

Sintesis Adsorben Komposit γ -Fe₂O₃/SiO₂ Modifikasi Kuersetin untuk Mengurangi Limbah Tekstil Kongo Merah

Iftyna D., Susanti R., dan Aprilianto E.

Abstrak—Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan komposit kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂ sebagai adsorben limbah warna kongo merah. Uji adsorpsi kongo merah oleh adsorben komposit kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂ dilakukan menggunakan metode Batch dimana filtrat hasil adsorpsi diukur konsentrasinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ maksimum 495 nm. Hasil XRD menunjukkan bahwa γ -Fe₂O₃ dan kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂ telah terbentuk. Spektra FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi O-H, C=O, Si-O, dan Fe-O diyakini telah terbentuk komposit kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂. Difaktogram SEM-EDAX menunjukkan adanya komponen unsur Fe, C, Si dan O dimana persentase terbesar adalah unsur Fe 73.29%. Adsorpsi paling optimum pada konsentrasi 12 ppm dengan waktu kontak 20 menit, kapasitas adsorpsi sebesar 3,58 mg/g dan efisiensi adsorpsi sebesar 35.8%.

Kata kunci—Adsorpsi, Kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂, Kongo Merah.

I. PENDAHULUAN

Penggunaan zat warna tekstil mengakibatkan meningkatnya pencemaran lingkungan. limbah Zat warna yang dibuang kesungai akan mempengaruhi kualitas air, mengganggu aktivitas biologi dalam sungai, serta mengganggu kesehatan masyarakat dan keanekaragaman hayati. Kongo merah merupakan salah satu jenis zat warna yang masih banyak digunakan di Indonesia dengan volume penjualan yang lebih besar dibanding zat warna lain [1]. Kongo merah mempunyai sifat sangat larut dalam air dan tidak dapat didegradasi secara biologi [2]. Diketahui zat warna golongan azo ini memiliki potensi iritasi terhadap kulit, mata dan *gastrointestinal*, dapat menyebabkan alergi seperti *anaphylatic shock* bahkan karsinogen yang dapat memicu kanker [3].

Metode-metode penelitian terus dikembangkan untuk mengatasi masalah tersebut dengan sebaik mungkin. Metode Adsorpsi merupakan metode yang efisien, efektif, dan mudah dioperasikan daripada metode biodegradasi, biosorpsi filtrasi, netralisasi, presipitasi, fotodegradasi, oksidasi ozon, maupun koagulasi [4]. Kombinasi partikel magnetik antara γ -Fe₂O₃ dengan SiO₂ dapat mengurangi dampak pencemaran limbah zat warna metilen biru secara efisien dan lebih baik dibanding adsorben tradisional tetapi cenderung membentuk agregat karena permukaan yang besar [5]. Modifikasi permukaan besi oksida bertujuan untuk memaksimalkan kinerja dari adsorpsi tersebut.

Modifikasi α -Fe₃O₄ menggunakan kuersetin terbukti efisien untuk mengadsorpsi limbah zat pewarna [3]. Senyawa kuersetin termasuk kedalam golongan flavonoid sebagai antioksidan yang tersedia di dalam buah maupun rempah-rempah seperti bawang merah [3].

Pada penelitian ini dilakukan sintesis γ -Fe₂O₃/SiO₂(M- γ FS) dengan modifikasi kuersetin(Kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂) atau (Kur-M- γ FS), dengan variasi konsentrasi limbah zat warna 4, 8, 12, 16, dan 20 ppm serta waktu kontak 20, 80, dan 140 menit untuk mendapatkan hasil yang optimal sehingga hasilnya dapat diaplikasikan untuk mengadsorpsi zat warna kongo merah pada limbah tekstil.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pengaduk, magnetik stirer, gelas ukur, gelas beaker, kaca arloji, corong, neraca timbang, oven, *furnace*, ultrasonikator, pipet volum, pipet tetes, Erlenmeyer, *hot plate*. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, *Fourier Transformed Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy-Energy dispersive X-Ray spectroscopy* (SEM-EDAX).

B. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain limbah tekstil kongo merah, Fe₃O₄, kloroform (CHCl₃), kuersetin hidrat (C₁₅H₁₀O₇.H₂O), tetraetil ortosilikat (TEOS), etanol 98%, aquades, dan NH₄OH.

C. Prosedur Penelitian

1) Preparasi γ -Fe₂O₃

Fe₃O₄ dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 300°C.

