

**BUKU
MONOGRAF**



MENGOLAH LIMBAH DENGAN LIMBAH:

**PENGOLAHAN LIMBAH CAIR INDUSTRI PELAPISAN LOGAM
DENGAN NANOPARTIKEL BESI DARI LIMBAH BESI BENGKEL BUBUT**



**Sunardi | Argoto Mahayana
Sumardiyono | Supriyono | Nur Hidayati
Soebiyanto | Ilham Kuncahyo
Mahardira Dewantara | Afif Afghohani**



**BUKU
MONOGRAF**



MENGOLAH LIMBAH DENGAN LIMBAH:

**PENGOLAHAN LIMBAH CAIR INDUSTRI PELAPISAN LOGAM
DENGAN NANOPARTIKEL BESI DARI LIMBAH BESI BENGKEL BUBUT**

**Sunardi | Argoto Mahayana
Sumardiyono | Supriyono | Nur Hidayati
Soebiyanto | Ilham Kuncahyo
Mahardira Dewantara | Afif Afghohani**



**MENGOLAH LIMBAH DENGAN LIMBAH :
PENGOLAHAN LIMBAH CAIR INDUSTRI PELAPISAN
LOGAM DENGAN NANOPARTIKEL BESI DARI
LIMBAH BESI BENGKEL BUBUT**

MENGOLAH LIMBAH DENGAN LIMBAH : PENGOLAHAN LIMBAH CAIR INDUSTRI PELAPISAN LOGAM DENGAN NANOPARTIKEL BESI DARI LIMBAH BESI BENGKEL BUBUT

Penulis : Prof. Dr. Sunardi, S.Si., M.Si.
Argoto Mahayana, S.T., M.T.
Ir. Sumardiyono, M.T.
Dr. Supriyono, S.T., M.T.
Dra. Nur Hidayati
Drs. Soebiyanto, M. Or., M. Pd.
Dr. Apt. Ilham Kuncahyo, S. Si. M. Sc.
Mahardira Dewantara, ST., M. Eng.
Drs. Afif Afghohani, M.Kom.

Desain Cover : Jaka Susila
Layout Isi : Afif Putri Pratiwi, A.Md., S.I.
Foto Cover : Freepik, Vecteezy

Preliminary : i-xii
Halaman Isi : 139
Ukuran Buku : 17,5 x 25 cm

Cetakan Pertama, Maret 2025
ISBN 978-623-8386-91-8

Hak Cipta © pada penulis.
Hak Cipta dilindungi Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014.
Dilarang memperbanyak/memperluas dalam bentuk apapun
tanpa izin dari penulis dan penerbit.

Dicetak :
CV. INDOTAMA SOLO
Penerbit & Supplier Bookstore
Anggota IKAPI No. 165/JTE/2018

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya peneliti dapat menyelesaikan buku monograf dengan judul “Mengolah Limbah dengan Limbah : Pengolahan Limbah Cair Industri Pelapisan Logam dengan Nanopartikel Besi dari Limbah Besi Bengkel Bubut”.

Dalam penyusunan ini peneliti mendapat bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis pada kesempatan ini menyampaikan terima kasih kepada :

1. Tim Peneliti yang telah bekerja luar biasa
2. Istri dan anak-anak yang mendorong dan mendoakan sepenuh hati dalam menyelesaikan penulisan buku ini.
3. Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan buku monograf ini yang tidak bisa peneliti sebut satu persatu.

Dengan keterbatasan pengetahuan dan kemampuan, penulis sadar bahwa penelitian ini jauh dari sempurna, oleh karena kritik dan saran penulis harapkan. Akhirnya penulis berharap semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi para pembaca semua.

Surakarta, Maret 2025

Penulis

DAFTAR ISI

	Hlm
Halaman Judul	i
Kata Pengantar	v
Daftar Isi	vi
Daftar Tabel	ix
Daftar Gambar	x
Daftar Lampiran.....	xii
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	5
C. Tujuan Penelitian.....	6
D. Manfaat Penelitian.....	6
E. Ruang Lingkup Penelitian.....	8
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	10
A. Green Sintesis.....	10
1. Mencegah produksi limbah	11
2. Memaksimalkan ekonomi atom.....	11
3. Desain sintesis dan produk kimia yang aman.....	11
4. Meningkatkan efisiensi energi	12
5. Menggunakan bahan baku terbarukan	12
6. Menghindari penggunaan bahan kimia derivatif..	12
7. Minimalkan potensi kecelakaan	12

B. Nanopartikel.....	13
C. Sintesis, Karakterisasi, Aplikasi dan Implikasi nanopartikel besi.....	14
D. <i>Scrap</i> Besi.....	28
E. Kulit Buah Naga dan Senyawa Polifenol.....	29
F. Adsorpsi.....	34
1. Isoterm Freundlich.....	36
2. Persamaan Langmuir.....	37
G. Kromium.....	38
BAB III. METODE PENELITIAN.....	39
A. Jenis Penelitian/Desain Penelitian.....	39
B. Bahan dan Tempat Penelitian.....	40
1. Bahan.....	40
2. Tempat Analisis Sampel.....	41
3. Alat dan Bahan Kimia yang Digunakan.....	42
C. Prosedur Penelitian.....	42
1. Sintesis, Karakterisasi dan Penetapan Kadar Ferro Sulfat.....	42
2. Pembuatan Ekstrak Kulit Buah Naga Merah (EKBN), Uji Kualitatif dan Kadar Fenol Total....	43
3. Sintesis dan karakterisasi nanopartikel besi.....	44
4. Adsorpsi Cr (VI) dengan nanopartikel besi.....	44
5. Skema Metode Penelitian.....	48
6. Analisis Data.....	50

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	52
A. Sintesis dan Karakterisasi $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	52
B. Uji Kualitatif dan Kuantitatif Polifenol.....	52
C. Sintesis dan Karakterisasi nanopartikel besi	59
D. Adsorpsi Krom.....	68
1. Adsorpsi Cr(VI) sebagai $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	68
2. Adsorpsi Cr(VI) Limbah Cair Industri Pelapisan Logam.....	76
3. Adsorpsi Cr(VI) Air Sungai Gerdu	77
BAB V. KESIMPULAN, IMPLIKASI, DAN SARAN	80
A. Kesimpulan.....	80
B. Implikasi.....	81
C. Saran.....	81
DAFTAR PUSTAKA	83
LAMPIRAN	118
GLOSARIUM	134
INDEKS	136
HALAMAN BELAKANG	137

DAFTAR TABEL

	Hlm
Tabel 1. Kandungan Nutrisi Kulit Buah Naga Merah	30
Tabel 2. Hasil Uji Kandungan Unsur Kristal Hasil Sintesis dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a.....	55
Tabel 3. Penetapan Kadar $\text{Fe}^{2+}/\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Hasil Sintesis.....	56
Tabel 4. Perbandingan Serapan FTIR Teori dengan EKBN.....	57
Tabel 5. Kandungan Total Fenol EKBN.....	58
Tabel 6. Hasil Uji Kandungan Unsur Kristal nanopartikel besi	63
Tabel 7. Hasil Penentuan Jenis Isoterm logam Cr(VI) oleh nanopartikel besi.....	74
Tabel 8. Kandungan Cr(VI) pada Air Sungai Gerdu	77

DAFTAR GAMBAR

	Hlm
Gambar 1. Adsorpsi pada nanopartikel besi	19
Gambar 2. Struktur Polifenol.....	33
Gambar 3. Peta Lokasi Pengambilan Sampel Air Sungai dan Limbah Cair	41
Gambar 4. Skema Metode Penelitian.....	49
Gambar 5. Kristal Biru Kehijauan Ferro Sulfat dari Scrap Besi....	52
Gambar 6. Panjang Gelombang Maks Kristal Hasil Sintesis dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a.....	53
Gambar 7. Hasil Analisis EDS Kristal Hasil Sintesis (a) dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a (b)	54
Gambar 8. Hasil Analisis FTIR EKBN.....	57
Gambar 9. Larutan FeSO_4 , Ekstrak Kulit Buah Naga Merah dan Larutan nanopartikel besi.....	60
Gambar 10. Spektra UV-Vis SPR nanopartikel besi Hasil Reaksi dari $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan EKBN.....	61
Gambar 11. Spektrum EDS nanopartikel besi	63
Gambar 12. Hasil Analisis TEM Sintesis nanopartikel besi dari EKBN.....	64
Gambar 13. Hasil Analisis SEM nanopartikel besi.....	65
Gambar 14. Hasil Analisis XRD dari nanopartikel besi	66
Gambar 15. Spektrum FTIR untuk (a) EKBN dan (b) nanopartikel besi	67
Gambar 16. Pengaruh pH pada Adsorpsi Cr(VI) dengan nanopartikel besi	69
Gambar 17. Diagram Spesiasi Konsentrasi Cr(VI).....	70

Gambar 18. Pengaruh konsentrasi Cr(VI) terhadap adsorpsi Cr(VI)	71
Gambar 19. Pengaruh Konsentrasi nanopartikel besi pada Adsorpsi Cr(VI) dengan nanopartikel besi	72
Gambar 20. Pengaruh Waktu Kontak pada Adsorpsi Cr(VI) dengan nanopartikel besi	73
Gambar 21. Kurva Isoterm Langmuir Adsorpsi Cr(VI) dengan nanopartikel besi	74
Gambar 22. Kurva Isoterm Freundlich Adsorpsi Cr(VI) dengan nano-partikel besi	75
Gambar 23. Adsorpsi Cr(VI) pada Limbah Cair Industri Pelapisan Logam dengan nanopartikel besi	76
Gambar 24. Adsorpsi Cr(VI) Air Sungai Gerdu dengan nanopartikel besi	78

DAFTAR LAMPIRAN

	Hlm
Lampiran 1. Data Penentuan λ_{maks} Kristal Hasil Sintesis dan $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ p.a.....	118
Lampiran 2. Penetapan Kadar $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ Hasil Sintesis.....	119
Lampiran 3. Perhitungan Kadar Fe^{2+} , $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dan Standar Deviasi.....	120
Lampiran 4. Penetapan Kadar Fenol Total.....	123
Lampiran 5. Kurva Standar Cr(VI).....	125
Lampiran 6. Pengaruh pH terhadap % Adsorpsi Cr(VI).....	126
Lampiran 7. Pengaruh Konsentrasi Cr(VI) terhadap % Adsorpsi Cr(VI).....	128
Lampiran 8. Pengaruh Konsentrasi nanopartikel besi terhadap % Adsorpsi Cr(VI).....	129
Lampiran 9. Pengaruh Waktu Kontak terhadap % Adsorpsi Cr(VI).....	130
Lampiran 10. Penentuan Jenis Adsorpsi.....	131
Lampiran 11. Adsorpsi Cr(VI) Limbah Cair Industri Pelapisan Logam.....	132
Lampiran 12. Adsorpsi Cr(VI) Air Sungai Gerdu.....	133

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Kromium (Cr) merupakan logam berat yang terkenal memiliki berbagai aplikasi dalam pelapisan logam (De Beni et al., 2022), penyamakan kulit (Ahmed et al., 2021), penghambatan korosi logam (Slepski et al., 2023; Zehra et al., 2022), produksi pigmen (F. Rahmani & Ebrahimi, 2024; Smailov et al., 2024), dan industri pengawetan kayu (Chauhan, 2025; Vani et al., 2022). Kromium stabil dalam beberapa keadaan valensi, yaitu valensi 3, Cr(III) dan valensi 6, Cr(VI) (Habiba et al., 2017; Bi et al., 2024; Tian et al., 2024). Kromium (III) adalah mikronutrien penting dalam aktivitas biologis insulin, relatif stabil dan memiliki kelarutan yang rendah dalam larutan air (Monga et al., 2022; Yazdi & Yamini, 2017; Varadharajan et al., 2017; Wu et al., 2016). Sebaliknya, Cr(VI) sangat toksik, larut, dan aktif dalam air, diklasifikasikan sebagai potensial karsinogen, mutagen (Xie, 2024; Sheng et al., 2016) dan teratogen dan memiliki toksisitas akut untuk sistem biologis yang berbeda (Buters & Biedermann, 2017; Li et al., 2017; Pinos et al., 2016). Penggunaan kromium di berbagai industri mengakibatkan jumlah Cr di udara, air dan tanah semakin besar (Chen et al., 2015). Menurut *World Health Organization* (WHO) batas maksimum kromium total yang diperbolehkan dalam air minum adalah 50 ppb (Kazemi et al., 2022; WHO, 1996). Sedangkan menurut Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Lingkungan, batas maksimum yang dapat diterima untuk Cr(VI) dalam air minum adalah 0,05 ppm atau 50 ppb.

Beberapa teknik untuk penghilangan Cr(VI) seperti pengendapan, pertukaran ion, membran pemisah, elektrolisis, elektrodialisis, bioremediasi dan adsorpsi telah dilakukan untuk menghilangkan Cr(VI) dalam larutan. Diantara metode tersebut, adsorpsi merupakan metode yang paling sering digunakan untuk penghilangan Cr(VI) karena efisien, desain sederhana, murah dan selektivitas tinggi (Soliemanzadeh & Fekri, 2017; Mystrioti *et al.*, 2016; Fazlzadeh *et al.*, 2016; Zou *et al.*, 2016; Arslan *et al.*, 2022; Rajapaksha *et al.*, 2022). Dengan demikian penggunaan adsorben yang murah dan efektif sangat penting dalam proses adsorpsi (Fazlzadeh *et al.*, 2016; Chakraborty *et al.*, 2022; Rathi & Kumar, 2021).

Dari beberapa literatur, beberapa jenis adsorben alami maupun sintetik seperti dari limbah industri pupuk, granul karbon aktif, alumunium oksida, ekstrak buah, karbon aktif dan adsorben yang murah, karbon aktif dari limbah pertanian, karbon aktif dari limbah biologi dan lain sebagainya telah digunakan (Fazlzadeh *et al.*, 2016). Dalam beberapa tahun terakhir, nanopartikel besi telah menjadi perhatian karena efisiensinya pada penghilangan beberapa jenis kontaminan dalam bentuk larutan.

Material nanopartikel besi mempunyai karakteristik yang unik seperti ukuran partikel yang kecil, area permukaan yang luas sehingga sangat reaktif (Mystrioti *et al.*, 2016; (Figueiredo *et al.*, 2025; Roy *et al.*, 2021), aktivitas katalitik dan optik, elektronik dan antibakteri (Harshiny *et al.*, 2015; Saif *et al.*, 2016; Kokila *et al.*, 2015). Penggunaan nanopartikel besi sangat luas termasuk diantaranya untuk pengolahan air, air limbah, sumur, tanah, sedimen dan aliran gas (Belzile & Chen, 2024; X. Huang *et al.*, 2024). Dalam hal ini, teknologi nanopartikel besi memberikan potensi keuntungan dibandingkan metode konvensional karena sifat fisika-kimia yang unik, non toksik, dan ekonomis (Etemadi *et al.*, 2017; Poguberović *et al.*, 2016; Fazlzadeh *et al.*, 2016; Ravikumar *et al.*, 2016). Keuntungan utama dari teknik ini

adalah relatif sederhana dengan hanya menggunakan dua reagen dan tidak perlu peralatan khusus. Selain itu, karena ukuran nano yang dapat disuntikkan dan diangkut secara efektif ke dalam air tanah dan akuifer terkontaminasi dalam pengolahan *in situ* (Li *et al.*, 2017; Chen *et al.*, 2015). Kontaminan yang dapat diremediasi nanopartikel besi antara lain senyawa azo, pelarut terklorinasi, pestisida terklorinasi, anion anorganik dan logam transisi (Adamu *et al.*, 2024; Chaudhari *et al.*, 2024) polutan organik dan anorganik (Chaudhari *et al.*, 2024; Susaimanickam *et al.*, 2024), logam berat (Li *et al.*, 2017; Sheng *et al.*, 2016) (Gaminda *et al.*, 2024), bromida (Xu *et al.*, 2015), arsen (Poguberović *et al.*, 2016), Cr(VI) (Sheng *et al.*, 2016; Jiao *et al.*, 2015; Chen *et al.*, 2015; Ravikumar *et al.*, 2016), timbal (Kumar *et al.*, 2015), antibiotik (Leili *et al.*, 2017), dan pewarna (Fujioka *et al.*, 2016). Material nanopartikel besi juga digunakan dalam bidang kosmetik, biomedisin, bioremediasi, material klinik dan teknik (Harshiny *et al.*, 2015).

Sintesis nanopartikel secara umum dikelompokkan dalam dua kelompok yaitu pendekatan *top down* dan pendekatan *bottom up*. Pendekatan *top down* adalah memecah partikel berukuran besar menjadi partikel berukuran nanometer. Pendekatan *bottom up* adalah memulai dari atom-atom atau molekul-molekul atau kluster-kluster yang direkayasa membentuk partikel berukuran nanometer yang dikehendaki (Devatha *et al.*, 2016). Sintesis nanopartikel besi dengan pendekatan *top-down* mencakup produksi nanopartikel dengan metode fisik, dekomposisi termal, sintesis sonokimia, dan sputtering vakum. Metode ini memiliki beberapa keterbatasan yaitu tingkat produksi rendah, suhu dan tekanan tinggi atau kebutuhan energi tinggi, sehingga relatif mahal (Wang *et al.*, 2017; Devatha *et al.*, 2016; Mo *et al.*, 2015).

Sebuah aglomerasi cepat nanopartikel karena gaya van der Waals dan kekuatan elektrostatis biasanya terjadi yang pada umumnya menurunkan luas permukaannya. Untuk memberikan lebih banyak

dorongan balik elektrostatik antar partikel, dan untuk mengatasi hambatan agregasi, dapat digunakan surfaktan organik atau agen capping (Y. Wu et al., 2024). Sintesis nanopartikel besi dengan pendekatan *bottom up* mencakup metode produksi tradisional dan metode yang ramah lingkungan. Beberapa metode tradisional sintesis nanopartikel besi antara lain kopresipitasi (Gutierrez et al., 2024), metode hidrotermal (Vivekanandan et al., 2024), dan hidrolisis (Khoshkalam et al., 2024; Mirshafiee & Rezaei, 2024). Pada umumnya, sintesis nanopartikel besi dilakukan dengan mereduksi besi bervalensi tiga/dua ($\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$) dengan reduktor NaBH_4 , etilen glikol, sintesis karbotermal, asam sitrat, dan kitosan (Prasad et al., 2014). Sintesis nanopartikel besi menggunakan NaBH_4 menghasilkan produk samping berupa asam borat yang beracun dan gas H_2 yang mudah meledak/terbakar (Devatha et al., 2016 Saif et al., 2016; Ahamed et al., 2016).

