dianalisis (Christian, 2004).

Spektrosfotometri ultraviolet-visibel adalah pengukuran jumlah radiasi UV-vis yang diserap oleh senyawa sebagai fungsi dari panjang gelombang radiasi. Panjang gelombang serta intensitasnya ini tergantung dari jenis ikatan dan gugus karakteristik dari molekul (Christian, 2004). Spektrum tampak (visibel) terentang dari sekitar 400

nm (ungu) sampai 750 nm (merah), sedangkan spektrum ultraviolet terentang dari 100 nm sampai dengan 400 nm (Fessenden and Fessenden, 1986). Menurut Salman, R (2002) spektrum absorbansi metil jingga selama reaksi berlangsung ditunjukkan pada gambar 18.



Gambar 18. Spektrum absorbansi metil jingga (Salman, R. 2002)

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum UV-vis tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Spektrum UV-vis dari senyawa organik berkaitan erat dengan transisi-transisi elektron diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. Transisi-transisi tersebut biasanya antara orbital ikatan atau orbital pasangan bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Tetapi dalam praktek, UV-vis digunakan terbatas pada sistem-sistem terkonjugasi (Sastrohamidjojo, 2001).

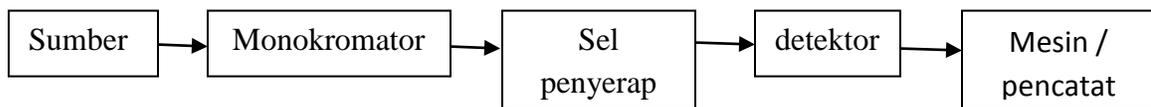
Spektrum UV-vis adalah suatu gambar antara panjang gelombang atau frekuensi serapan lawan intensitas serapan (transmitansi atau absorbansi). Sering gambar ditunjukkan sebagai gambar grafik atau tabel yang menyatakan panjang gelombang lawan serapan molar atau log dari serapan molar,  $E_{max}$  atau  $\log E_{max}$ .

Beberapa istilah yang perlu diketahui dalam spektrofotokopi ultraviolet-visibel adalah:

1. Gugus kromofor, yaitu suatu gugus kovalen tidak jenuh yang dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-vis.
2. Gugus auksokrom, yaitu suatu gugus fungsional bersifat jenuh yang jika terikat pada suatu gugus kromofor maka akan menyebabkan timbulnya pergeseran puncak serapan gugus kromofor tersebut ke panjang gelombang yang lebih besar dan juga mempertinggi intensitasnya.
3. Pergeseran Batokromik adalah pergeseran puncak absorpsi ke arah panjang gelombang yang lebih besar (disebut juga red shift atau batochromic shift). Hal ini terjadi karena pengaruh pelarut atau efek substitusi.
4. Pergeseran Hipsokromik (hipsocromic shift atau blue shift) adalah pergeseran ke arah panjang gelombang yang lebih kecil/pendek.
5. Efek Hiperkromik adalah efek yang disebabkan oleh gugus fungsi sehingga menyebabkan kenaikan nilai intensitas serapan maksimum.
6. Efek Hipokromik adalah efek yang disebabkan suatu gugus sehingga menyebabkan penurunan nilai intensitas serapan maksimum.
7.  $\epsilon$  1% 1 cm adalah ekstingsi suatu lintasan sinar dengan panjang 1 cm dari larutan dengan konsentrasi 1% (Widodo dan Wijayanti, 2002; Gandjar, 1991).

Instrumen yang digunakan untuk mempelajari serapan atau emisi radiasi elektromagnetik sebagai fungsi dari panjang gelombang disebut “spektrometer atau

spektrofotometer”. Komponen-komponen pokok dari spektrofotometer meliputi:(1) sumber tenaga radiasi yang stabil, (2) sistem yang terdiri atas lensa-lensa, cermin, celah-celah, dan lain-lain, (3) monokromator untuk merubah radiasi menjadi komponen-komponen panjang gelombang tunggal, (4) tempat cuplikan yang transparan, dan (5) detektor radiasi yang dihubungkan dengan sistem meter atau pencatat.