Diperoleh serbuk γ -Fe₂O₃ berwarna coklat kemerahan.

2) Sintesis γ -Fe₂O₃/SiO₂ (γ FS)

0,8 gram γ -Fe₂O₃ ditambahkan ke campuran etanol dan aquades (v/v 80:20) dan diultrasonikasi selama 60 menit. Setelah dispersi, 2 mL NH₄OH ditambahkan dan dicampur hingga homogen. Campurkan 0,4 mL larutan TEOS dan tambahkan 30 mL etanol tetes demi tetes dan diaduk pada 200 rpm/ menit selama 3 jam. Dicuci dengan etanol sebanyak tiga kali kemudian dikeringkan pada suhu 60°C dalam oven selama 12 jam. Diperoleh padatan γ FS berwarna coklat kemerahan.

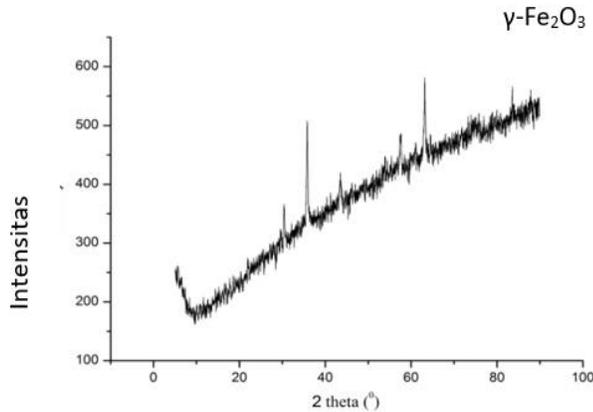
3) Sintesis Kuersetin- γ -Fe₂O₃/SiO₂ (Kur- γ FS)

TABEL 1.
DATA HASIL UJI EDAX KUR- γ FS

Unsur	Wt%
C	03.12
O	20.82
Si	02.77
Fe	73.29

TABEL 2.
ABSORBANSI SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS LARUTAN KONGO MERAH

Konsentrasi kongo merah (ppm)	1	5	10	15	20
Absorbansi	0,127	0,34	0,535	0,777	1,117



Gambar 1. Difraktogram γ -Fe₂O₃.

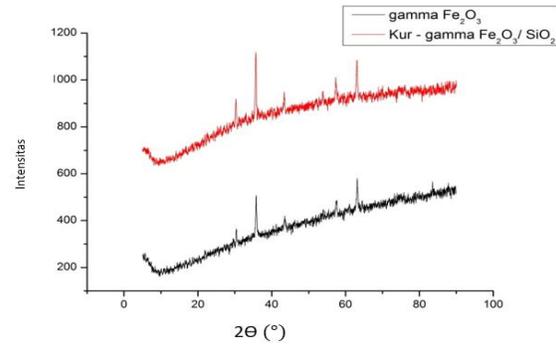
Preparasi Kur- γ FS dilakukan dengan mencampurkan 0,1 gram kuersetin dan 3 gram γ FS dalam 50 mL kloroform. Campuran ini disonikasi selama 30 menit dan diaduk selama 5 jam pada suhu kamar. Campuran ini kemudian disaring dan dicuci berulang kali dengan kloroform untuk menghilangkan kuersetin yang tidak bereaksi. Endapan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 1 jam. Keberadaan kuersetin pada Kur- γ FS dianalisis menggunakan FTIR.

4) Karakterisasi Hasil Sintesis Kuersetin- γ -Fe₂O₃/SiO₂ (Kur- γ FS)

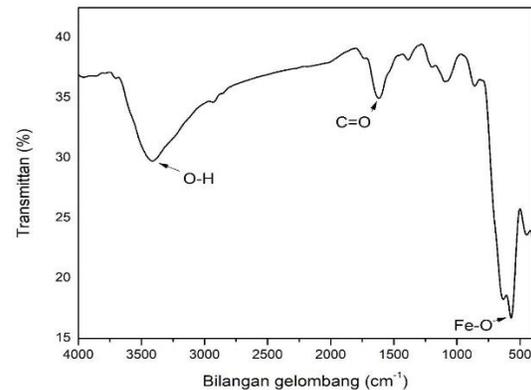
Hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, SEM untuk mengetahui morfologi permukaan kuersetin- γ FS, FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi kuersetin pada Kur- γ FS, dan Spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui konsentrasi larutan kongo merah sebelum dan sesudah adsorpsi yang dihitung berdasarkan kurva kalibrasi.