Untuk memperoleh nanopartikel besi yang ramah lingkungan, telah dikembangkan sintesis nanopartikel besi dengan cara mereduksi $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ menggunakan reduktor dari ekstrak tanaman yang mengandung polifenol (Leili et al., 2017; Thatoi et al., 2016; Saif et al., 2016). Penelitian yang menggunakan ekstrak tanaman yang mengandung polifenol untuk sintesis nanopartikel besi antara lain ekstrak teh hijau (Anu & D.Vijay, 2016), ekstrak lemon, ekstrak anggur dan ekstrak sorgum (Hoag et al., 2011), kulit jeruk (Wei et al., 2016), cengkeh, tanaman mint, delima dan anggur merah dengan FeCl_3 (Mystrioti et al., 2015) dan daun nimba dengan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Ravikumar et al., 2016).

Pada penelitian ini, sebagai prekursor digunakan Ferro sulfat heptahidrat/FSH ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) yang disintesis dari *scrap* besi bengkel bubut. Kegiatan praktik mesin bubut menghasilkan limbah berupa serpihan-serpihan (*scrap*). Limbah padat dari bengkel bubut selama ini kebanyakan dimanfaatkan untuk besi daur ulang dengan nilai ekonomi yang sangat rendah. Serbuk besi dari bengkel bubut yang berukuran sangat kecil biasanya tidak dimanfaatkan lagi, dibuang secara langsung

dan hal ini menyebabkan pencemaran lingkungan. Sebenarnya, di dalam limbah masih terdapat kandungan bahan berharga yang apabila didaur ulang dapat memberikan laba ekonomis yaitu dengan prinsip *reuse*, *recycle* dan *recovery*. Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, limbah besi bengkel bubut dapat disintesis menjadi ferro sulfat berkadar 99%. Kadar ferro sulfat tersebut memenuhi syarat mutu yang ditetapkan dalam SNI 06-4888-1998 dan syarat mutu yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia Edisi IV (Sunardi, 2009).

Untuk mereduksi $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ digunakan ekstrak kulit buah naga merah yang merupakan limbah. Menurut Anouar *et al.* (2015), kulit buah naga mengandung senyawa bioaktif seperti polifenol dan flavonoid (Flores-Verastegui *et al.*, 2021; Madane *et al.*, 2019). Senyawa polifenol mampu mereduksi Fe^{2+} menjadi Fe^0 (Leili *et al.*, 2017; Soliemanzadeh & Fekri, 2017; Wei *et al.*, 2016). Jumlah kulit buah naga sekitar 18-33% dari seluruh buah dan merupakan produk limbah merupakan bahan potensial sebagai sumber polifenol (Flores-Verastegui *et al.*, 2021; Madane *et al.*, 2019) untuk sintesis nanopartikel besi yang ramah lingkungan. Kandungan polifenol pada ekstrak kulit buah naga diperkirakan mampu mereduksi Fe^{2+} dari ferro sulfat menjadi nanopartikel besi.

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Berapakah kadar Fe dalam ferro sulfat heptahidrat yang disintesis dari *scrap* besi?
2. Berapakah kadar fenol total dalam ekstrak kulit buah naga merah?
3. Bagaimanakah karakteristik nanopartikel besi yang disintesis dengan cara mereaksikan ferro sulfat dari *scrap* besi dan ekstrak kulit buah naga merah?

4. Bagaimanakah kemampuan adsorpsi nanopartikel besi terhadap Cr(VI) dalam larutan $K_2Cr_2O_7$, Cr(VI) dalam limbah cair industri pelapisan logam dan Cr(VI) dalam air sungai?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui kadar Fe dalam ferro sulfat heptahidrat yang disintesis dari *scrap* besi.
2. Mengetahui kadar fenol total dalam ekstrak kulit buah naga merah.
3. Menentukan karakteristik nanopartikel besi yang disintesis dengan cara mereaksikan ferro sulfat dari *scrap* besi dan ekstrak kulit buah naga merah.
4. Menentukan kemampuan adsorpsi nanopartikel besi terhadap Cr(VI) dalam larutan $K_2Cr_2O_7$, Cr(VI) dalam limbah cair industri pelapisan logam dan Cr(VI) dalam air sungai.

D. Manfaat Penelitian

1. Manfaat Teoritis

Manfaat teoritis yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

- a. Memberikan rujukan ilmiah bahwa ferro sulfat heptahidrat dari *scrap* besi dapat disintesis menjadi nanopartikel besi dengan pereduksi dari ekstrak kulit buah naga merah. Scrap besi bengkel bubut dapat disintesis menjadi kristal ferro sulfat dengan cara mereaksikan scrap besi dan asam sulfat. Kristal ferro sulfat yang dihasilkan dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel besi. Material nanopartikel besi merupakan material yang berukuran nano (10^{-9} m). Untuk merekayasa material yang berukuran nano, larutan ferro sulfat direaksikan dengan ekstrak kulit buah naga merah yang mengandung polifenol. Polifenol dari kulit

buah naga merah mempunyai kemampuan mereduksi ferro sulfat sehingga menjadi nano Zero Valent Iron (nanopartikel besi). Terbentuknya nanopartikel besi ditandai terbentuk larutan yang berwarna hitam kemudian dikeringkan sehingga terbentuk serbuk.

- b. Memberikan penjelasan ilmiah bahwa nanopartikel besi mempunyai kemampuan mengadsorpsi Cr(VI). Material nanopartikel besi yang dibuat dari ferro sulfat dari scrap besi dan ekstrak kulit buah naga merah merupakan material yang memiliki ukuran 20-70 nm. Material ini memiliki potensi yang baik untuk bertindak sebagai pereduksi yang relatif kuat terhadap bahan-bahan pencemar, khususnya kromium/Cr(VI). Material nanopartikel besi mampu mengadsorpsi Cr(VI) dengan cara mereduksi Cr(VI) menjadi Cr(III). Senyawa Cr(III) merupakan senyawa yang tidak beracun seperti Cr(VI). Hasil penelitian menunjukkan bahwa material nanopartikel besi efektif mengadsorpsi Cr(VI). Penggunaan nanopartikel besi memiliki banyak keuntungan diantaranya untuk aplikasinya dalam pengolahan air, termasuk sifat adsorpsi, presipitasi dan oksidasi yang sangat baik dengan biaya rendah.

2. Manfaat Terapan

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

- a. Memberi masukan kepada dunia penelitian terutama bagi penelitian bidang lingkungan dengan pengkhususan penelitian adsorpsi.
- b. Memberi masukan pada pemerintah daerah khususnya PDAM dalam melaksanakan pengembangan pengolahan dan pemanfaatan air sungai menjadi air bersih.
- c. Pemanfaatan nanoteknologi untuk pengolahan air sungai ini agar kualitas meningkat sehingga dapat meningkatkan kualitas hidup.

E. Ruang Lingkup Penelitian

Penelitian ini berfokus pada sintesis hijau (*green synthesis*) nanopartikel besi berbasis ferro sulfat heptahidrat (FSH) yang diperoleh dari scrap besi bengkel bubuk dengan menggunakan ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) sebagai agen pereduksi dan penstabil. Ruang lingkup penelitian ini mencakup aspek-aspek berikut:

1. Karakterisasi Bahan Baku

- a. Identifikasi dan karakterisasi awal scrap besi dari bengkel bubuk sebagai sumber FSH.
- b. Analisis komposisi kimia kulit buah naga merah untuk mengidentifikasi kandungan fitokimia yang berperan dalam reduksi ion besi dan stabilisasi nanopartikel.

2. Sintesis Nanopartikel Besi

- a. Optimasi metode sintesis hijau dengan variasi konsentrasi ekstrak kulit buah naga merah dan parameter reaksi lainnya.
- b. Analisis parameter sintesis seperti pH, temperatur, dan waktu reaksi untuk mendapatkan nanopartikel besi dengan morfologi dan ukuran optimal.

3. Karakterisasi Nanopartikel

- a. Uji morfologi dan struktur nanopartikel menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).
- b. Identifikasi gugus fungsi yang berperan dalam stabilisasi nanopartikel menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).
- c. Analisis kristalinitas menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).

4. Uji Adsorpsi Nanopartikel terhadap Logam Kromium (VI)

- a. Studi kinetika dan isoterm adsorpsi terhadap ion kromium (VI) dalam limbah cair industri pelapisan logam.

- b. Pengaruh variasi pH, waktu kontak, konsentrasi awal kromium, dan dosis adsorben terhadap efisiensi adsorpsi.
- c. Model kinetika dan isoterm adsorpsi yang sesuai dengan hasil eksperimen.

5. Evaluasi Kinerja dan Aplikasi

- a. Uji efektivitas nanopartikel besi dalam menurunkan kadar kromium (VI) hingga memenuhi baku mutu lingkungan.
- b. Studi regenerasi dan reusabilitas nanopartikel besi dalam proses adsorpsi.
- c. Evaluasi potensi aplikasi dalam skala yang lebih besar untuk pengolahan limbah industri.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Green Sintesis

Green sintesis berasal dari kata *green* dan sintesis. Menurut Kamus Besar Bahasa Indonesia, sintesis adalah reaksi kimia antara dua atau lebih zat membentuk satu zat/material baru (Departemen Pendidikan Nasional, 2005). Sedangkan *green* adalah kata yang berasal dari bahasa Inggris yang berarti hijau atau ramah lingkungan. Jadi *green* sintesis adalah sintesis atau pembuatan suatu zat/material baru yang ramah lingkungan (López-Lorente et al., 2022; Martínez et al., 2022; Zuin et al., 2021).

Menurut asal usul kata, *green* sintesis berasal dari *Green Chemistry*, yaitu desain produk kimia dan proses yang mengurangi atau menghilangkan penggunaan atau generasi zat berbahaya. *Green Chemistry* berlaku di seluruh siklus hidup produk kimia, termasuk desain, manufaktur, penggunaan, dan pembuangan akhir. *Green Chemistry* juga dikenal sebagai kimia yang berkelanjutan (Utomo, 2010; López-Lorente et al., 2022; Martínez et al., 2022).

Green chemistry adalah suatu falsafah atau konsep yang mendorong desain dari sebuah produk ataupun proses yang mengurangi ataupun mengeliminir penggunaan dan produksi zat-zat (substansi) toksik dan atau berbahaya. Konsep *green chemistry* berkaitan dengan kimia organik, kimia anorganik, biokimia, dan kimia analitik. Konsep ini cenderung mengarah ke aplikasi pada sektor industri (Sheldon et al., 2017; Varma, 2014; Sheldon, 2014). Teknologi *green chemistry* memberikan sejumlah manfaat, antara lain mengurangi limbah,

mengurangi biaya perawatan pipa yang mahal, produk yang lebih aman, mengurangi penggunaan energi dan sumber daya alam tak terbarukan, dan meningkatkan daya saing pabrik kimia terhadap pelanggan mereka (Shet *et al.*, 2016; López-Lorente *et al.*, 2022; Martínez *et al.*, 2022).

Beberapa prinsip *green chemistry* yang penting adalah:

1. Mencegah produksi limbah

Prinsip ini terkait dengan kemampuan kimiawan untuk merancang ulang transformasi kimia untuk meminimalkan produksi limbah berbahaya yang sangat penting dalam pencegahan polusi. Dengan mencegah munculnya banyak sampah, maka meminimalkan bahaya yang berhubungan dengan limbah, transportasi, penyimpanan, dan perawatan.

2. Memaksimalkan ekonomi atom

“Ekonomi atom” adalah sebuah konsep yang dikembangkan oleh Barry Trost dari Stanford University untuk mengevaluasi efisiensi transformasi kimia. Mirip dengan perhitungan hasil, ekonomi atom merupakan rasio dari total massa atom dalam produk yang diinginkan dengan massa total atom pada reaktan. Ekonomi atom memilih transformasi yang menggabungkan sebagian besar bahan awal ke dalam produk lebih efisien dan meminimalkan limbah.

3. Desain sintesis dan produk kimia yang aman

Metode sintesis seharusnya didesain untuk menggunakan dan menghasilkan zat yang memiliki kadar sekecil mungkin atau bahkan tidak beracun terhadap kesehatan manusia dan lingkungan. Semaksimal mungkin diupayakan pula untuk tidak menggunakan zat tambahan (misalnya, pelarut dan agen pemisah). Penggunaan pelarut biasanya mengarah ke produksi limbah. Oleh karena itu, penurunan volume pelarut atau bahkan penghapusan pelarut secara

menyeluruh akan lebih baik. Pada kasus ketika pelarut diperlukan, hendaknya perlu diperhatikan penggunaan pelarut yang aman.

4. Meningkatkan efisiensi energi

Kebutuhan energi dalam proses kimia harus diakui berdampak pada lingkungan dan ekonomi, sehingga perlu ada upaya efisiensi energi. Jika memungkinkan, metode sintesis dan pemurnian harus dirancang untuk suhu dan tekanan ruang sehingga biaya energi yang berkaitan dengan suhu dan tekanan yang ekstrem dapat ditekan.

5. Menggunakan bahan baku terbarukan

Bila memungkinkan, transformasi kimia harus dirancang untuk memanfaatkan bahan baku yang terbarukan. Contoh bahan baku terbarukan termasuk produk pertanian atau limbah dari proses lainnya. Contoh bahan baku tak terbarukan termasuk bahan baku yang ditambang atau dihasilkan dari bahan bakar fosil (minyak bumi, gas alam, dan batubara).

6. Menghindari penggunaan bahan kimia derivatif

Derivatisasi yang tidak perlu (penggunaan kelompok “*blocking*”, proteksi/deproteksi, modifikasi sementara proses fisika/kimia) harus dikurangi atau dihindari, karena langkah-langkah seperti ini membutuhkan reagen tambahan dan dapat menghasilkan limbah. Transformasi sintesis yang lebih selektif akan menghilangkan atau mengurangi kebutuhan untuk proteksi gugus fungsi. Selain itu, urutan sintesis alternatif dapat menghilangkan kebutuhan untuk mengubah gugus fungsi dengan adanya gugus fungsi lain yang lebih sensitif.

7. Minimalikan potensi kecelakaan

Salah satu cara untuk meminimalkan potensi kecelakaan kimia adalah memilih pereaksi dan pelarut yang memperkecil potensi

ledakan, kebakaran, dan kecelakaan yang tak disengaja. Risiko yang terkait dengan jenis kecelakaan ini kadang-kadang dapat dikurangi dengan mengubah bentuk (padat, cair, atau gas) atau komposisi dari reagen.

Dewasa ini sudah banyak sekali penelitian yang mengarah/berbasis pada aspek sustainabilitas. Sebagai contoh, usaha untuk menemukan energi terbarukan, antara lain energi surya, energi bahan bakar yang berbasis hidrogen, dan biogas, termasuk proses penyimpanannya pada jangka panjang. Penggunaan pelarut yang ramah lingkungan, katalis yang ramah lingkungan, termasuk di dalamnya biokatalis yang bisa dipakai ulang, mekanisme sintesis yang dirancang ramah lingkungan, begitu pula upaya memaksimalkan atau memanfaatkan kembali limbah sebagai bahan baku bermanfaat di masa depan adalah usaha-usaha para ilmuwan untuk terwujudnya bumi yang hijau (López-Lorente et al., 2022; Martínez et al., 2022; Zuin et al., 2021).

B. Nanopartikel

Nanoteknologi adalah ilmu dan rekayasa material, struktur fungsional maupun piranti dalam skala 1-100 nanometer (Yuvakkumar *et al.*, 2011). Hasil akhir riset bidang nanomaterial adalah mengubah teknologi yang ada sekarang yang pada umumnya berbasis material skala mikrometer menjadi teknologi berbasis pada material skala nanometer.

Orang berkeyakinan bahwa material berukuran nanometer memiliki sifat fisika dan kimia yang lebih unggul dari material ukuran besar (100 nm – 2500 nm). Hal ini disebabkan nanopartikel mempunyai luas permukaan yang lebih besar. Sifat tersebut dapat diubah melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan, dan pengontrolan interaksi antar partikel (Saleh & Hassan, 2023).

Saat ini telah dilakukan berbagai sintesis nanopartikel antara lain nanopartikel besi bervalensi nol (Hoag *et al.*, 2009; Yuvakkumar *et al.*, 2011), nanopartikel perak (Philip, 2010), dan nanopartikel emas (Gan & Li, 2012). Pada umumnya nanopartikel besi digunakan untuk remediasi air tanah (Lefevre *et al.*, 2015; Mukherjee *et al.*, 2016), nanopartikel perak biasanya digunakan sebagai antibakteri (Logeswari *et al.*, 2013; Yadap *et al.*, 2016) dan nanopartikel emas biasanya digunakan untuk pengobatan kanker (Gan & Li, 2012; Kalyan Kamal *et al.*, 2014).

C. Sintesis, Karakterisasi, Aplikasi dan Implikasi Nanopartikel Besi

Nano Zero Valent Iron (nanopartikel besi) atau nanopartikel besi bervalensi nol adalah nanopartikel berwarna hitam yang terdiri atas pusat Fe(0) dan pada bagian luarnya terbentuk sedikit lapisan Fe(II) dan Fe(III) akibat oksidasi Fe(0) oleh udara (Sun *et al.*, 2015). Biasanya, nanopartikel besi memiliki bentuk radial dengan diameter berkisar antara 60 nm - 70 nm dan memiliki luas permukaan sebesar 12.000m² / kg hingga 17.000 m²/kg (Li *et al.*, 2016).

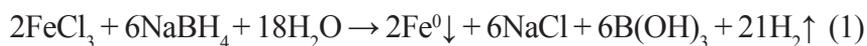
1. Sintesis

Terdapat dua metode untuk memperoleh nanopartikel besi yaitu metode *top down* dan metode *bottom up*. Pada metode *top down*, nanopartikel besi diperoleh secara mekanis dengan memecah partikel (*grinding*) besi dengan ukuran lebih besar menjadi partikel besi berskala nano menggunakan *planetary ball mill* (Liu & Zhang, 2015). Metode ini tidak menghasilkan produk samping yang berbahaya bagi lingkungan, namun proses *grinding* tidak efisien karena membutuhkan energi listrik dalam waktu yang cukup lama. Dengan kata lain produksi nanopartikel besi melalui metode ini membutuhkan biaya produksi yang tinggi. Pada sintesis nanopartikel besi dengan metode *bottom up*, nanopartikel besi biasanya diperoleh melalui jalur *wet chemistry* yaitu dengan

mereduksi besi bervalensi dua, Fe(II) atau besi bervalensi tiga, Fe(III) dengan reduktor NaBH₄ (Yuvakkumar *et al.*, 2011).