Gambar 19. Diagram spektrofotometer UV-vis (Sastrohamidjojo, 2001).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Waktu optimum untuk mendegradasi zat warna metil jingga menggunakan katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  adalah 120 menit dengan jumlah katalis 150 mg pada keadaan asam (pH=2).
2. Karakterisasi XRD dari katalis sesudah degradasi tidak banyak mengalami perubahan yang signifikan dengan jumlah puncak utama  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  masih sama dengan difraktogram katalis sebelum degradasi metil jingga. Sehingga dapat dilakukan uji reusability katalis dalam mendegradasi metil jingga.
3. Katalis yang diperoleh kembali digunakan dalam mendegradasi metil jingga sebanyak tiga kali yang menghasilkan efisiensi degradasi pada pemakaian 1 kali 96%, pemakaian 2 kali 96% dan 94% pada pemakaian 3 kali.

#### **B. Saran**

Pada penelitian lebih lanjut perlu adanya karakterisasi XRD katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$  setelah proses degradasi zat warna metil jingga dalam beberapa kali penggunaan katalis. Sehingga dapat diketahui batas optimum penggunaan berulang katalis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{@SiO}_2$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- AlOthman, A. Z. 2012. A Review: Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials. *Materials* 2012, 5, 2874-2902; doi: 10.3390/ma5122874.
- Ashikin, S. N., Amani, H. & Abdullah, A. Z. 2016. Catalytic Activity of Iron Doped Hexagonal Mesoporous Silica (Fe-HMS) for Degradation of Reactive Green-19 Dye in Water. *Natural Products Chemistry & Research*. (4).3.
- Blackburn, R.S., dan Burkinshaw, S.M. 2002. *A Greener to Cotton Dyeing With Excellent Wash Fastness*, Green Chemistry, 4, pp. 47-52.
- Chrismant, J. Rhicard. 1988. *Fundamental of solid state physics*. John Willey & Sons, Canada, hal: 369-371
- Christian, G.D. 2004. *Analytical Chemistry*, 6th ed. New York: John Wiley and Sons, Inc.
- Cláudia Telles Benatti and Célia Regina Granhen Tavare. 2015. *Fenton's Process for the Treatment of Mixed Waste Chemicals*.
- Cornell, RM, dkk. 2003. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. WileyVCH.
- Cullity, B. D. 1972. *Introduction to Magnetic Materials. Addison-Wesley Series in metalurgi and materials*, University of Notre Dame.
- Fansuri, H. 2010. *Modul Pelatihan Operasional XRF*. Laboratorium Energi dan Rekayasa, LPPMS ITS. Surabaya.
- Fessenden, R.J. and J.S. Fessenden. 1986. *Organic Chemistry*, 3<sup>rd</sup> Ed. California: Wadsworth.
- Gan, N.; Hou, J.; Hu, F.; Zheng, L.; Ni, M.; Cao, Y. An amperometric immunosensor based on a polyelectrolyte/ gold magnetic nanoparticle supramolecular assembly—Modified electrode for the determination of HIV p24 in serum. *Molecules* **2010**, *15*, 5053–5065.
- Gan, N.; X, Du.; Y, Cao.; F, Hu.; T, Li dan Q, Jiang. 2013. An Ultrasensitive Electrochemical Immunesensor For HIV Based On Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> Nanomagnetic and Nanogold Colloid Labelled Enzyme Antibody Copolymer As Signal Tag. *Materials*, 6, 1355-1360
- Gandjar, I.G. 1991. *Kimia Analisis Instrumental*. Jogjakarta: Fakultas Farmasi UGM.
- Garcia, J., Ruiz, N., Munoz, I., Domenech, X., Garcia-Hortal, J.A., Torrades, F., Peral, J. 2006. *Environmental Assessment Of Different Photo-Fenton*