5) Uji Adsorpsi Zat Warna Kongo Merah oleh Kuersetin- γ - Fe₂O₃/SiO₂ (Kur- γ FS)

0,06 gram kur- γ FS ditambahkan ke dalam 50 mL larutan kongo merah dengan variasi konsentrasi kongo merah dan waktu adsorpsi. Variasi konsentrasi kongo merah yaitu 4 ppm, 8 ppm, 12 ppm, 16 ppm dan 20 ppm sedangkan variasi waktu adsorpsi yaitu 20 menit, 80 menit, dan 140 menit. Variasi waktu digunakan untuk menentukan efisiensi adsorpsi tertinggi. Campuran ini diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu ruang. Setelah itu larutan



Gambar 2. Difraktogram Kur- γ FS.



Gambar 3. Spektra Kur- γ FS.

disaring, filtrat yang tersisa dianalisis absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-vis. Dihitung konsentrasi kongo merah sesudah adsorpsi berdasarkan kurva kalibrasi.

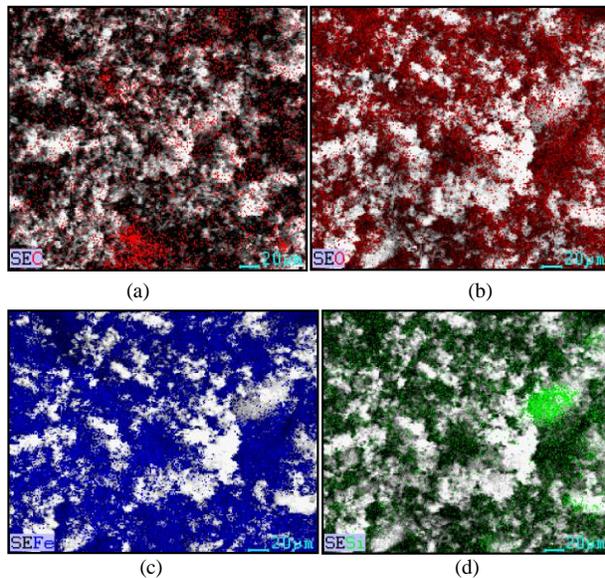
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil XRD γ -Fe₂O₃

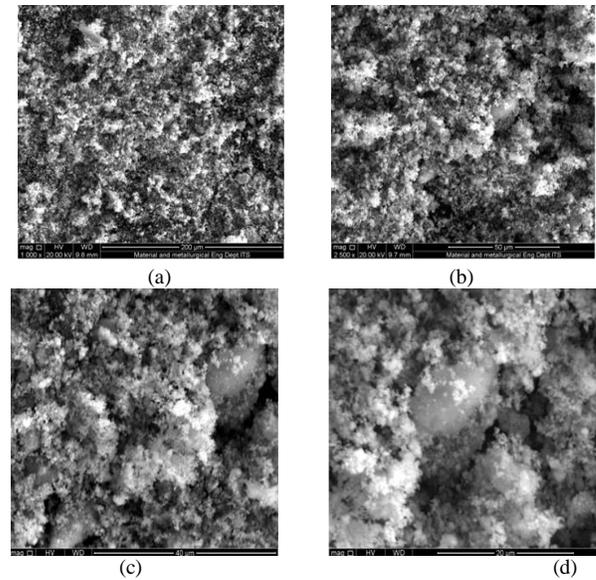
Hasil sintesis γ -Fe₂O₃ berupa serbuk berwarna coklat kemerahan. Karakterisasi γ -Fe₂O₃ pada penelitian ini dilakukan dengan XRD untuk mencocokkan pembentukan fasa kristal γ -Fe₂O₃ melalui kesesuaian difraktogram dengan standar *JCPDS Card* No. 39-1346. Berdasarkan Gambar 1 puncak-puncak hasil sintesis γ -Fe₂O₃ yang muncul pada difraktogram XRD bersesuaian dengan standar yaitu pada nilai 2θ 30,4242° (220); 35,8204° (311); 43,5132° (400); 57,6288° (511); dan 63,1518° (440). Dengan demikian maka dapat diyakini bahwa hasil sintesis γ -Fe₂O₃ telah terbentuk.