Pada sintesis yang dilakukan oleh Yuvakkumar *et al.* (2011), nanopartikel besi disintesis menggunakan 0,5406 g FeCl₃·7H₂O dan 0,3783 g NaBH₄ yang telah ditimbang dilarutkan dalam campuran 24 ml etanol dan 6 ml air deionisasi, larutan ini kemudian diaduk hingga FeCl₃ larut sempurna. Pada wadah lain, NaBH₄ dilarutkan dalam 100 ml air deionisasi. Berikutnya, NaBH₄ dimasukkan ke dalam buret dan dititrasi tetes demi tetes (1 tetes dalam 2 detik) ke dalam larutan FeCl₃ sambil diaduk terus-menerus. Pada tetes pertama terbentuk padatan hitam yang merupakan partikel nanopartikel besi, selanjutnya NaBH₄ ditambahkan secara berlebih untuk memperbesar laju reaksi. Campuran didiamkan selama 10 menit, setelah 10 menit partikel nanopartikel besi dipisahkan dari larutan melalui proses *vacuum filtration* menggunakan dua lembar kertas Whatman. Setelah disaring, partikel nanopartikel besi dicuci tiga kali menggunakan 25 ml etanol teknis lalu nanopartikel besi dikeringkan pada suhu 323°K selama semalam. Hasil nanopartikel besi yang telah kering disimpan dalam wadah yang di dalamnya diberi lapisan tipis etanol.

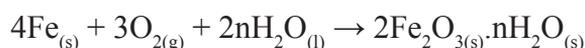
Reaksi pembentukan Fe⁰ dari senyawa FeCl₃·6H₂O dengan reduktor NaBH₄ sebagai berikut :



Walaupun metode sintesis yang dilakukan oleh Abdelfatah *et al.* (2021) berhasil menghasilkan nanopartikel besi, namun metode ini memiliki beberapa kekurangan yaitu NaBH₄ yang digunakan untuk mereduksi Fe(II) atau Fe(III) pada sintesis adalah senyawa yang berbahaya karena bersifat toksik, korosif, dan mudah terbakar. Di samping itu NaBH₄ memiliki harga yang mahal sehingga metode ini tidak ekonomis. Kekurangan lain dari sintesis nanopartikel besi

menggunakan NaBH_4 dihasilkannya produk samping berupa gas H_2 yang bersifat eksplosif dan B(OH)_3 yang beracun (Ahamed *et al.*, 2016; Devatha *et al.*, 2016; Saif *et al.*, 2016).

Sintesis nanopartikel besi dengan metode yang lebih ramah lingkungan dengan menggunakan polifenol sebagai pengganti NaBH_4 dalam proses sintesis. Pada sintesis yang dilakukan Hoag *et al.* (2011), polifenol mereduksi garam Fe(II) atau Fe(III) sehingga didapat Fe(0). Polifenol pada sintesis yang dilakukan Hoag *et al.* berasal dari ekstrak teh hijau. Ekstrak teh hijau diperoleh dengan cara memanaskan 20 g teh hijau dalam 1 L air yang telah melalui proses deionisasi pada suhu 80°C . Selanjutnya campuran difiltrasi secara vakum sehingga didapat ekstrak teh hijau yang mengandung polifenol. Tahap berikutnya dari sintesis yang dilakukan Hoag *et al.* (2009) adalah meneteskan larutan FeCl_3 ke dalam ekstrak teh hijau dengan perbandingan volume antara FeCl_3 dan ekstrak teh hijau sebesar 2:1. Larutan FeCl_3 dibuat dengan cara melarutkan 16,2 g FeCl_3 ke dalam 1 L air deionisasi. Dari sintesis ini dihasilkan 66 mM nanopartikel besi (Genuino *et al.*, 2013; Hoag *et al.*, 2009). Selain lebih ramah lingkungan metode sintesis Hoag *et al.* (2009) lebih murah dan efisien dibanding sintesis menggunakan NaBH_4 karena harga teh hijau lebih murah dibanding harga NaBH_4 . Kelebihan lain dari metode sintesis Hoag *et al.* adalah nanopartikel besi yang dihasilkan lebih terlindung dari korosi karena nanopartikel besi yang dihasilkan tidak melalui tahap pencucian serta polifenol berperan *capping agent* sehingga nanopartikel besi terlindung dari korosi selama proses pengeringan dan selama penyimpanan. Reaksinya adalah sebagai berikut:



2. Karakterisasi

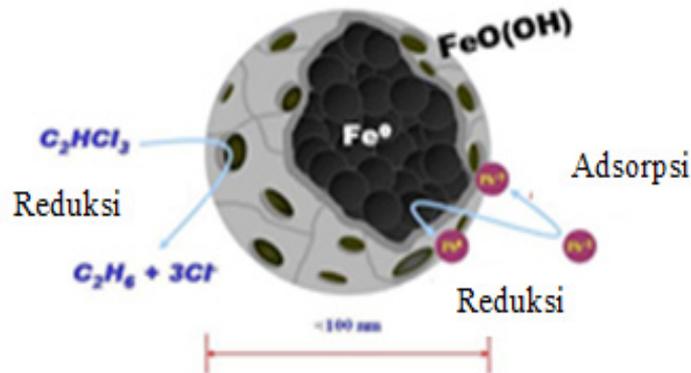
Riset nanomaterial, khususnya bidang eksperimen, tidak bisa lepas dari kegiatan karakterisasi atau pengukuran. Dengan karakterisasi kita bisa yakin bahwa material yang disintesis sudah memenuhi kriteria nanostruktur, yaitu salah satu dimensinya berukuran nanometer. Menurut kesepakatan umum sampai saat ini, dimensi nanometer adalah ukuran yang kurang dari 100 nm (Saleh & Hassan, 2023). Karakterisasi juga memberikan informasi tentang sifat-sifat fisis maupun kimiawi nanomaterial tersebut. Ini sangat penting karena ketika dimensi material menuju nilai beberapa nanometer (kurang dari 10 nm), banyak sifat fisis maupun kimiawi yang bergantung pada ukuran. Ini menghasilkan sejumlah kekayaan sifat dan peluang memanipulasi atau menggenerasi sifat-sifat baru yang tidak dijumpai pada material ukuran besar (*bulk*) (Leili *et al.*, 2017; Wang *et al.*, 2014).

Untuk mengetahui sifat-sifat nanopartikel besi hasil sintesis perlu dilakukan karakterisasi. Beberapa alat/metode untuk karakterisasi nanopartikel besi dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning electron microscopy* (SEM), *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS), *Fourier Transform-Infra Red Spectrophotometer* (FT-IR), dan *BET surface area*. XRD digunakan untuk mengetahui komposisi dari nanopartikel. SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dari nanopartikel besi. EDS digunakan untuk mengetahui komposisi kimia dari nanopartikel besi. FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada polifenol. Untuk mengetahui luas permukaan dari nanopartikel digunakan metode BET (Yadap *et al.*, 2016; Saleh & Hassan, 2023).

3. Aplikasi dan Implikasi

Nanopartikel besi bervalensi nol atau nanopartikel besi umumnya diaplikasikan dalam meremediasi air tanah (O'Carroll *et al.*, 2013) dan tanah (Fajardo *et al.*, 2015) yang tercemar berbagai jenis kontaminan (Lefevre *et al.*, 2015; Virkutyte & Varma, 2014; Saccà *et al.*, 2014; Shu *et al.*, 2010). Hal ini berdasarkan penelitian di laboratorium yang membuktikan bahwa nanopartikel besi dapat meremediasi air dari polutan anorganik seperti perklorat (Xu *et al.*, 2015), kromat (Hu *et al.*, 2016; Mystrioti *et al.*, 2015), nitrat (Guo *et al.*, 2015; Hwang *et al.*, 2011; Wang *et al.*, 2014), arsenik (Li *et al.*, 2016; Markova *et al.*, 2014; Prasad *et al.*, 2014; Tandon *et al.*, 2013), selenium (Adio *et al.*, 2017; Ling *et al.*, 2015) dan uranium (Rajoria *et al.*, 2022).

Prinsip remediasi ion logam menggunakan nanopartikel besi adalah proses *chemosorption* (Makarov *et al.*, 2014; Rashmi *et al.*, 2013). Pada proses ini, ion logam yang bermuatan positif akan teradsorpsi pada permukaan nanopartikel besi yang memiliki kecenderungan untuk melepas elektron. Setelah terjadi adsorpsi, ion logam yang semula larut dalam air, akan direduksi oleh nanopartikel besi menjadi suatu spesi yang mengendap, sedangkan nanopartikel besi akan teroksidasi menjadi FeOOH yang juga mengendap (Liu *et al.*, 2015; Xu *et al.*, 2015).



Gambar 1. Adsorpsi pada nanopartikel besi

Selain kontaminan anorganik, nanopartikel besi juga terbukti dapat meremediasi air dari senyawa organik seperti diklorodifeniltrikloroetana (Chen *et al.*, 2014), trikloroetilena (Genuino *et al.*, 2013), dan karbon tetraklorida (Fu *et al.*, 2014). Dalam meremediasi kontaminan organik berupa hidrokarbon terklorinasi, nanopartikel besi berperan sebagai donor elektron dan hidrokarbon terklorinasi berperan sebagai akseptor elektron. Kontaminan hidrokarbon terklorinasi akan menerima elektron dari nanopartikel besi sehingga kontaminan mengalami deklorinasi reduktif.

Persamaan remediasi kontaminan organik dengan nanopartikel besi adalah:



(Mukherjee *et al.*, 2016; Qiu & Fang, 2010).

Nanopartikel nanopartikel besi telah menjadi pilihan yang semakin populer untuk penanganan limbah berbahaya dan beracun, dan untuk remediasi situs yang terkontaminasi (Shu *et al.*, 2010; El-Temsah *et al.*, 2013; Tosco *et al.*, 2014; Bruton *et al.*, 2015; Lacina *et al.*, 2015; El-Temsah *et al.*, 2016). Di Amerika Serikat, lebih dari 20 proyek telah selesai sejak tahun 2001. Hal serupa juga sudah direncanakan atau sedang dilaksnakan di Amerika Utara, Eropa, dan Asia (Xiao-qin *et al.*, 2006; Mueller *et al.*, 2012). Strategi ini terbukti bermanfaat, namun hal yang harus dipertimbangkan adalah risiko lingkungan terkait karena data ekotoksikologi dan dampaknya terhadap lingkungan akuatik dan kesehatan manusia masih menjadi isu utama (Varma, 2012; Dale *et al.*, 2015). Bersamaan dengan itu, di beberapa negara yang telah mengembangkan teknologi ini telah mulai menelaah dampak lingkungan teknologi nanopartikel besi (Chen *et al.*, 2011; Cullen *et al.*, 2011; El-Temsah & Joner, 2012; Yang *et al.*, 2013; Lefevre *et al.*, 2015; Chaithawiwat *et al.*, 2016; Kumar *et al.*, 2017; Bhuvaneshwari *et al.*, 2017; Kathiresan & Ramakrishnan, 2022).

Meskipun aplikasi lingkungan yang luar biasa dari nanopartikel besi, nanopartikel besi juga menghadirkan risiko ketika lingkungan bersentuhan langsung dengan nanopartikel ini. Pengelolaan limbah yang tidak tepat dari industri, kebocoran, dan remediasi polusi yang paling penting dapat menyebabkan kerusakan - khususnya pada perbaikan air tanah dan tanah dimana nanopartikel dapat berpindah dari satu media ke medium lainnya. Di antara berbagai spesies nanopartikel besi, nano zero-valent iron (nanopartikel besi) dianggap sangat reaktif. Setelah nanopartikel besi digunakan sebagai penghalang reaktif permeabel untuk perlakuan *in situ* air tanah, nanopartikel besi mengalami transformasi dengan kontaminan serta lingkungan yang terpapar. Adanya nanopartikel besi di lingkungan menyebabkan banyak dampak toksik pada mikroorganisme dan fauna tanah, secara langsung dan tidak

langsung yang signifikan terhadap lingkungan. Dampak toksikologi yang cukup besar dari nanopartikel besi pada mikroorganisme tanah dan perubahan biomassa mikroba dapat disebabkan oleh tekanan nanopartikel besi yang diinduksikan (Saccà *et al.*, 2014; Vittori *et al.*, 2013) Fe₃O₄, SnO₂. Vittori *et al.* (2013) Fe₃O₄, SnO₂ mengevaluasi dampak nanopartikel yang direkayasa pada massa mikroba tanah dan mengamati perubahannya. Selain itu, tanggapan stres transkripsi dan proteomik terhadap bakteri tanah *Bacillus cereus* oleh nanopartikel besi diamati oleh Fajardo *et al.* (2015).

L. Li *et al.*, 2022 melaporkan hubungan antara keadaan oksidasi nanopartikel besi dan sitotoksitas. Untuk tujuan ini, L. Li *et al.* membandingkan dampak sitotoksik nanopartikel besi dan nanopartikel oksida besi (magnetit dan maghemite) terhadap bakteri gram negatif *E. coli*. Toksisitas nanopartikel besi ditemukan lebih tinggi dari nanopartikel oksida besi lainnya. Diperkirakan bahwa toksisitas berkaitan dengan oksidasi nanopartikel besi yang menghasilkan tekanan oksidatif dari spesies oksigen reaktif (*reactive oxygen species* = ROS). ROS mencakup radikal superoksida yang sangat tidak stabil, radikal hidroksil dan hidrogen peroksida bebas yang mudah larut dan relatif panjang, yang menyerap pada membran sel dan mengganggu fungsi sel. Pada penelitian lain yang dilakukan Lee *et al.* (2008) menemukan bahwa nanopartikel besi menunjukkan aktivitas bakterisida yang kuat dalam kondisi anaerob dengan korelasi linier antara inaktivasi log *E. coli* dan nanopartikel besi. Toksisitas nanopartikel besi di bawah kondisi jenuh oksigen secara signifikan lebih rendah daripada kondisi hampa oksigen, diperkirakan terkait dengan oksidasi dan membentuk lapisan oksida besi. Fenomena ini dikonfirmasi oleh studi Li *et al.* (2010) yang menunjukkan bahwa oksidasi lengkap nanopartikel besi dalam kondisi aerobik hampir menghilangkan efek bakterisidal. Selain itu, Fe (II) ditemukan lebih beracun dalam

kondisi hampa oksigen. Hal ini menunjukkan bahwa pelepasan Fe (II) dari nanopartikel besi berkontribusi terhadap toksisitas. Demikian juga, nanopartikel besi memicu gangguan fisik membran seluler yang substansial, yang menyebabkan inaktivasi sel dengan menembus membran sel dan menyebabkan kerusakan fisik atau dengan meningkatkan efek biosida Fe (II).

Perubahan waktu dan permukaan berpengaruh terhadap perilaku toksisitas nanopartikel besi. Phenrat *et al.* (2009) menyatakan adanya korelasi sifat kimia dan permukaan nanopartikel besi dengan toksisitas. Dalam penelitian ini, Phenrat *et al.* menggunakan nanopartikel besi yang masih baru (11 bulan), magnetit, dan poliaspartat modifikasi permukaan nanopartikel besi ke sel mamalia. Ditemukan bahwa sifat partikel seperti aktivitas redoks, laju sedimentasi, dan aglomerasi, menghasilkan perubahan morfologis pada sel neuron dan mikroglia tikus pengerat sel mamalia. Namun, nanopartikel besi yang dimodifikasi permukaannya menunjukkan toksisitas yang berkurang karena mengurangi sedimentasi partikel yang pada akhirnya membatasi paparan partikel ke sel. Nanopartikel besi yang baru menunjukkan dampak yang luar biasa sementara nanopartikel besi yang lama menunjukkan perubahan morfologi yang tidak signifikan pada tingkat ATP mitokondria dan penurunan pada sel neuron (Phenrat *et al.*, 2009). Chen *et al.* (2013) mengevaluasi efek toksik dari tiga larutan berbeda yang mengandung karboksimetil selulosa nanopartikel besi (CMC-nanopartikel besi), $n\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan larutan ion besi Fe(II) dengan memperlihatkan perubahan embrio ikan medaka. Larutan CMC-nanopartikel besi ternyata lebih beracun bagi embrio dibandingkan dengan larutan Fe(II) dan $n\text{Fe}_3\text{O}_4$. Larutan CMC-nanopartikel besi terdiri dari berbagai bentuk besi yang teroksidasi, yang dihasilkan dari nanopartikel besi yang menyebabkan hipoksia, peningkatan toksisitas dan tegangan oksidatif ROS pada embrio ikan medaka. Sifat fisikokimia nanopartikel besi berubah dalam

media berair, seperti reaktivitas kimia, agregasi partikel, dan lain-lain, yang selanjutnya mempengaruhi ketersediaan hayati atau pengambilan nanopartikel dan memodifikasi perilaku toksisitas nanopartikel besi pada ikan.

Beberapa literatur menunjukkan bahwa nanopartikel stabil atau agen capping tidak membantu mengurangi toksisitas oksida besi. Dalam studi Baumann *et al.* (2014) memfungsikan nanopartikel besi (IONP) dengan empat larutan berbeda: askorbat (ASC IONP), sitrat (CIT-IONP), dekstran (DEX-IONP), dan polivinilpirolidon (PVP IONP) serta mengevaluasi toksisitas akutnya terhadap neonatus kutu air *Daphnia magna*. Efek immobilisasi tertinggi tercatat untuk ASC-IONP dan DEX-IONP. Pada neonatus, ASC-IONP dan DEX-IONP diaglomerasi dan diadsorpsi ke tempurung dan alat penyaring, menyebabkan imobilisasi tinggi. Imobilisasi yang lebih rendah ditemukan pada CIT-IONP. Selanjutnya, ekdisis yang tidak lengkap terjadi pada konsentrasi tinggi ASC-IOPN, DEX-IOPN, dan CIT-IONP. PVP-IONP tidak menimbulkan efek negatif, meskipun jumlah yang tinggi terlihat tertelan oleh daphnia. PVT IONP menunjukkan stabilitas koloid tertinggi tanpa aglomerasi, adsorpsi, atau pembubaran. Diperkirakan bahwa diameter hidrodinamik atau jenis gaya stabilisasi tidak menyebabkan toksisitas pada daphnida, namun faktor seperti stabilitas koloid dan pelepasan ion dari material, menghasilkan ROS dalam daphnia.

Alga hijau adalah indikator ekologi dan mewakili kesehatan ekosistem perairan. Toksisitas nanopartikel oksida besi superparamagnet (*superparamagnetic iron oxide nanoparticles* = SPION) telah diteliti terhadap ganggang hijau *Chlorella vulgaris*. Sel *Chlorella vulgaris* diuji dengan tiga suspensi nanopartikel oksida besi dengan konsentrasi kimia yang berbeda. SPION menimbulkan toksisitas yang besar, mengganggu aktivitas fotokimia sel alga

dengan menginduksi stres oksidatif, dan menghambat pembelahan sel (Saxena et al., 2021).

Efek mematikan nanopartikel besi terhadap organisme air telah diteliti oleh peneliti yang berbeda. Li *et al.* (2009) menyelidiki efek nanopartikel besi pada aktivitas enzimatis antioksidan dan peroksidasi lipid di Medaka (*Oryzias latipes*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa nanopartikel besi menyebabkan gangguan pada sistem pertahanan oksidatif untuk embrio dan dewasa, serta kerusakan oksidatif pada embrio dengan beberapa efek yang diamati pada konsentrasi serendah 0,5 mg/L. Ikan dewasa juga menunjukkan gangguan keseimbangan antioksidan meski mereka bisa pulih setelahnya. Selanjutnya, perubahan histopatologis dan perubahan morfologi diamati pada insang dan usus ikan dewasa. Remya *et al.* (2015) mengevaluasi efek toksisitas kronis dari nanopartikel besi oksida (Fe_2O_3) dengan konsentrasi 500 mg/L terhadap aktivitas Na^+/K^+ ATPase, haematologis, ionoregulasi dan insang tertentu dari ikan mas, *Labeo rohita* di India. Dibandingkan dengan kelompok kontrol, peningkatan kadar hemoglobin (Hb) yang signifikan, jumlah sel darah merah (*Red Blood Cell* = RBC) dan kadar hematokrit (Ht) diperhatikan. Nanopartikel Fe_2O_3 juga menyebabkan beberapa variasi pada ionoregulasi yang menghasilkan hiponatremia (Na^+), hipokloremia (Cl^-) dan hipokalemia (K^+). Tren biphas pada aktivitas insang Na^+/K^+ ATPase juga diamati. Taze *et al.* (2016) mengamati respons oksidatif kerang *Mytilus galloprovincialis* setelah terpapar nanopartikel oksida besi dan oksida besi yang dimasukkan ke dalam zeolit selama 1, 3, dan 7 hari. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kedua efektif menginduksi perubahan pada fisiologi hewan dengan menyebabkan stres oksidatif pada haemosit kerang yang terpapar dibandingkan dengan hewan kontrol. Efek toksisitas diamati oleh peningkatan yang signifikan pada produksi spesies oksigen reaktif

(ROS), peroksidasi lemak, karbonilasi protein, konjugat ubiquitin, dan kerusakan DNA.

Blinova *et al.* (2017) mengevaluasi toksisitas nanopartikel oksida dan besi curah pada *D. magna*. Tidak ada perbedaan yang signifikan yang diamati pada efek biologis dari kedua nanopartikel berukuran magnetit. Meskipun, nanopartikel oksida besi menginduksi toksisitas sangat rendah ($EC_{50} < 100$ ppm) sampai *D. magna* dan gulma bebek, *Lemna minor* dalam uji akut standar. Telah diamati bahwa pada konsentrasi magnetit subtoksik akut (10 dan 100 ppm), jumlah neonatus yang menetas dari *D. magna ephippia* menurun.

Selain itu, dampak lingkungan sekunder dari nanopartikel besi telah diteliti dalam organisme tanah. Beberapa penelitian mengungkapkan bahwa nanopartikel besi termasuk nanopartikel besi dan nanopartikel magnetik memiliki efek positif pada komunitas mikroba tanah dan memfasilitasi siklus karbon dan nitrogen di dalam tanah. Besi oksida nanopartikel magnetik (*Iron Oxide Magnetic Nano Particles* = IOMNPs) berpotensi merangsang beberapa pertumbuhan bakteri dan mengubah struktur komunitas bakteri tanah, walaupun kelimpahan bakteri tidak berubah. Sementara itu, aktivitas urease dan invertase tanah meningkat secara signifikan berdasarkan amandemen IOMNP, yang dapat menjadi konsekuensi dari perubahan pada komunitas bakteri (He *et al.*, 2011). El-Temsah & Joner (2012) mengevaluasi efek ekotoksikologis nanopartikel besi yang dilapisi dengan karboksimetil selulosa pada dua spesies cacing tanah, *Eisenia fetida* dan *Lumbricus rubellus*. Cacing tanah terkena konsentrasi nanopartikel besi yang berbeda mulai dari 0 sampai 2000 mg nanopartikel besi/kg/tanah. Perubahan fisik seperti perubahan berat badan dan mortalitas diamati untuk kedua spesies cacing tanah pada konsentrasi 500 mg/Kg tanah. Reproduksi juga terpengaruh pada

100 mg nanopartikel besi/Kg. Namun efek toksisitas nanopartikel besi pada tanah yang telah lama, berkurang secara signifikan dibandingkan dengan tanah yang baru (El-Temsah & Joner, 2012).

Fajardo *et al.* (2015) mempelajari dampak toksisitas nanopartikel besi sisa pada tanah yang terkontaminasi logam. Sifat tanah tercemar logam berat (Pb, Zn) dievaluasi setelah percobaan pelindian. Tidak ada dampak negatif pada sifat fisiko-kimia yang diamati setelah paparan nanopartikel besi yang lama. Ditemukan bahwa lamanya paparan nanopartikel besi memiliki efek negatif pada sifat tanah dan perlakuan nanopartikel meningkatkan ketersediaan Fe ke tanah. Selain itu, dampak racun umur nanopartikel besi terkait dengan kontaminan logam tanah. Namun, tanah Pb-nanopartikel besi menunjukkan perubahan keanekaragaman hayati, meningkatkan stres oksidatif dan toksisitas Pb. Peningkatan aktivitas biologis dan penurunan toksisitas Zn diamati di tanah Zn-nanopartikel besi. Canivet *et al.* (2015) melaporkan bahwa nanopartikel besi tidak memiliki dampak sitotoksitas yang signifikan pada bryophita (*Physcomitrella patens*). Hasil serupa diamati pada penelitian lain bahwa nanopartikel besi tidak menunjukkan dampak yang merugikan pada perkecambahan biji pada konsentrasi nanopartikel besi rendah (0-5000 mg/L) (El-Temsah & Joner, 2012). Stres oksidatif pada tanaman dan sel hewan telah dipelajari oleh banyak peneliti. Studi menunjukkan bahwa banyak faktor yang mempengaruhi perilaku nanopartikel besi saat dilepaskan ke lingkungan. Meskipun survei literatur mengungkapkan bahwa kehadiran nanopartikel besi di tanah menunjukkan kurang sitotoksitas pada tanaman dan dapat berdampak positif pada perkecambahan tanaman, skenario ini tidak berlaku untuk semua kondisi lingkungan karena variasi jenis tanah, konsentrasi nanopartikel besi yang digunakan, dan komposisi kimia nanopartikel (Canivet *et al.*, 2015; El-Temsah & Joner, 2012).

Untuk mengatasi masalah toksikologi, penelitian telah dikembangkan pada produksi nanopartikel yang ramah lingkungan. Penelitian-penelitian tersebut telah mengungkap bahwa nanopartikel biosintesis kurang beracun daripada nanopartikel yang diproduksi dengan senyawa anorganik (Shakibaie *et al.*, 2013; Usha Rani & Rajasekharreddy, 2011). Dalam kasus nanopartikel besi biosintesis, Nadagouda *et al.* (2010) or MTS, (3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl) mempelajari efek toksik nanomaterial *phyto* yang disintesis pada sel keratinosit manusia. Biokompatibilitas nanopartikel besi disintesis menggunakan teh hijau dan borohidrida karena zat pereduksi dinilai menggunakan Metil Tetrazolium (MTS) dan uji Laktat Dehidrogenase (LDH) dengan cara mengekspos garis sel ke nanopartikel besi selama 24-48 jam. Kebocoran LDH meningkat dengan peningkatan ukuran partikel, sehingga menekankan membran seluler. Oleh karena itu, nanopartikel besi yang disintesis menggunakan teh hijau ukurannya jauh lebih kecil dan telah terbukti tidak beracun terhadap keratinosit manusia bila dibandingkan dengan nanopartikel yang disintesis dengan menggunakan proses reduksi borohidrida. Hasil penelitian yang mirip adalah studi yang dilakukan Markova *et al.* (2014) yang mengevaluasi dampak nanopartikel besi yang disintesis dari tanaman terhadap organisme yang memiliki kepentingan ekologis termasuk cyanobacterium (*Synechococcus nidulans*), alga hijau (*Pseudokirchneriella subcapitata*), dan organisme invertebrata (*Daphnia magna*). Hasil uji toksikologi menunjukkan nanopartikel besi yang disintesis dari teh hijau tidak berdampak negatif pada cyanobacterium (*S. nidulans*), alga hijau (*P. subcapitata*), dan invertebrata (*D. magna*) (Filser *et al.*, 2013). Studi di atas menunjukkan bahwa nanopartikel yang disintesis dari tanaman aman bagi lingkungan dan manusia (Saif *et al.*, 2016; Kumar *et al.*, 2017; Bhuvaneshwari *et al.*, 2017)

D. Scrap Besi

Bengkel adalah suatu tempat untuk merawat atau memperbaiki sesuatu yang rusak. Pada umumnya bengkel mempunyai spesifikasi tertentu menurut jenis pekerjaan jasa yang dapat dilayaninya, misalnya bengkel bubut, bengkel las, bengkel listrik, bengkel mobil dan lain-lain. Bengkel bubut adalah bengkel yang mempunyai kemampuan untuk menghasilkan benda-benda tertentu, seperti sekrup, mur/baut, as, membentuk suatu alat dengan spesifikasi/ukuran tertentu yang kadang-kadang ukurannya tidak standar atau sulit ditemukan dipasaran (Zulhan, 2017). Mesin bubut merupakan salah satu *metal cutting machine* dengan gerak utama berputar, tempat benda kerja dicekam dan berputar pada sumbunya, sedangkan alat potong (*cutting tool*) bergerak memotong sepanjang benda kerja, sehingga akan terbentuk geram (Suharno dkk., 2012).

Kegiatan praktik mesin bubut menghasilkan limbah berupa serpihan-serpihan (*scrap*). Limbah padat dari bengkel bubut selama ini kebanyakan dimanfaatkan untuk besi daur ulang dengan nilai ekonomi yang sangat rendah. Serbuk besi dari bengkel bubut yang berukuran sangat kecil biasanya tidak dimanfaatkan lagi, dibuang secara langsung dan hal ini menyebabkan pencemaran lingkungan (Sunardi dkk., 2015; Sunardi, 2009). Limbah ini bersifat korosif akan menyebabkan kesuburan tanah menurun. Di dalam tanah akan terjadinya keracunan besi pada tanah yang mempunyai kelarutan besi yang tinggi. Hal ini disebabkan unsur hara yang berlebihan sangat merugikan, karena bukan saja merupakan kondisi yang mubazir, tetapi juga dapat menghambat pertumbuhan tanaman akibat terhambatnya ketersediaan unsur hara yang lain atau bahkan dapat menyebabkan terjadinya keracunan tanaman. Apabila limbah bercampur dengan air, maka air tersebut akan tercemar. Kandungan Fe yang sangat tinggi di dalam air akan menyebabkan biota dalam air mati dan keseimbangan ekologi akan terganggu (Zhang *et al.*, 2017).

Di dalam limbah masih terdapat kandungan bahan berharga yang apabila didaur ulang dapat memberikan laba ekonomis yaitu dengan prinsip *reuse*, *recycle* dan *recovery*. Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, limbah besi bengkel bubuk dapat disintesis menjadi ferro sulfat mempunyai kadar Fe 99%. Kadar ferro sulfat tersebut memenuhi syarat mutu yang ditetapkan dalam SNI 06-4888-1998 dan syarat mutu yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia Edisi IV (Sunardi, 2009).

E. Kulit Buah Naga dan Senyawa Polifenol

Buah naga merah merupakan tanaman buah tropis yang berasal dari Asia Tenggara, Brazil, dan India. Buah naga merah menjadi buah yang penting di masyarakat Indonesia, karena buah naga merah merupakan buah yang sering dikonsumsi dibandingkan dengan buah yang lain dan dikonsumsi tanpa memperhatikan tingkat sosial. Indonesia merupakan penghasil buah naga merah terbesar keenam di dunia. Bahkan di Asia, Indonesia merupakan penghasil buah naga merah terbesar, karena hampir 50% produksi buah naga merah di Asia, dihasilkan oleh Indonesia, dan setiap tahun produksinya terus meningkat (Jalgaonkar et al., 2022; Wakchaure et al., 2021).

Konsumsi buah naga merah di Indonesia menempati posisi tertinggi diantara buah-buahan yang lain, yaitu mencapai 18,9 per kapita per tahun. Tingginya konsumsi buah naga merah ini tentunya diikuti banyaknya kulit buah naga merah sehingga diperlukan alternatif lain (Z. Chen et al., 2021; Wahdaningsih, 2022). Jumlah kulit buah naga merah sekitar 18-33% dari seluruh buah dan merupakan produk limbah. Untuk memanfaatkan kulit buah naga merah sebagai sumber komponen berharga, ditentukan komposisi gizi, komponen antioksidan dan aktivitas dari tiga varietas buah naga merah yaitu Pachabale, Yelakkibale dan Nendranbale. Kisaran konstituen untuk protein diperkirakan 4,67%, 5,13-11,26%, 8,9-12,96%, masing-masing untuk ekstrak eter dan abu. Kandungan besi tinggi pada Pachabale

(10 mg/100g). Polifenol berada di kisaran 200-850 mg setara asam galat/100g. Sebuah aktivitas *scavenging*, radikal bebas yang lebih tinggi (90%) diperoleh pada nendranbale kupas dalam ekstrak etanol dibandingkan dengan air (64%) dan ekstrak metanol (62%). Di antara tiga varietas Nendranbale kulit menunjukkan aktivitas antioksidan tinggi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kulit buah naga merah memiliki antioksidan potensial dari beberapa varietas perbedaan yang diamati (Nagarajaiah & Prakash, 2011; Dikshit *et al.*, 2016).

Kulit buah naga merah memiliki kandungan nutrisi yang tinggi, terutama kulit buah naga merah *Musa sapientum* (Hendra *et al.*, 2021; Taharuddin *et al.*, 2023). Tabel 2 menunjukkan nilai nutrisi yang terkandung di dalam kulit buah naga merah ini.

Tabel 1. Kandungan Nutrisi Kulit Buah Naga Merah

Parameter	Konsentrasi
Materi organik (%)	91,5 ± 0,05
Protein (%)	0,90 ± 0,25
Lemak kasar (%)	1,70 ± 0,10
Karbohidrat (%)	59,00 ± 1,36
Serat kasar (%)	31,70 ± 0,25
Hidrogen sianida (mg/g)	1,33 ± 0,10
Oksalat (mg/g)	0,51 ± 0,14
Pitat (mg/g)	0,28 ± 0,26
Saponin (mg/g)	24,00 ± 0,27

(Sumber: (Nguyen & Pirak, 2019))

Kulit buah naga merah mengandung zat nutrisi berupa tanin yaitu 6,84 berwarna hijau, 4,97% pada kulit buah naga merah hampir masak dan 4,69% pada kulit buah naga merah yang sudah masak (Pereira & Maraschin, 2015). Tanin merupakan salah satu senyawa metabolit

sekunder yang terdapat pada tanaman dan disintesis oleh tanaman. Tanin tergolong senyawa polifenol dengan karakteristiknya yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan makromolekul lainnya. Tanin dibagi menjadi dua kelompok yaitu tanin yang mudah terhidrolisis dan tanin terkondensasi. Tanin yang mudah terhidrolisis merupakan polimer *gallic* atau *ellagic acid* yang berikatan ester dengan sebuah molekul gula, sedangkan tanin terkondensasi merupakan polimer senyawa flavonoid dengan ikatan karbon-karbon (Adedayo *et al.*, 2016).

Sifat utama tanin pada tanaman tergantung pada gugus fenolik-OH yang terkandung dalam tanin. Secara garis besar sifat tanin dapat dijabarkan sebagai berikut:

- a. Tanin secara umum memiliki gugus fenol dan bersifat koloid.
- b. Semua jenis tanin dapat larut dalam air, kelarutannya besar dan akan bertambah besar apabila dilarutkan dalam air panas. Begitu pula dalam pelarut organik seperti metanol, etanol, aseton dan pelarut organik lainnya.
- c. Reaksi warna terjadi bila disatukan dengan garam besi. Reaksi ini digunakan untuk menguji klasifikasi tanin. Reaksi tanin dengan garam besi akan memberikan warna hijau dan biru kehitaman, tetapi uji ini kurang baik karena selain tanin yang dapat memberikan reaksi warna, zat-zat lain juga dapat memberikan reaksi warna yang sama.
- d. Tanin mulai terurai pada suhu 98,8 °C.
- e. Tanin dapat dihidrolisis oleh asam, basa, dan enzim.
- f. Ikatan kimia yang terjadi antara tanin-protein atau polimer lainnya terdiri dari ikatan hidrogen, ikatan ionik, dan ikatan kovalen.
- g. Tanin mempunyai berat molekul tinggi dan cenderung mudah dioksidasi menjadi suatu polimer, sebagian besar tanin amorf (tidak berbentuk) dan tidak mempunyai titik leleh.

- h. Warna tanin akan menjadi gelap apabila terkena cahaya atau dibiarkan di udara terbuka.
- i. Tanin mempunyai sifat bakteristatik dan fungistatik.

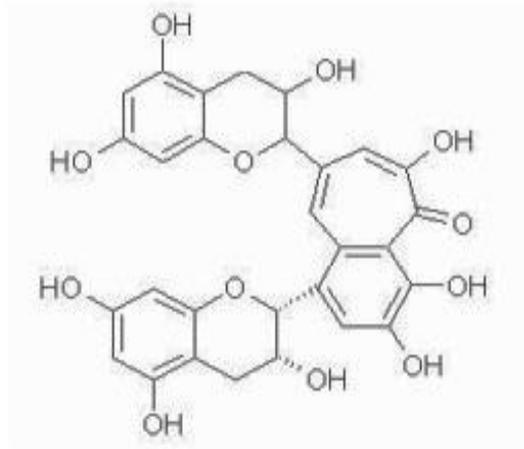
(Adedayo et al., 2016; Sundaram et al., 2011)

Polifenol adalah kelompok zat kimia yang ditemukan pada tumbuhan. Zat ini memiliki tanda khas yaitu memiliki banyak gugus fenol dalam molekulnya. Polifenol sering terdapat dalam bentuk glikosida polar dan mudah larut dalam pelarut polar (Bousbia et al., 2022; Smirani et al., 2025). Beberapa golongan bahan polimer penting dalam tumbuhan seperti lignin, melanin dan tanin adalah senyawa polifenol dan kadang-kadang satuan fenolitik dijumpai pada protein, alkaloid dan terpenoid (Jadhav *et al.*, 2013).

Senyawa fenol sangat peka terhadap oksidasi enzim dan mungkin hilang pada proses isolasi akibat kerja enzim fenolase yang terdapat dalam tumbuhan. Ekstraksi senyawa fenol tumbuhan dengan etanol mendidih biasanya mencegah terjadinya oksidasi enzim. Semua senyawa fenol berupa senyawa aromatik sehingga semuanya menunjukkan serapan kuat di daerah spektrum UV. Selain itu secara khas senyawa fenol menunjukkan geseran batokrom pada spektrumnya bila ditambahkan basa. Karena itu cara spektrometri penting terutama untuk identifikasi dan analisis kuantitatif senyawa fenol (Mystrioti *et al.*, 2015).