B. Hasil XRD Kur- γ FS

Hasil sintesis Kur- γ FS digunakan sebagai adsorben untuk mengadsorpsi zat warna kongo merah kemudian dikarakterisasi dengan XRD. Perbandingan hasil difraktogram dari γ -Fe₂O₃ dan Kur- γ FS ditunjukkan pada Gambar 2. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa puncak-puncak khas γ -Fe₂O₃ masih ada pada Kur- γ FS. Kur- γ FS tidak menyebabkan perubahan fasa Kristal tetapi menambah puncak γ -Fe₂O₃ pada nilai 2θ 53,9112° (422).



Gambar 4 Hasil uji EDAX Kur- γ -FS dengan persebaran unsur (a) Fe, (b) Si, (c) O dan (d) C



Gambar 5. Struktur mikro Kur- γ -FS dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 2500x, (c) 5000x, dan (d) 7500x.

Dengan demikian maka dapat diyakini bahwa hasil sintesis Kur- γ FS telah terbentuk sehingga dapat dibuktikan bahwa SiO₂ dan kursetin telah berhasil dilapisi pada permukaan γ -Fe₂O₃ dan tidak mengubah struktur kristal γ -Fe₂O₃.

C. Hasil FTIR Kur- γ FS.

Karakterisasi hasil FTIR pada Gambar 3 menunjukkan gugus fungsi pada bilangan gelombang tertentu. Gugus fungsi O-H muncul pada bilangan gelombang 3408.33 cm⁻¹, dan gugus fungsi C=O pada 1618.33 cm⁻¹. Hal ini menunjukkan bahwa kursetin atau C₁₅H₁₀O₇ terdapat pada komposit Kur- γ FS. Puncak yang muncul pada bilangan gelombang 443,64 cm⁻¹, 563,23 cm⁻¹, 638,46 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan Fe-O dari γ -Fe₂O₃ sedangkan puncak pada bilangan gelombang 1091,75 cm⁻¹ dan 864,14 cm⁻¹ adalah ikatan Si-O. Hal ini menunjukkan bahwa SiO₂ telah berhasil dilapisi pada permukaan γ -Fe₂O₃.

D. Hasil SEM-EDAX Kur- γ FS

Berdasarkan hasil SEM-EDX pada Tabel 1 dan Gambar 4 dapat diketahui kandungan unsur dari sampel, memiliki kandungan Fe yang lebih dominan dengan persen berat sebesar 73.29%. Kandungan unsur lainnya yaitu O, C dan Si dengan persen massa relatif berturut-turut sebesar 20,82%; 3,12%; dan 2,77%. Karakterisasi hasil SEM pada Gambar 5 (a), (b), (c), dan (d) menunjukkan bahwa morfologi Kur- γ FS berukuran mikro, berbentuk bulat tidak beraturan, dan pori-pori diamati di seluruh permukaan γ -Fe₂O₃/SiO₂. Analisis menggunakan SEM dilakukan dengan 4x perbesaran yaitu, 1000x, 2500x, 5000x, dan 7500x. Hasil analisis dengan perbesaran 1000x menunjukkan bahwa terbentuk kelompok-kelompok kluster. Diprediksi pembentukan kluster dikarenakan adanya sifat magnetik dari unsur Fe. Untuk memperjelas profil kluster yang

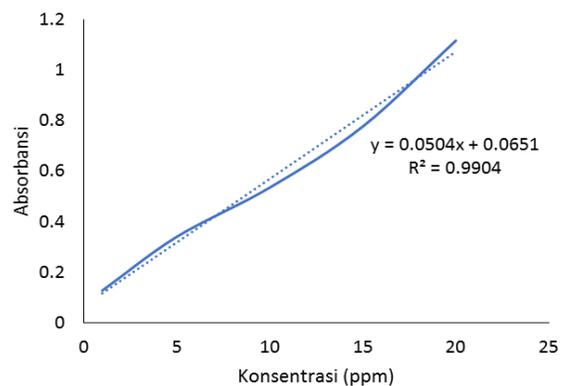
teramati dilakukan analisis SEM dengan perbesaran 2500x, 5000x, dan 7500x.

E. Hasil Uji Adsorpsi

Uji Adsorpsi Kongo merah oleh Kur- γ -FS menggunakan metode Batch. Penentuan panjang gelombang maksimum dari kongo merah dilakukan dengan konsentrasi 20 ppm dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400-800 nm. Hasil pengukuran menunjukkan panjang gelombang maksimum 495 nm dengan absorbansi 1,117.

Kurva kalibrasi menunjukkan hubungan absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi artinya semakin besar konsentrasi larutan maka semakin besar pula absorbansinya (Tabel 2). Persamaan regresi linier yang diperoleh yaitu $y = 0.0504x + 0.0651$ dengan koefisien determinasi atau R² adalah 0.9904. Hal ini menandakan nilai yang diperoleh baik karena mendekati nilai 1 yang menunjukkan kelayakan penggunaan grafik dalam pengujian.

Nilai tersebut dibuat kurva kalibrasi (Gambar 6) untuk menghitung konsentrasi sampel sehingga didapatkan persamaan sebagai berikut.



Gambar 6. Kurva Standar Absorbansi Kongo Merah.



Gambar 7. Hasil adsorpsi kongo merah pada konsentrasi 4 ppm, 8 ppm, 12 ppm, 16 ppm, dan 20 ppm dengan waktu kontak (a) 20 menit, (b) 140 menit.

Pengukuran adsorpsi kongo merah menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan variasi konsentrasi kongo merah sebesar 4 ppm, 8 ppm, 12 ppm, 16 ppm, dan 20 ppm dalam waktu kontak 20 dan 140 menit. Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa pada waktu kontak 20 menit terjadi penurunan konsentrasi dari 4 ppm menjadi 3,68 ppm dan 12 ppm menjadi 7,7 ppm sedangkan konsentrasi 8 ppm, 16 ppm, dan 20 ppm mengalami penurunan intensitas warna seperti yang ditunjukkan Gambar 7 namun tidak mengalami penurunan konsentrasi. Hal ini diduga karena adsorben lolos dalam proses penyaringan. Berdasarkan hasil tersebut maka adsorpsi paling optimum terjadi pada konsentrasi 12 ppm pada waktu kontak 20 menit dengan kapasitas adsorpsi sebesar 3,58 mg/g dan efisiensi adsorpsi sebesar 35,8%.

KESIMPULAN

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa γ -Fe₂O₃ dan kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂ telah terbentuk. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi O-H, C=O, Si-O, dan Fe-O sehingga diyakini telah terbentuk komposit kur- γ -Fe₂O₃/SiO₂. Hasil karakterisasi SEM-EDAX menunjukkan adanya komponen unsur Fe, C, Si dan O dimana persentase terbesar ada pada unsur Fe dengan persen massa relatif 73,29%. Adsorpsi paling optimum terjadi pada konsentrasi

12 ppm pada waktu kontak 20 menit dengan kapasitas adsorpsi sebesar 3,58 mg/g dan efisiensi adsorpsi sebesar 35,8%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Dalam kesempatan ini penulis bermaksud mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah memberi bantuan, dukungan, serta doa atas terselesaikannya tulisan ini yaitu Kementerian Riset dan Pendidikan Tinggi yang telah memberikan pendanaan melalui Program Kreativitas Mahasiswa (PKM) 2019, Laboratorium Fundamental dan Instrumen Sains dan Analitik (ISA) Kimia ITS yang telah memberikan izin penggunaan laboratorium, Ibu Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph. D. selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan bimbingan selama pengerjaan PKM 2019, Ibu Vania Mitha Pratiwi S.T., MT selaku Dosen Penalaran yang telah memberikan kritik dan saran yang membangun, serta Teman-teman yang senantiasa mendukung dan memberikan semangat

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Y. Widiyanto, N. Indraswati, and S. Ismadji, "Pengolahan Limbah Cair Congo Red dengan Lumpur Aktif: Peranan Biodegradasi dan Biosorpsi," in *National conference: Design and Application of Technology*, 2007.
- [2] Suyata and M. Kurniasih, "Degradasi Zat Warna Kongo Merah Limbah Cair Industri Tekstil di Kabupaten Pekalongan Menggunakan Metode Elektrokolorisasi," *Molekul*, 2012.
- [3] R. Satheesh and et al, "Removal of congo red from water using quercetin modified α -Fe₂O₃ nanoparticles as effective nanoadsorbent," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 180, pp. 53–65, 2016.
- [4] R. Yehia and S. Couto, "Discoloration of the azo dye Congo Red by Manganese Dependent peroxidase from *Pleurotus Sajor Caju*," *Appl. Biochem. Microbiol.*, pp. 222–229, 2017.
- [5] D. Chen, Z. Zeng, Y. Zeng, F. Zhang, and M. Wang, "Removal of methylene blue and mechanism on magnetic γ -Fe₂O₃/SiO₂ nanocomposite from aqueous solution," *Water Resour. Ind.*, vol. 15, pp. 1–13, 2016.