Polifenol berperan dalam memberi warna pada suatu tumbuhan seperti warna daun saat musim gugur. Polifenol banyak ditemukan dalam buah-buahan, sayuran serta biji-bijian. Rata-rata manusia mengkonsumsi polifenol dalam sehari sampai 23 mg. Khasiat dari polifenol adalah menurunkan kadar gula darah dan efek melindungi terhadap berbagai penyakit seperti kanker. Polifenol membantu melawan pembentukan radikal bebas dalam tubuh sehingga dapat memperlambat penuaan dini (Haslam *et al.*, 1989).

Struktur polifenol dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur Polifenol

Jenis-Jenis polifenol antara lain:

a. Tanin

Tanin merupakan senyawa kimia yang terdapat luas dalam tumbuhan berpembuluh, khusus dalam tumbuhan *angiospermae* terdapat dalam jaringan kayu. Secara kimia terdapat dua jenis utama tanin, yaitu tanin terkondensasi dan tanin terhidrolisis. Tanin terkondensasi atau flavolan secara biosintesis dapat dianggap terbentuk dengan cara kondensasi katekin tunggal (galokatekin) yang membentuk senyawa dimer dan kemudian oligomer yang lebih tinggi. Ikatan karbon-karbon menghubungkan satu flavon dengan satuan berikutnya melalui ikatan 4-6 atau 6-8. Kebanyakan flavolan mempunyai 2-20 satuan flavon. Tanin terhidrolisis terdiri atas dua kelas yaitu gallotanin dan ellagitanin. Pada gallotanin, inti yang berupa glukosa dikelilingi oleh lima atau lebih gugus ester galoil. Pada ellagitanin, inti molekul berupa senyawa dimer asam galat yaitu asam heksahidroksidifenat, yang berikatan dengan glukosa. Bila dihidrolisis, ellagitanin ini menghasilkan asam elagat (Lopes *et al.*, 1999; Padilla-Camberos *et al.*, 2016).

b. Lignin

Lignin adalah salah satu komponen penyusun tanaman. Secara umum, tanaman terbentuk dari selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Pada batang tanaman, lignin berfungsi sebagai bahan pengikat komponen penyusun lainnya, sehingga suatu pohon bisa berdiri tegak (seperti semen pada sebuah batang beton). Berbeda dengan selulosa yang terutama terbentuk dari gugus karbohidrat, lignin terbentuk dari gugus aromatik yang saling dihubungkan dengan rantai alifatik, yang terdiri dari 2-3 karbon. Pada proses pirolisa lignin, dihasilkan senyawa kimia aromatis yang berupa fenol, terutama kresol (Agama-Acevedo *et al.*, 2016; Erdem *et al.*, 2016).

c. Melanin

Melanin adalah senyawa biologi yang ditemukan pada tanaman, hewan, dan protista, yang berfungsi sebagai pigmen. Pigmen yang dihasilkan biasanya merupakan turunan dari asam amino tirosin. Banyak jenis melanin yang tidak larut di dalam garam. Jenis melanin yang paling umum adalah eumelanin dan pheomelanin (Haslam & Cai, 1994; Singh *et al.*, 2017).

F. Adsorpsi

Adsorpsi atau penyerapan adalah suatu proses yang terjadi ketika suatu fluida, cairan maupun gas, terikat kepada suatu padatan atau cairan (zat penyerap, adsorben) dan akhirnya membentuk suatu lapisan tipis atau film (zat terjerap, adsorbat) pada permukaannya. Adsorpsi secara umum adalah proses penggumpalan substansi terlarut (*soluble*) yang ada dalam larutan, oleh permukaan zat atau benda penyerap, di mana terjadi suatu ikatan kimia fisika antara substansi dengan penyerapnya. Definisi lain menyatakan adsorpsi sebagai suatu peristiwa penyerapan pada lapisan permukaan atau antar fasa, di mana molekul dari suatu materi terkumpul pada bahan pengadsorpsi atau adsorben (Faust & Aly, 1987; Rodrigues *et al.*, 1988).

Pada proses adsorpsi terdapat dua istilah yang sering digunakan yaitu adsorbat dan adsorben. Adsorbat adalah senyawa yang teradsorp atau senyawa yang akan dipisahkan dari pelarutnya dengan menggunakan adsorben, sedangkan adsorben adalah suatu media penyerap yang dalam (Jung *et al.*, 2000). Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu kelarutan adsorbat, pH sistem, temperatur sistem, keberadaan zat terlarut selain adsorbat, jenis adsorben, dan waktu kontak. Molekul-molekul adsorbat dapat menempel pada permukaan adsorben akibat adanya energi permukaan (*surface energy*) (Ferrão *et al.*, 2023) Hama & Watanabe, 2013).

Berdasarkan perbedaan besarnya gaya tarik-menarik antara adsorben dan adsorbat, adsorpsi dibedakan menjadi dua jenis yaitu adsorpsi fisik (*physisorption*) dan adsorpsi kimia (*chemisorption*) (Long, 2013; Wen *et al.*, 2014). Adsorpsi fisik adalah proses adsorpsi yang diakibatkan terjadinya gaya van der Waals antara adsorbat dan adsorben. Gaya van der Waals adalah suatu gaya yang lemah sehingga adsorbat dapat bergerak bebas pada permukaan adsorben dan adsorbat dapat kembali lepas dari permukaan adsorben dengan demikian dapat diketahui bahwa adsorpsi fisik merupakan suatu proses reversibel atau dapat balik dan dapat terbentuk beberapa lapis adsorbat pada permukaan adsorben. Adsorpsi fisik sangat dipengaruhi oleh suhu, semakin tinggi suhu maka semakin sedikit adsorbat yang teradsorpsi (Ferrão *et al.*, 2023; Pinjari *et al.*, 2023).

Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang terjadi akibat suatu reaksi kimia antara adsorben dan adsorbat (terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan kimia). Pada proses ini molekul-molekul adsorbat tidak dapat bergerak bebas pada permukaan adsorben. Proses adsorpsi kimia umumnya bersifat irreversibel atau tidak dapat balik dan hanya terbentuk satu lapisan adsorbat pada permukaan adsorben. Proses adsorpsi kimia umumnya membutuhkan energi aktivasi, sehingga semakin tinggi suhu semakin banyak adsorbat yang teradsorpsi ; Sun *et al.*, 2015) (Pinjari *et al.*, 2023).

Hubungan antara jumlah adsorbat yang terjerap dengan konsentrasi adsorbat dalam larutan pada keadaan kesetimbangan dan suhu tetap dapat dinyatakan dengan isoterm adsorpsi. Model kesetimbangan adsorpsi sistem tunggal adalah:

1. Isoterm Freundlich

Adsorpsi zat terlarut (dari suatu larutan) pada padatan adsorben merupakan hal yang penting. Aplikasi penggunaan prinsip ini antara lain penghilangan warna larutan (*decolorizing*) dengan menggunakan batu apung (*charcoal*) dan proses pemisahan dengan menggunakan teknik kromatografi (Altun & Kar, 2016; Rouquerol *et al.*, 2014). Pendekatan isoterm adsorpsi yang cukup memuaskan dijelaskan oleh Freundlich (1909).

$$\frac{X_m}{m} = kC^{1/n} \quad (5)$$

Keterangan:

X_m = berat zat yang diadsorpsi

m = berat adsorben

C = konsentrasi zat

Harga k dan n adalah konstanta adsorpsi yang nilainya bergantung pada jenis adsorben dan suhu adsorpsi.

Dari persamaan (5) dapat diturunkan persamaan sebagai berikut:

$$\log\left(\frac{X_m}{m}\right) = \log k + \frac{1}{n} \log C \quad (6)$$

Bila dibuat kurva $\log (X_m / m)$ terhadap $\log C$ akan diperoleh persamaan linear dengan intersep $\log k$ dan kemiringan $1/n$, sehingga nilai k dan n dapat dihitung .

2. Persamaan Langmuir

Pada tahun 1918, Langmuir menurunkan teori isoterm adsorpsi dengan menggunakan model sederhana berupa padatan yang mengadsorpsi gas pada permukaannya (Rudzinski & Everett, 1992; Jeppu & Clement, 2012; State *et al.*, 2012). Model ini mendefinisikan bahwa kapasitas adsorpsi maksimum terjadi akibat adanya lapisan tunggal (*monolayer*) adsorbat di permukaan adsorben.

Pendekatan Langmuir meliputi lima asumsi mutlak, yaitu:

1. Gas yang teradsorpsi berkelakuan ideal dalam fasa uap.
2. Gas yang teradsorpsi dibatasi sampai lapisan *monolayer*.
3. Permukaan adsorbat homogen, artinya afinitas setiap kedudukan ikatan untuk molekul gas sama.
4. Tidak ada antaraksi lateral antar molekul adsorbat.
5. Molekul gas yang teradsorpsi terlokalisasi, artinya mereka tidak bergerak pada permukaan.

Persamaan Langmuir ditulis sebagai berikut:

$$\frac{x_m}{m} = \frac{a \cdot C}{1 + b \cdot C} \quad (7)$$

$$\frac{x_m}{m \cdot C} = \frac{a}{1 + b \cdot C} \quad (8)$$

$$\frac{m \cdot C}{x_m} = \frac{1}{a} + \frac{b}{a} \cdot C \quad (9)$$

Dengan membuat kurva terhadap C akan diperoleh persamaan linear dengan intersep dan kemiringan, sehingga nilai a dan b dapat dihitung. Nilai a dan b menunjukkan daya adsorpsi (Faust & Aly, 1987; Rodrigues *et al.*, 1988).

G. Kromium

Kromium berasal dari bahasa Yunani (Chroma) yang berarti warna. Dalam bahan kimia, krom dilambangkan dengan “Cr”. Sebagai salah satu unsur logam berat, Cr mempunyai nomor atom (NA) 24 dan mempunyai berat atom (BA) 51,996. Logam Cr pertama kali ditemukan oleh Vagueine pada tahun 1797 (IETEG, 2005; Xie, 2024; Kazemi et al., 2022).

Senyawa krom biasanya digunakan dalam industri penyamakan, industri tekstil, industri elektroplating, sebagai radiator tahan karat dan lain-lain (De Beni et al., 2022; Zehra et al., 2022). Dalam industri tekstil, senyawa krom banyak digunakan dalam proses pencelupan, baik sebagai zat warna maupun sebagai mordan (pengikat warna) (Kumar et al., 2017; Raman & Kanmani, 2016).

Krom merupakan elemen berbahaya di permukaan bumi dan dijumpai dalam kondisi oksida antara Cr(0) sampai Cr(VI), tetapi hanya krom bervalensi tiga dan enam memiliki kesamaan sifat biologinya (Habiba et al., 2017). Krom bervalensi tiga umumnya merupakan bentuk yang umum dijumpai di alam, dan dalam material biologis krom selalu berbentuk Cr(III). Cr(VI) merupakan salah satu material organik pengoksidasi tinggi. Cr(III) memiliki sifat racun yang rendah dibanding dengan Cr(VI) (Sheng et al., 2016). Pada bahan makanan dan tumbuhan, mobilitas krom relatif rendah, dan diperkirakan konsumsi harian komponen ini pada manusia di bawah 100 μg , kebanyakan berasal dari makanan, sedangkan konsumsinya dari air dan udara dalam level yang rendah (F. Rahmani & Ebrahimi, 2024; Smailov et al., 2024; Tian et al., 2024).

Kontaminasi secara terus menerus ke lingkungan oleh logam berat semakin signifikan dan terkenal sebagai masalah penting dunia modern. Logam kontaminan lingkungan sangat bermasalah karena tidak seperti kebanyakan kontaminan organik, karena non-biodegradable dan dapat terakumulasi dalam jaringan hidup, sehingga menjadi terkonsentrasi di seluruh rantai makanan dan menyebabkan berbagai penyakit dan gangguan dalam organisme hidup (Wang et al., 2017; Wu et al., 2016).

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian/Desain Penelitian

Penelitian yang akan digunakan adalah eksperimen laboratorium dan aplikasi pada limbah dan air sungai. Penelitian di laboratorium untuk mengetahui kemampuan nanopartikel besi yang disintesis dengan ferro sulfat dari *scrap* besi dan ekstrak kulit buah naga merah (*Musa paradisiaca* var. *sapientum* (L) Kunt.). Kajian pustaka digunakan untuk tinjauan aspek lingkungan, aspek sosial, dan aspek ekonomi sintesis nanopartikel besi yang ramah lingkungan dan aplikasinya. Tahapan penelitian dilakukan sebagai berikut:

Tahap pertama adalah sintesis dan karakterisasi ferro sulfat dari *scrap* besi bengkel bubut. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan *scrap* besi dengan asam sulfat 25%. Karakterisasi dilakukan dengan metode Spektroskopi UV-Vis dan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS).

Tahap kedua adalah ekstraksi kulit buah naga merah dilakukan dengan merebus potongan kulit buah naga merah dengan aquades. Ekstrak kulit buah naga merah diidentifikasi dengan *Fourier Transform-Infra Red* (FTIR) dan ditentukan kadar total fenol dengan Spektroskopi UV-Vis.

Tahap ketiga adalah sintesis dan karakterisasi nanopartikel besi dengan mereaksikan ferro sulfat dari *scrap* besi dan ekstrak kulit buah naga merah. Karakterisasi Larutan koloid yang terbentuk diamati dengan metode Spektroskopi UV-Vis dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Kemudian larutan di *spray drying*. Karakterisasi dilakukan

metode Spektroskopi UV-Vis, *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan FTIR.

Tahap keempat adalah adsorpsi Cr(VI) dalam $K_2Cr_2O_7$ menggunakan nanopartikel besi hasil sintesis dan penentuan jenis isoterm. Metode adsorpsi terhadap ion logam Cr(VI) menggunakan metode *batch*.

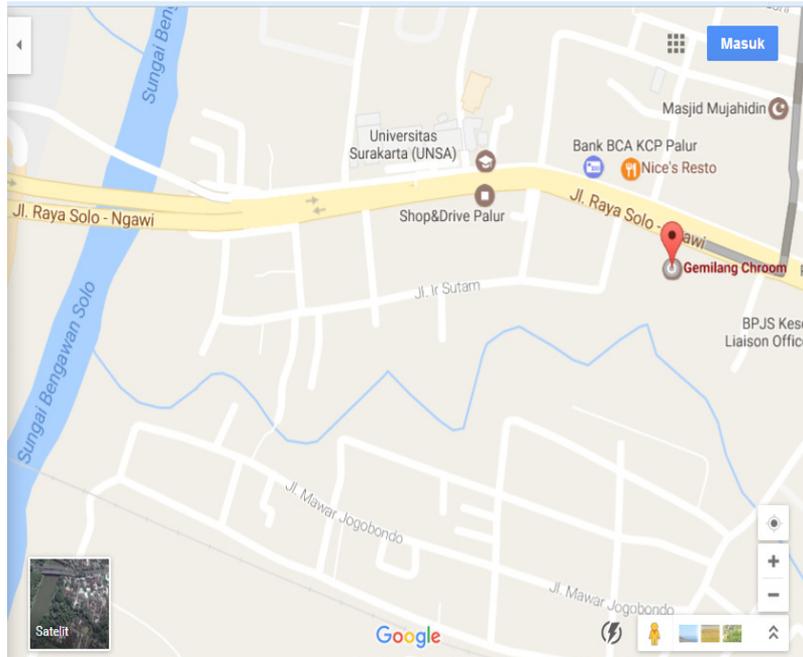
Tahap kelima adalah nanopartikel besi hasil sintesis diaplikasikan dalam penyerapan Cr(VI) di limbah cair industri pelapisan logam dan air sungai.

Tahap keenam adalah tinjauan aspek lingkungan, aspek sosial, dan aspek ekonomi sintesis nanopartikel besi yang ramah lingkungan dari ferro sulfat dari *scrap* besi dan ekstrak kulit buah naga merah beserta aplikasinya.

B. Bahan dan Tempat Penelitian

1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah *scrap* besi diambil dari SMK Mikael Solo. Bahan kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) diambil dari pasar buah ABC Papahan Tasikmadu Karanganyar. Sampel nanopartikel besi diperoleh dari sintesis antara ferro sulfat heptahidrat dari *scrap* besi dengan ekstrak kulit buah naga. Sampel Cr(VI) standar dibuat dari $K_2Cr_2O_7$ Emerck. Sampel air sungai diambil dari 2 titik di aliran Sungai Gerdu yang merupakan salah satu anak Sungai Bengawan Solo yang mengalir di Kecamatan Jaten. Limbah cair industri pelapisan logam diambil dari CV Gemilang Chrome yang berlokasi di Jl. Raya Solo-Sragen Km. 5. Peta lokasi pengambilan air sungai dan limbah cair industri pelapisan logam ditunjukkan pada gambar 4.



Gambar 3. Peta Lokasi Pengambilan Sampel Air Sungai dan Limbah Cair

Keterangan:



: CV Gemilang Chrome



: Lokasi 1 (Air sungai sebelum saluran pembuangan limbah cair)



: Lokasi 1 (Air sungai setelah saluran pembuangan limbah cair)

2. Tempat Analisis Sampel

Sintesis $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan nanopartikel besi, dilakukan di Laboratorium Analisis dan Pengolahan Limbah Universitas Setia Budi Surakarta. Analisis kualitas air sungai dan limbah cair

industri pelapisan logam, Analisis FTIR dan XRD dilakukan di Laboratorium Pusat Universitas Sebelas Maret Sub Laboratorium Kimia, Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret. Analisis spektroskopi UV-Vis, TEM, dan SEM-EDS dilakukan di LPPT UGM.

3. Alat dan Bahan Kimia yang Digunakan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah : Fourier Transform Infra Red (FT-IR) Shimadzu type FT-IR-8201 PC, X-Ray Diffraction (XRD) Shimadzu type 600, Spektrofotometer UV-Vis, Scanning Electron Microscope-Electron Dispersive x-Ray Spectroscopy (SEM-EDS) merek Shimadzu type 600, *Transmission Electron Microscopy* (TEM) JEOL JEM 1400, ayakan ukuran 20 mesh, lumpang dan mortar, termometer, pengaduk magnetik, pH meter, furnace, neraca analitik, desikator. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah air, NaOH p.a. Emerck, CH₃COOH p.a. Emerck, HNO₃ p.a. Emerck, kertas saring Whatman 42, K₂Cr₂O₇ Emerck.

C. Prosedur Penelitian

1. Sintesis, Karakterisasi dan Penetapan Kadar Ferro Sulfat

Sintesis dan pemurnian ferro sulfat dari *scrap* besi bengkel bubut dilakukan sesuai dengan metode yang dilakukan dalam Sunardi (2009). *Scrap* besi yang telah bersih kurang lebih sebanyak 25 g direaksikan dengan asam sulfat 25% sebanyak 100 mL dalam erlenmeyer. Larutan disaring kemudian dimasukkan dalam lemari es selama 24 jam. Kristal FeSO₄ yang terbentuk disaring dengan pompa vakum kemudian dicuci dengan alkohol. Kristal yang terbentuk dikeringkan dalam desikator. Karakterisasi kristal dilakukan dengan Spektroskopi UV-Vis, SEM dan EDS.

Penentuan kadar kristal yang dihasilkan dilakukan dengan Spektroskopi Uv-Vis. Kristal yang dihasilkan ditimbang $\pm 0,3$ g dilarutkan di labu takar 500 mL dengan menggunakan aquades sampai tanda batas. Larutan sebanyak 10 mL dimasukkan ke labu takar 250 mL kemudian menambahkan aquades hingga tanda batas. Larutan sebanyak 10 mL dimasukkan ke labu takar 100 mL kemudian ditambah 1 mL hidrosilamin, 10 mL buffer asetat pH 4 dan 2 mL fenantrolin. Larutan dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum, 470 nm.

2. Pembuatan Ekstrak Kulit Buah Naga Merah (EKBN), Uji Kualitatif dan Kadar Fenol Total

Pembuatan EKBN sebagai sumber polifenol menggunakan metode yang dilakukan Kokila *et al.*, (2015) dan Bankar *et al.* (2010)(Ramesh *et al.*, 2024; Shyamalagowri *et al.*, 2022). Kulit buah naga merah sebanyak 100 g dipotong kecil-kecil dengan ukuran $\pm 0,5$ cm dan direbus dalam *aquades* selama 90 menit dengan suhu $\pm 80^{\circ}\text{C}$. Perbandingan massa kulit buah naga merah dengan massa air adalah 1:3. Filtrat disaring dengan kain saring, kemudian dengan kertas whatman no. 1 pada filtrasi vakum. Uji kualitatif untuk fenol dilakukan dengan melihat adanya gugus OH menggunakan FTIR pada $3200\text{-}3550\text{ cm}^{-1}$.

Penetapan kadar fenol total dilakukan dengan Metode Folin Ciocalteu menggunakan standar asam galat. Filtrat kulit buah naga merah diambil sebanyak 1 mL diencerkan kedalam 25 mL labu ukur. Larutan ekstrak yang diperoleh dipipet sebanyak 300 μl dan ditambah 1,5 mL reagen Folin Ciocalteu (1:10) dan digojog. Larutan didiamkan selama 3 menit, ditambah 1,2 mL larutan Na_2CO_3 7,5% dan didiamkan lagi pada range waktu optimum dari menit ke 85 sampai menit ke 90 pada suhu kamar.

Aquades digunakan sebagai blanko. Absorbansi larutan ekstrak diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang absorbansi maksimum 785 nm. Pengukuran dilakukan dengan 2 kali pengulangan (Machado *et al.*, 2013).

3. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Besi

Sintesis nanopartikel besi menggunakan variasi metode yang dilakukan Hoag *et al* (2011), Bankar *et al.* (2010), dan Ashouri *et al.* (2014). Sintesis nanopartikel besi dilakukan dengan menggunakan FeSO_4 dari *scrap* besi dan ekstrak kulit buah naga merah. Untuk sintesis nanopartikel besi, larutan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan adalah 5 ml 0,001 M ditambahkan pada 5 ml EKBN. Reaksi dilakukan dengan pengadukan konstan dan pada temperatur kamar selama 5 menit. Terbentuknya larutan berwarna hitam mengindikasikan terbentuknya nanopartikel besi (Ravikumar *et al.*, 2016; Wei *et al.*, 2016; Harshiny *et al.*, 2015; Huang *et al.*, 2014; Machado *et al.*, 2013; Noruzi & Mousivand, 2015; Shahwan *et al.*, 2011; Kumar *et al.*, 2015; Fazlzadeh *et al.*, 2016; Anu & Vijay, 2016; Thenmozhi *et al.*, 2014; Ashouri *et al.*, 2014; Pattanayak & Nayak, 2013). Karakterisasi koloid nanopartikel besi dilakukan dengan Spektroskopi UV-Vis untuk mengetahui *surface plasmon resonance* (SPR) dan TEM. Koloid nanopartikel besi yang terbentuk dikeringkan dengan *spray drying*. Kristal yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM-EDS.

4. Adsorpsi Cr (VI) dengan nanopartikel besi

a. Pembuatan Kurva Standar Cr(VI)

Dalam setiap labu takar 100 ml ditambahkan 1 ml, 2 ml, 4 ml dan 8 ml larutan standar Cr(VI) 10 ppm. Larutan diasamkan sampai pH 2, ditambah 2,0 ml larutan 1,5-Difenil karbazid. Larutan ditambah dengan akuades sampai tandai

batas. Larutan diukur absorbansi pada panjang gelombang 540 nm.

b. Pengaruh pH

Dalam setiap eksperimen, 100 mL larutan Cr(VI) 5 ppm ditambahkan 0,1 g nanopartikel besi dan variasi pH (3, 7 dan 11) \pm 0,1. Campuran diaduk dengan kecepatan pengadukan 150 rpm pada temperatur kamar dan variasi waktu (3, 5, 10, 15, 20 dan 30) menit. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42. Konsentrasi Cr(VI) dalam filtrat dianalisis dengan menggunakan 1,5 diphenilkarbazid dan diukur dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 540 nm (Nagaraj *et al.*, 2009); (APHA, 1998). Cr(VI) yang teradsorpsi dihitung dari konsentrasi Cr(VI) awal dikurang konsentrasi Cr(VI) setelah diadsorpsi dalam filtrat. Kinerja nanopartikel besi diketahui dengan membuat kurva hubungan antara persentase Cr(VI) yang teradsorpsi dan waktu kontak.

c. Pengaruh konsentrasi Cr(VI)

Dalam setiap eksperimen, 100 mL larutan Cr(VI) 5, 10 dan 15 ppm ditambahkan 0,1 g nanopartikel besi dan variasi pH $7 \pm 0,1$. Campuran diaduk dengan kecepatan pengadukan 150 rpm pada temperatur kamar dan variasi waktu (3,5, 10, 15, 20 dan 30) menit. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42. Konsentrasi Cr(VI) dalam filtrat dianalisis dengan menggunakan 1,5 diphenilkarbazid dan diukur dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 540 nm (APHA, 1998). Cr(VI) yang teradsorpsi dihitung dari konsentrasi Cr(VI) awal dikurang konsentrasi Cr(VI) setelah diadsorpsi dalam filtrat. Kinerja nanopartikel besi diketahui dengan membuat kurva hubungan antara persentase Cr(VI) yang teradsorpsi dan waktu kontak.

d. Pengaruh konsentrasi nanopartikel besi

Dalam setiap eksperimen, 100 mL larutan Cr(VI) 5 ppm ditambahkan 0,01; 0,05; 0,1 dan 0,15 g nanopartikel besi dan variasi pH $7 \pm 0,1$. Campuran diaduk dengan kecepatan pengadukan 150 rpm pada temperatur kamar dan variasi waktu (3, 5, 10, 15, 20 dan 30) menit. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42. Konsentrasi Cr(VI) dalam filtrat dianalisis dengan menggunakan 1,5 diphenilkarbazid dan diukur dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 540 nm (APHA, 1998). Cr(VI) yang teradsorpsi dihitung dari konsentrasi Cr(VI) awal dikurang konsentrasi Cr(VI) setelah diadsorpsi dalam filtrat. Kinerja nanopartikel besi diketahui dengan membuat kurva hubungan antara persentase Cr(VI) yang teradsorpsi dan waktu kontak.

e. Pengaruh waktu kontak

Dalam setiap eksperimen, 100 mL larutan Cr(VI) 5, 10 dan 15 ppm ditambahkan 0,1 g nanopartikel besi dan variasi pH $7 \pm 0,1$. Campuran diaduk dengan kecepatan pengadukan 150 rpm pada temperatur kamar dan variasi waktu (3, 5, 10, 15, 20 dan 30) menit. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42. Konsentrasi Cr(VI) dalam filtrat dianalisis dengan menggunakan 1,5 diphenilkarbazid dan diukur dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 540 nm (APHA, 1998). Cr(VI) yang teradsorpsi dihitung dari konsentrasi Cr(VI) awal dikurang konsentrasi Cr(VI) setelah diadsorpsi dalam filtrat. Kinerja nanopartikel besi diketahui dengan membuat kurva hubungan antara persentase Cr(VI) yang teradsorpsi dan waktu kontak.

Persentase adsorpsi Cr(VI) dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\% \text{ Adsorpsi} = \frac{C_{awal} - C_{akhir}}{C_{akhir}} \times 100\% \quad (10)$$

f. Penentuan isoterm adsorpsi

Hasil optimum uji kinerja nanopartikel besi yang telah diperoleh kemudian dilakukan adsorpsi dengan variasi konsentrasi adsorbat untuk mengetahui jenis isoterm adsorpsinya. Sebanyak 5 gelas beker 250 mL, masing-masing berisi 0,1 g nanopartikel besi pada kondisi optimum, lalu ditambahkan masing dengan larutan Cr(VI) dengan konsentrasi (5, 10, 15, 20, 25) ppm 100 mL sebagai konsentrasi awal (C_0), kemudian diaduk pada waktu optimum. Hasil adsorpsi disaring, kemudian filtrat diukur kandungan Cr(VI) dengan spektrofotometer UV-Vis (C_a).

Kapasitas adsorpsi (q_e , mg/g) yang dihitung dengan persamaan (11):

$$q_e = \frac{c_0 - c_e}{m} \times V \quad (11)$$

dimana $V(L)$ merupakan volume larutan Cr(VI), m (mg) untuk massa nanopartikel besi yang digunakan.

Isoterm Freundlich dan Langmuir digunakan untuk menjelaskan keseimbangan antara adsorbat dan adsorben dengan menggunakan persamaan (12) dan (13).

$$\log q_e = \log K_f + \frac{1}{n} \log C_e \quad (12)$$

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{max} \cdot b} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad (13)$$

Dimana, q_e , adalah massa adsorbat teradsorpsi oleh adsorben (mg/g); K_f , adalah faktor kapasitas Freundlich (ditentukan oleh q_e); C_e , adalah kesetimbangan konsentrasi adsorbat dalam fase cair setelah adsorpsi (mg/L); n , adalah parameter intensitas Freundlich; q_{max} , adalah jumlah

maksimum adsorbat yang dapat terserap (mg/kg); b , adalah konstan isoterm Langmuir. Kemudian dibuat grafik terhadap $\log C_e$ untuk isoterm Freundlich dan C_e/q_e terhadap C_e untuk isoterm Langmuir.

f. Adsorpsi ion Cr(VI) limbah cair industri pelapisan logam

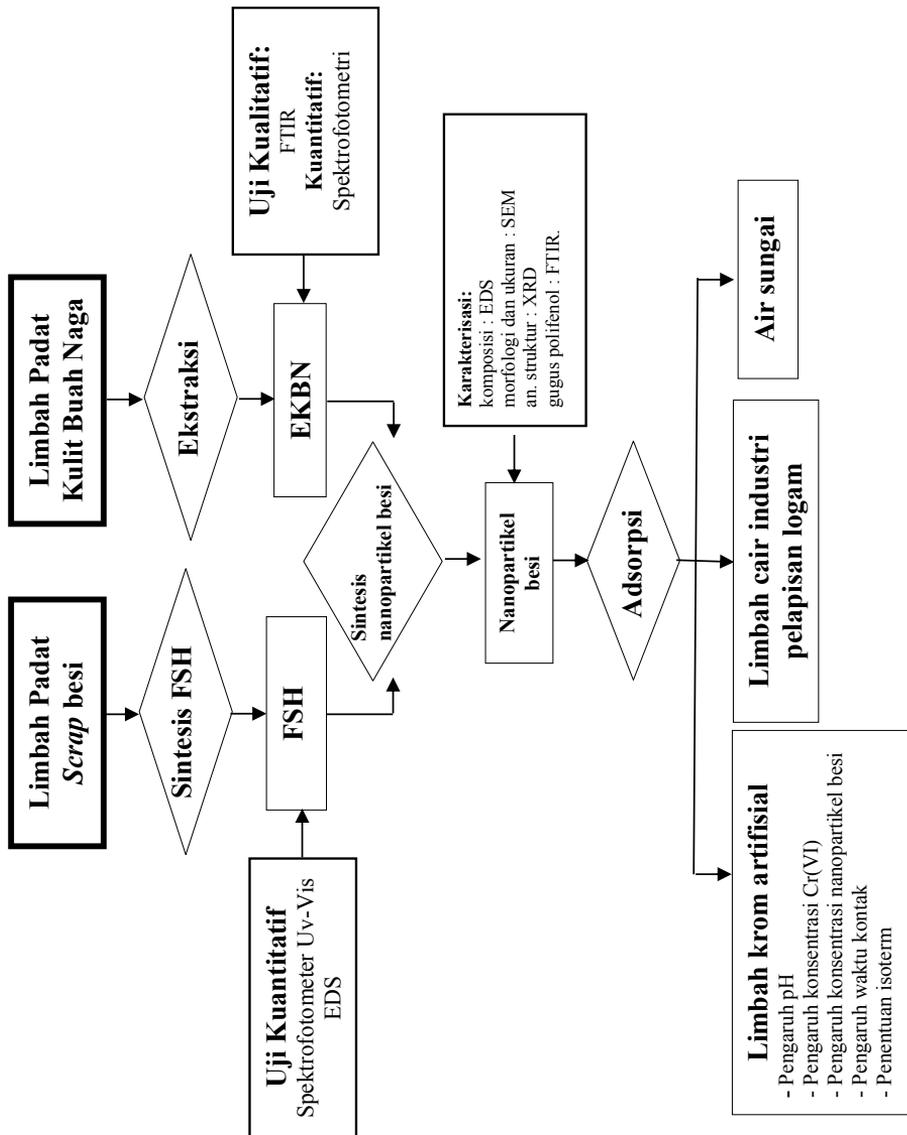
Sebanyak 0,1 g nanopartikel besi dimasukkan ke dalam gelas kimia yang masing berisi 25 ml limbah cair industri pelapisan logam. Campuran diaduk dan waktu 30, 60, 90 dan 120 menit, kemudian disaring untuk memisahkan nanopartikel besi. Filtrat ditentukan kadar Cr(VI) dengan metode Spektrofotometri UV-Vis. Cr(VI) yang teradsorpsi dihitung dari konsentrasi Cr(VI) awal dikurang konsentrasi Cr(VI) setelah diadsorpsi dalam filtrat.

g. Adsorpsi ion Cr (VI) air sungai menggunakan nanopartikel besi

Sebanyak 0,1 g nanopartikel besi dimasukkan ke dalam gelas kimia yang berisi 25 ml air sungai. Campuran diaduk dan waktu 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20 dan 30 menit, kemudian disaring untuk memisahkan nanopartikel besi. Filtrat ditentukan kadar Cr(VI) dengan metode Spektrofotometri UV-Vis. Mengulangi percobaan pada pH $3 \pm 0,1$ dengan menambahkan 0,1 M CH_3COOH . Cr(VI) yang teradsorpsi dihitung dari konsentrasi Cr(VI) awal dikurang konsentrasi Cr(VI) setelah diadsorpsi dalam filtrat.

5. Skema Metode Penelitian

Skema metode penelitian yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 4. Skema Metode Penelitian

6. Analisis Data

Analisis data pada penelitian ini adalah:

1). Karakterisasi Nanopartikel Besi

a. Spektroskopi UV-Vis

Spektrum UV-Vis menunjukkan puncak absorpsi khas nanopartikel besi yang terbentuk pada rentang 250–300 nm. Hal ini mengindikasikan keberhasilan sintesis nanopartikel Fe menggunakan ekstrak kulit buah naga merah sebagai agen pereduksi.

b. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Hasil FTIR menunjukkan adanya puncak karakteristik gugus fungsi O-H, C=O, dan Fe-O yang menandakan interaksi antara senyawa fitokimia dalam ekstrak kulit buah naga merah dengan besi selama proses reduksi.

c. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Analisis XRD mengonfirmasi keberadaan struktur kristalin Fe₃O₄ dalam nanopartikel yang terbentuk. Pola difraksi menunjukkan bahwa partikel memiliki ukuran nanometer dengan kristalinitas yang baik.

d. *Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Transmission Electron Microscopy (TEM)*

Gambar SEM dan TEM menunjukkan morfologi nanopartikel berbentuk sferis dengan ukuran rata-rata sekitar 20–50 nm. Distribusi ukuran partikel cukup seragam dengan sedikit aglomerasi.

2). Efisiensi Adsorpsi Logam Kromium (VI)

a. Pengaruh pH

Percobaan menunjukkan bahwa efisiensi adsorpsi optimal terjadi pada pH 2–3, dengan efisiensi mencapai lebih dari 90%. Pada pH yang lebih tinggi, efisiensi menurun akibat kompetisi ion hidroksida.

b. Isoterm Adsorpsi

Analisis isoterm adsorpsi menunjukkan bahwa data paling sesuai dengan model Langmuir, yang mengindikasikan bahwa adsorpsi terjadi pada permukaan homogen dengan mekanisme monolayer. Kapasitas adsorpsi maksimum yang diperoleh adalah sekitar 78,5 mg/g.

c. Kinetika Adsorpsi

Studi kinetika menunjukkan bahwa adsorpsi logam Cr(VI) mengikuti model kinetika orde dua semu, yang mengindikasikan bahwa proses adsorpsi dikendalikan oleh interaksi kimia antara logam dan nanopartikel besi.

d. Pengaruh Konsentrasi Awal Cr(VI)

Dengan peningkatan konsentrasi awal Cr(VI), kapasitas adsorpsi meningkat, tetapi efisiensi penyerapan menurun setelah titik kejenuhan tercapai.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

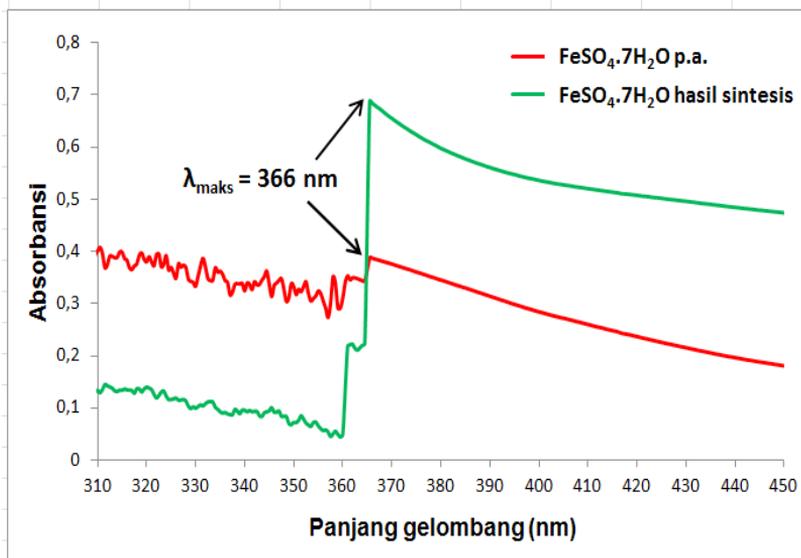
A. Sintesis dan Karakterisasi $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Reaksi antara *scrap* besi dari bengkel bubut dengan asam sulfat 25% menghasilkan kristal yang berwarna biru kehijauan sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 5.



Gambar 5. Kristal Biru Kehijauan Ferro Sulfat dari Scrap Besi

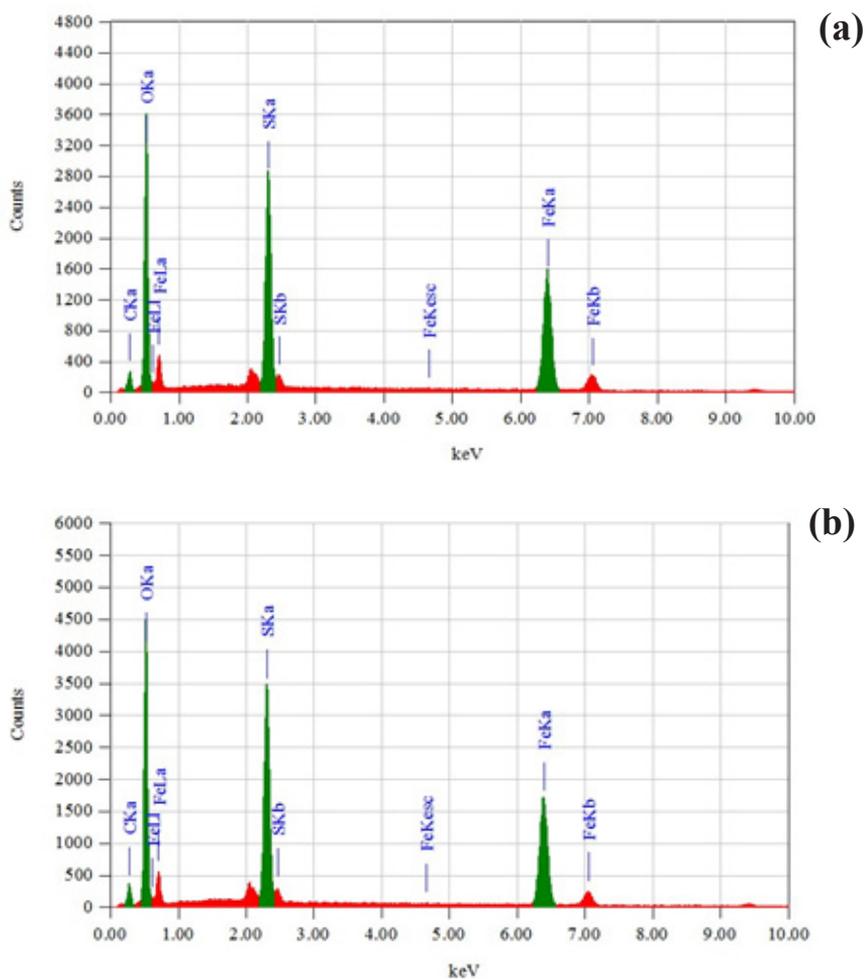
Analisis spektroskopi UV-Vis menghasilkan puncak pada panjang gelombang maksimum 366 nm, sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 6. Data penentuan panjang gelombang maksimum selengkapnya ditunjukkan pada Lampiran 1.



Gambar 6. Panjang Gelombang Maks Kristal Hasil Sintesis dan FeSO₄·7H₂O p.

Pada Gambar 6 tampak bahwa puncak yang dihasilkan senyawa hasil sintesis sama dengan puncak yang dihasilkan FeSO₄·7H₂O p.a. Ini berarti kristal biru kehijauan yang dihasilkan dari reaksi *scrap* besi dengan asam sulfat adalah FeSO₄·7H₂O.

Hasil analisis EDS kristal hasil sintesis ditunjukkan Gambar 7a dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a. ditunjukkan Gambar 7b.



Gambar 7. Hasil Analisis EDS Kristal Hasil Sintesis (a) dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a (b)

Keterangan:

Hijau : FeSO_4 hasil sintesis dan FeSO_4 p.a

Merah : Pemandangan

Gambar 7a dan 7b memperlihatkan bahwa kedua senyawa mempunyai puncak-puncak yang sama. Ini berarti bahwa kedua kristal mempunyai kandungan unsur penyusun yang sama yaitu C, S, O dan Fe, dengan kandungan unsur penyusun kedua kristal sebagaimana ditunjukkan oleh Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Uji Kandungan Unsur Kristal Hasil Sintesis dan FeSO₄.7H₂O p.a.

Element	keV	Massa (%)	
		Sintesis	p.a.
C K	0,277	13,98	13,55
O K	0,525	52,65	50,79
S K	2,307	11,29	11,39
Fe K	6,398	22,08	24,27
Total		100,00	100,00

Pada Tabel 2 terlihat bahwa kadar Fe dalam kristal 22,08%, sedangkan kadar Fe dalam senyawa FeSO₄.7H₂O p.a 24,27%. Hal ini menunjukkan bahwa kemurnian Fe dalam kristal hasil sintesis adalah 90,98%. Jika dibandingkan dengan syarat mutu ferro sulfat SNI 06-4888-1998 (kandungan minimal Fe 19 %) maka ferro sulfat hasil sintesis telah memenuhi syarat mutu. Hal ini sesuai dengan Valentovic (2007) yang menyatakan bahwa ferro sulfat heptahidrat mengandung unsur besi minimal 20%.

Hasil penentuan kadar Fe²⁺/FeSO₄.7H₂O kristal hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri Uv-Vis sebagaimana ditunjukkan Tabel 3. Data perhitungan kadar Fe²⁺/FeSO₄.7H₂O selengkapnya ditunjukkan pada Lampiran 3.

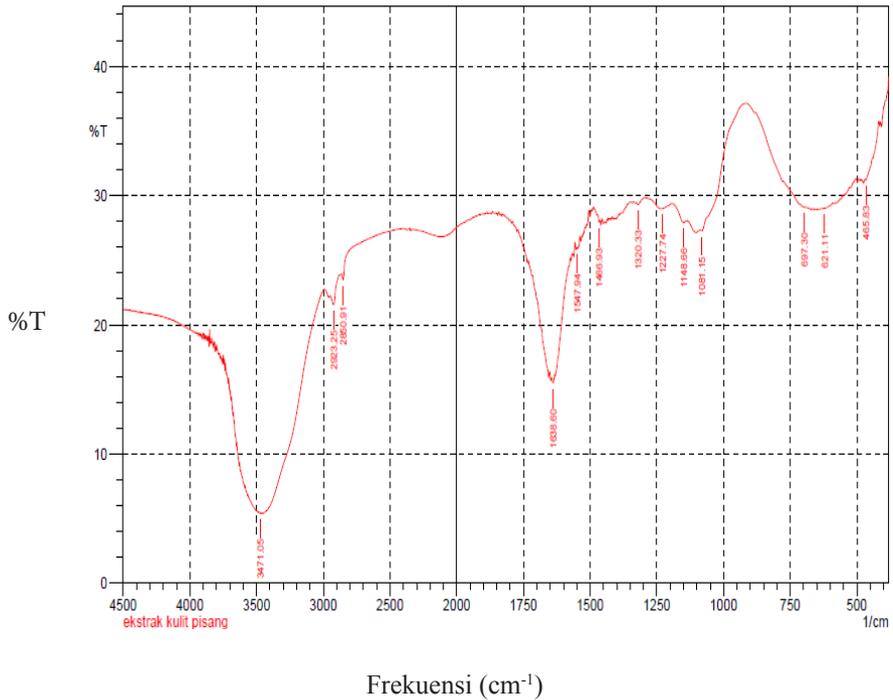
Tabel 3. Penetapan Kadar $\text{Fe}^{2+}/\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Hasil Sintesis

Penetapan kadar	λ_{maks} (nm)	Absorbansi	$[\text{Fe}^{2+}]$ (ppm)	Berat Fe^{2+} (mg)	Kadar Fe^{2+} (%)	Berat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (mg)	Kadar $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (%)
1	510	0,096	0,47	59,10	19,73	294,21	98,23
2		0,097	0,48	59,77	19,94	297,53	99,27
Rata-rata (X)					19,84		98,75
Standar deviasi (s)					0,15		0,74

Tabel 3 menunjukkan bahwa rata-rata kadar Fe^{2+} adalah $19,84 \pm 0,15\%$ sedangkan rata-rata kadar $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ adalah $98,75 \pm 0,74\%$. Terdapat perbedaan kadar Fe^{2+} pada analisis EDS dan Spektrofotometer UV-Vis. Hal ini disebabkan pada EDS yang dianalisis hanya pada permukaan saja. Jadi kadar Fe^{2+} hasil sintesis adalah $19,84 \pm 0,15\%$ sedangkan kadar $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sintesis adalah $98,75 \pm 0,74\%$. Hal ini menunjukkan bahwa FeSO_4 hasil sintesis dari scrap besi bengkel bubuk memenuhi syarat mutu ferro sulfat SNI 06-4888-1998 (kandungan Fe minimal 19 %).

B. Uji Kualitatif dan Kuantitatif Polifenol

Hasil uji FTIR sampel ekstrak kulit buah naga merah ditunjukkan oleh Gambar 8 atau Tabel 4. Gambar 8 menunjukkan hasil uji FTIR sampel. Hasil FTIR sampel dan serapan FTIR menurut Skoog *et al.* (2016) ditunjukkan oleh Tabel 4. Adanya serapan pada daerah 3471 cm^{-1} menunjukkan gugus $-\text{OH}$ (fenol), 2923 cm^{-1} dan 697 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-H dari cincin aromatik, 1638 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi C=C cincin aromatik, 1081 cm^{-1} dan 1148 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi C-O dari alkohol.



Gambar 8. Hasil Analisis FTIR EKBN

Tabel 4. Perbandingan Serapan FTIR Teori dengan EKBN

Gugus	Jenis Senyawa	Frekuensi (cm ⁻¹) (Skoog <i>et al.</i> , 2016)	Hasil Uji
C-H	Alkana	2850-2970 1340-1470	-
C-H	Alkena	3010-3095 675-995	-
C-H	Alkuna	3300	-
C-H	Cincin Aromatik	3010-3100 690-900	2923 697

Gugus	Jenis Senyawa	Frekuensi (cm ⁻¹) (Skoog <i>et al.</i> , 2016)	Hasil Uji
O-H	Fenol, monomer alkohol alkohol ikatan hidrogen, fenol monomer asam karboksilat ikatan hidrogen asam karboksilat	3590-3650 3200-3600 3500-3650 2500-2700	3471
N-H	Amina, Amida	3300-3500	-
C=C	Alkena	1610-1680	-
C=C	Cincin Aromatik	1500-1600	1638
C≡C	Alkuna	2100-2260	-
C=N	Amina-Amida	1180-1360	-
C≡N	Nitril	2210-2280	-
C-O	Alkohol, Eter, Asam karboksilat, Ester	1050-1300	1081 1148
C=O	Aldehid, Keton, Asam Karboksilat, Ester	1690-1760	-
NO ₂	Senyawa Nitro	1500-1570 1300-1370	-

Hasil penetapan kadar total polifenol EKBN ditunjukkan oleh Tabel 5. Data selengkapnya ditunjukkan pada Lampiran 4.

Tabel 5. Kandungan Total Fenol EKBN

Penetapan kadar	λ_{maks} (nm)	Absorbansi	Konsentrasi total fenol (ppm)	Kadar polifenol total (ppm)
1	765	0,433	35,3478	883,69565
2		0,423	34,4783	861,95652
Rata-rata (X)				872,82609
Standar deviasi (s)				15,4

Tabel 5 menunjukkan bahwa rata-rata kandungan fenol total adalah $872,83 \pm 15,4$ ppm/100 g kulit buah naga merah. Jadi kadar polifenol total dalam EKBN adalah $872,83 \pm 15,4$ ppm.

Konsentrasi fenol total dalam ekstrak selanjutnya digunakan untuk perhitungan konsentrasi karbon organik ekuivalen dalam ekstrak, OC (GAE), dalam mg C/l, dengan mempertimbangkan adanya atom karbon di setiap molekul asam galat, sesuai dengan persamaan berikut:

$$OC (GAE) = \left[\frac{TPC}{M} \right] \times 7 \times 12$$

Keterangan:

TPC : *Total Phenolic Content* (konsentrasi polifenol total) (mg GAE / l)

M : berat molekul asam galat ($C_7H_6O_5$), sama dengan 170,12 g/mol

7 : jumlah atom karbon dalam masing-masing molekul asam galat

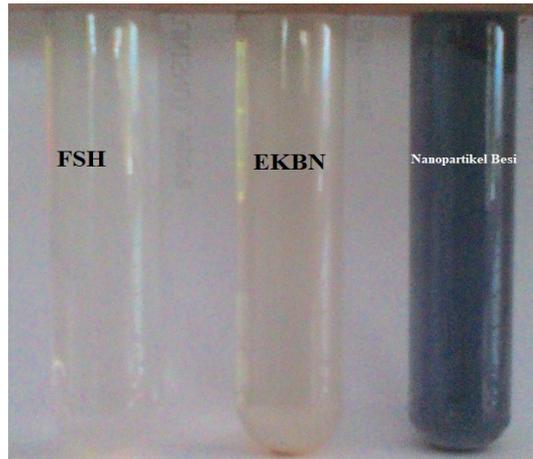
12 g/mol : Berat atom karbon

(Mystrioti *et al.*, 2016)

Berdasarkan hasil perhitungan maka kadar fenol total dalam ekstrak kulit buah naga merah adalah 438,58 mg GAE/100 g kulit buah naga merah.

C. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Besi

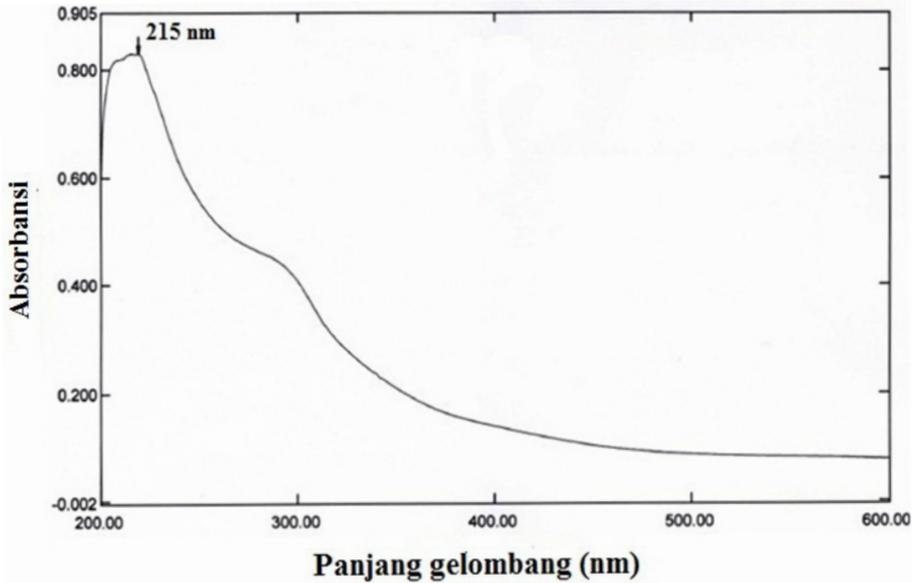
Reaksi antara ekstrak kulit buah naga merah dengan ferro sulfat hasil sintesis menghasilkan larutan yang berwarna hitam sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 9.



Gambar 9. Larutan FeSO_4 , Ekstrak Kulit Buah Naga Merah dan Larutan Nanopartikel Besi

Ketika EKBN direaksikan dengan larutan ferro sulfat, warna larutan berubah dengan cepat dari coklat menjadi hitam dan terbentuk endapan sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 9. Peristiwa yang sama juga terjadi pada reaksi ekstrak kulit jeruk dengan FeCl_3 (Wei *et al.*, 2016), ekstrak teh hijau, cengkeh, tanaman mint, delima dan anggur merah dengan FeCl_3 (Mystrioti *et al.*, 2015) dan daun nimba dengan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Ravikumar *et al.*, 2016). Hal ini menunjukkan telah terjadi reaksi antara ion Fe^{2+} dari ferro sulfat dengan polifenol dari EKBN membentuk nanopartikel besi.

Terbentuknya nanopartikel besi dari ekstrak kulit buah naga merah juga dapat dikonfirmasi dengan mengamati terbentuknya SPR (*Surface Plasmon Resonance*). SPR merupakan fenomena resonansi antara gelombang cahaya tampak dan elektron-elektron pada permukaan logam yang menghasilkan osilasi elektron-elektron di permukaan logam yang terkuantisasi (Hou & Cronin, 2013 Jain *et al.*, 2009). Gambar 10 menunjukkan spektra hasil analisis absorpsi puncak SPR pada serapan 215 nm.

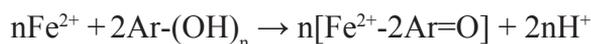


Gambar 10. Spektra UV-Vis SPR nanopartikel besi Hasil Reaksi dari $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan EKBN

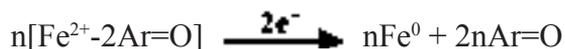
Hasil ini mirip dengan penelitian yang sudah terpublikasikan pada serapan 216 nm (Pattanayak & Nayak, 2013), 211 nm (Ravikumar *et al.*, 2016) dan 214 nm (Harshiny *et al.*, 2015).

Menurut Nadagouda *et al.* (2010), pembentukan nanopartikel besi dengan polifenol melalui tahapan sebagai berikut: (1) pembentukan senyawa kompleks Fe, (2) reduksi simultan ion Fe^{2+} , (3) pencegah oksidasi (*capping oxidized*). Jadi, mekanisme pembentukan nanopartikel besi dari ekstrak kulit buah naga merah adalah sebagai berikut:

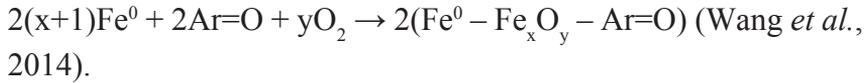
- (1) Pembentukan senyawa kompleks



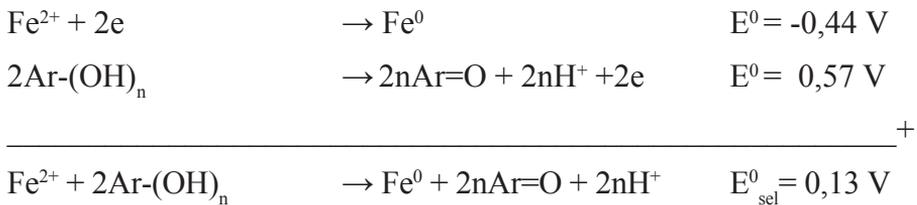
- (2) Reduksi simultan Fe^{2+}



(3) Pencegahan oksidasi



Tahap (1) dan (2) pada pembentukan nanopartikel besi, polifenol membentuk kompleks secara langsung dan kemudian mereduksi ion Fe^{2+} (valensi 2) menjadi Fe^0 (valensi 0). Proses reaksi reduksi dan oksidasi tergantung pada potensial reduksi (E^0) masing-masing reagen. Menurut Wang *et al.* (2017), polifenol mempunyai potensial reduksi 0,57 V cukup untuk mereduksi Fe^{2+} menjadi Fe^0 yang mempunyai potensial reduksi -0,44 V.



Suatu reaksi dapat dikatakan spontan apabila memenuhi persyaratan termodinamika, yaitu energi bebas Gibbs-nya (ΔG^0) < 0 . Nilai ΔG^0 dapat ditentukan dari potensial standar sel dengan rumus:

$$\Delta G^0 = -nFE_{Sel}^0$$

Keterangan:

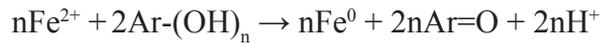
ΔG^0 : Energi bebas Gibbs

n : Jumlah elektron yang terlibat

F : Konstanta faraday, 96500 c.Mol⁻¹

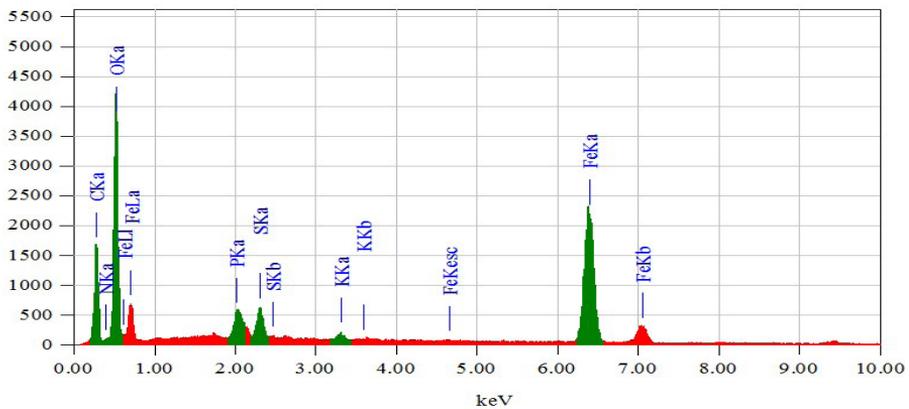
Jika suatu sel mempunyai harga positif, maka harga ΔG^0 akan negatif dan reaksinya spontan. Dengan demikian reaksi antara EKBN dan ion Fe^{2+} berlangsung secara spontan. Ini terlihat ketika larutan ferro sulfat dan EKBN dicampurkan langsung terjadi reaksi pembentukan nanopartikel besi (larutan berwarna hitam) sebagaimana ditunjukkan

oleh Gambar 9. Secara umum, mekanisme reaksi sintesis nanopartikel besi dengan polifenol adalah:



Ar adalah gugus fenil dan n adalah jumlah gugus OH yang mereduksi Fe^{2+} (Wang *et al.*, 2017; Mystrioti *et al.*, 2016).

Pada tahap (3), dalam bentuk larutan EKBN terjadi *capping* dan penstabilan oleh polifenol sehingga Fe^0 tidak teroksidasi. Adanya *capping* yang mengandung unsur Fe, C dan O juga ditunjukkan oleh hasil analisis SEM-EDS (Gambar 11 dan Tabel 6).



Gambar 11. Spektrum EDS Nanopartikel Besi

Keterangan:

Hijau : nanopartikel besi

Merah : Pembanding

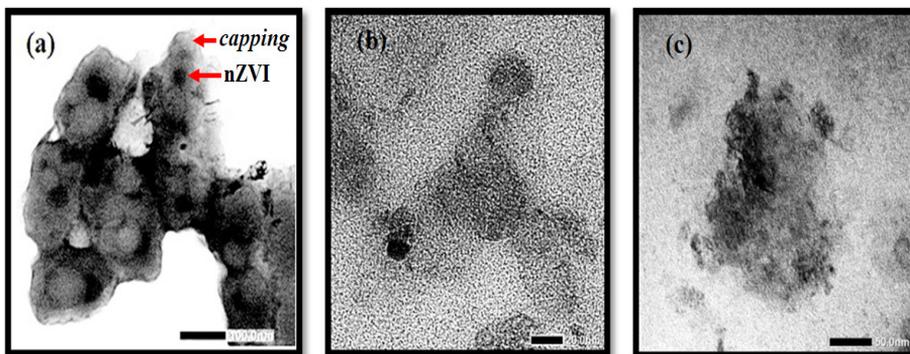
Tabel 6. Hasil Uji Kandungan Unsur Kristal Nanopartikel Besi

Element	keV	Mass %	Sigma
C K	0,277	25,32	0,12
N K	0,392	7,68	0,17
O K	0,525	45,36	0,26

Element	keV	Mass %	Sigma
P K	2,013	0,63	0,02
S K	2,307	1,20	0,02
K K	3,312	0,17	0,01
Fe K	6,398	19,64	0,13
Total		100,00	

Pada Gambar 11 tampak puncak intens yang menunjukkan keberadaan Fe, C dan O. Unsur-unsur yang terlibat pada pembentukan nanopartikel besi ditunjukkan pada Tabel 6, yaitu C (25,32%), N (7,68%), O (45,36%), P (0,63%), S(1,20%), K (0,17%) dan Fe (19,64%). Adanya unsur Fe, O dan C merupakan tanda yang menunjukkan nanopartikel besi telah berhasil disintesis dari EKBN. Hasil ini mirip dengan penelitian yang telah dipublikasikan Wang *et al.* (2017), Soliemanzadeh & Fekri (2017); Noruzi & Mousivand (2015), dan Ravikumar *et al.* (2016).

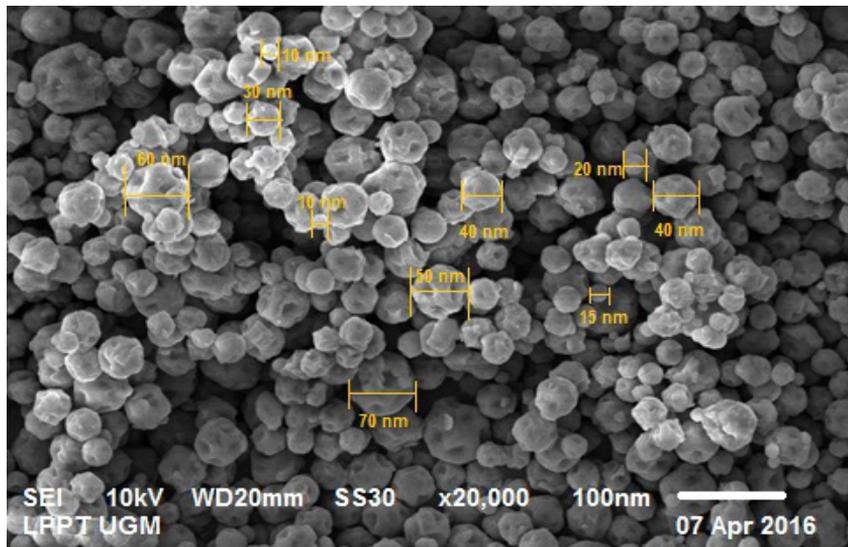
Hasil analisis TEM larutan nanopartikel besi hasil sintesis dari EKBN dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ hasil sintesis ditunjukkan oleh Gambar 12.



Gambar 12. Hasil Analisis TEM Sintesis nanopartikel besi dari EKBN

Gambar 12a menunjukkan adanya *capping* yaitu Fe^0 terlindungi polifenol sehingga menjadi stabil. Pada Gambar 12b dan c terlihat bahwa sebagian partikel nanopartikel besi berbentuk bulat, tidak teraglomerasi dengan ukuran partikel antara 5-20 nm.

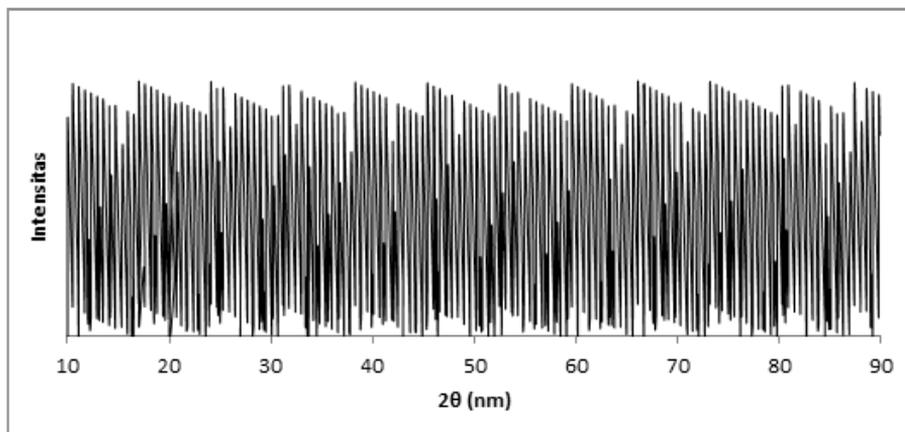
Hasil analisis SEM dalam bentuk padatan nanopartikel besi sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13. Hasil Analisis SEM nanopartikel besi

Pada Gambar 13 tampak bahwa sebagian besar partikel nanopartikel besi berbentuk bulat dengan ukuran 10-70 nm. Hasil ini mirip dengan hasil penelitian yang dilakukan Machado *et al.* (2013), Poguberović *et al.* (2016) dan Wei *et al.* (2016). Ukuran partikel yang lebih kecil mempunyai permukaan yang lebih luas, lebih reaktif dan reaktivitas yang lebih tinggi.

Hasil analisis XRD nanopartikel besi ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Hasil Analisis XRD dari nanopartikel besi

Gambar 14 menunjukkan bahwa sifat padatan nanopartikel besi hasil sintesis berupa material amorf. Ini ditunjukkan hasil analisis XRD nanopartikel besi yang tidak tampak adanya puncak difraksi. Bentuk serupa juga dilaporkan oleh Noruzi & Mousivand (2015) yang menggunakan ekstrak cemara kipas dan Shahwan *et al.* (2011) yang menggunakan ekstrak teh hijau dan ekstrak bekatul.

GLOSARIUM

Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses fisikokimia di mana molekul, ion, atau partikel dari suatu zat (adsorbat) melekat pada permukaan zat lain (adsorben) tanpa masuk ke dalam struktur internalnya. Proses ini terjadi karena adanya gaya tarik elektrostatis, ikatan van der Waals, atau interaksi kimia antara adsorbat dan adsorben.

Secara umum, adsorpsi dapat dibedakan menjadi dua jenis utama:

1. **Adsorpsi Fisis (*Physisorption*)** – Terjadi karena gaya van der Waals yang lemah antara adsorbat dan adsorben. Proses ini bersifat reversibel, tidak melibatkan perubahan struktur kimia, dan umumnya terjadi pada suhu rendah.
2. **Adsorpsi Kimia (*Chemisorption*)** – Melibatkan pembentukan ikatan kimia antara adsorbat dan adsorben, biasanya lebih kuat dibandingkan adsorpsi fisis. Proses ini bersifat spesifik dan sering kali tidak reversibel.

Agglomerasi

Agglomerasi adalah proses di mana partikel-partikel kecil bergabung atau menggumpal menjadi partikel yang lebih besar akibat gaya tarik-menarik antarpartikel, seperti gaya van der Waals atau interaksi elektrostatis.

Fero Sulfat Heptahidrat

Fero Sulfat Heptahidrat adalah nama umum untuk **ferrous sulfate** (FeSO_4) atau **besi(II) sulfat**, yang merupakan senyawa anorganik berbentuk kristal hijau kebiruan. Senyawa ini sering ditemukan dalam bentuk heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dan memiliki berbagai aplikasi industri, termasuk sebagai bahan baku dalam produksi zat warna, koagulan dalam pengolahan air, serta dalam sintesis material berbasis besi.

Green Sintesis

Green synthesis atau sintesis hijau adalah pendekatan dalam sintesis material termasuk nanopartikel, yang mengutamakan prinsip-prinsip ramah lingkungan. Metode ini menggunakan bahan alami, meminimasi limbah berbahaya, dan menghindari penggunaan bahan kimia beracun atau kondisi reaksi ekstrem seperti suhu dan tekanan tinggi.

Karakterisasi

Karakterisasi merujuk pada proses analisis dan identifikasi sifat-sifat fisik, kimia, dan struktur suatu material atau senyawa. Karakterisasi bertujuan untuk memahami karakteristik fundamental suatu material sehingga dapat dikorelasikan dengan kinerjanya dalam aplikasi tertentu.

Nanopartikel

Nanopartikel adalah partikel dengan ukuran berada dalam rentang **1 hingga 100 nanometer (nm)** di setidaknya satu dimensinya. Dalam skala ini, material sering kali menunjukkan **sifat fisik, kimia, dan biologis yang berbeda** dibandingkan dengan bentuk bulk (makroskopis) dari material yang sama. Perbedaan ini terutama disebabkan oleh peningkatan **rasio luas permukaan terhadap volume**, efek kuantum, dan interaksi permukaan yang lebih signifikan.

Reaksi Redoks

Reaksi **redoks** (reduksi-oksidasi) adalah reaksi kimia yang melibatkan perpindahan elektron antara dua spesies kimia, yang terdiri dari dua proses utama:

1. **Oksidasi** → Kehilangan elektron oleh suatu zat, sehingga bilangan oksidasinya meningkat.
2. **Reduksi** → Penerimaan elektron oleh suatu zat, sehingga bilangan oksidasinya menurun.

Reaksi ini selalu terjadi secara bersamaan karena elektron yang dilepaskan oleh satu zat akan diterima oleh zat lainnya.

INDEX

A

Adsorben 2, 9, 34-37, 47, 79, 81,
131, 134

Adsorpsi viii, x, xi, xii, 2, 6-9,
18, 19, 23, 34-37, 40, 44,
46-49, 51, 68-78, 80, 81,
126-134

F

Fenol vii, ix, xii, 55, 6, 31, 32,
34, 39, 43, 56, 58, 59, 67,
80, 123, 124, 136

Fero Sulfat Heptahidrat 4, 6, 40,
134

K

Kromium vii, 1, 7-9, 37, 38,
51, 80

L

Limbah vi, xi, 2, 4-6, 8-13, 20,
28, 29, 39-41, 47-49, 68,
71, 76, 77, 80, 81, 132,
133, 135

N

Nanopartikel vii, viii, ix, x, xi,
xii, 2-9, 13-27, 39-41, 44-
51, 59-80, 126, 128-131,
135

P

Pigmen 1, 34, 136

Polifenol 4-6, 16, 17, 29-33, 43,
49, 56, 58-63, 65, 67, 68,
124

R

redoks 22, 135

BIODATA PENULIS

Prof. Dr. Sunardi, S.Si., M.Si., adalah seorang dosen Non PNS di Program Studi Analis Kimia Fakultas Teknik Universitas Setia Budi tahun 1996 – sekarang. Tahun 1995 menyelesaikan S1 Kimia di Universitas Diponegoro Semarang, Tahun 2004 menyelesaikan S2 Ilmu Lingkungan dan tahun 2018 menyelesaikan S3 Ilmu Lingkungan di Universitas Sebelas Maret (UNS) Solo. Mata kuliah yang diampu antara lain Pengelolaan Limbah, Teknologi Material Maju, Sistem Lingkungan Industri, Metodologi Penelitian, Analisis Kualitatif Organik, Kimia Lingkungan & AMDAL, dan Biokimia. Berpengalaman mengajar di S2 Ilmu Lingkungan Institut Teknologi Yogyakarta (ITY Yogyakarta), Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Kusuma Husada, dan Politeknik Kesehatan Surakarta. Selain menjadi dosen, ia juga berkesempatan menjadi *Reviewer* Program Kreativitas Mahasiswa (PKM) Nasional tahun 2019-2023, *Reviewer* Pengabdian Kepada Masyarakat Nasional tahun 2019-sekarang. Karya monumental adalah pemegang 3 buah hak paten yaitu Metode Pembuatan Tablet Hisap Wortel, IDP 000041674, Metode Pembuatan Tablet Tambah Darah Berbahan Dasar Fero Sulfat dari Scrap Besi Bengkel Bubut, IDP 000051482, dan Metode Pembuatan Tablet Effervescent Kunyit, IDP 000056609.

Argoto Mahayana, S.T., M.T., adalah dosen di Program Studi Analis Kimia Fakultas Teknik Universitas Setia Budi sejak 1999 sampai sekarang. Tahun 1999 menyelesaikan S1 Teknik Kimia di Institut Teknologi Pembangunan (ITPS) Surabaya dan tahun 2011 menyelesaikan S2 Teknik Kimia Universitas Diponegoro (UNDIP). Bidang ilmu dan keahlian yang dipelajari adalah sintesis dan karakterisasi material. Mata kuliah yang diampu di program studi D3 Analis Kimia antara lain : Kimia Fisika, Dasar Kimia Analisis, Pengetahuan Bahan Kimia, Analisis Bahan Farmasi dan Kosmetika. Selain pada program studi D3 Analis Kimia Juga mengajar pada program studi S1 Teknik Kimia yaitu pada matakuliah Bahan Konstruksi Teknik Kimia dan Alat Industri Kimia.

Ir. Sumardiyono, M.T., adalah dosen di Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Setia Budi sejak 1994 sampai sekarang. Sebelum kerja di Universitas Setia Budi Surakarta, Tahun 1990 sampai tahun 1994 kerja di PT PURABARUTAMA unit Tinta di Kudus. Tahun 1990 menyelesaikan S1 Teknik Kimia di Institut Teknologi Nasional Malang, dan tahun 2011 menyelesaikan S2 Teknik Kimia di Universitas Diponegoro (UNDIP). Bidang ilmu dan keahlian yang dipelajari adalah Teknik Kimia. Mata kuliah yang diampu di Program Studi S-1 Teknik Kimia Lain : Termodinamika, Perpindahan Panas, Kimia Dasar, Alat Industri Kimia dan Operasi Teknik Kimia.

Dr. Supriyono, S.T., M.T. adalah dosen di Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Setia Budi sejak 1995 sampai sekarang. Pendidikan tingginya ditempuh dan lulus pada Departemen Teknik Kimia Universitas Gadjah Mada tahun 1994 untuk S1, tahun 2006 untuk S2 dan 2015 untuk S3-nya. Mengikuti program Ph.D. *exchange* yang didanai oleh Uni Eropa melalui program Erasmus Mundus di University of Minho Portugal tahun 2010 sampai 2012 dan University of Porto Portugal dari 2013 sampai dengan 2014. Di bidang penelitian, mendapatkan berbagai hibah dana penelitian sebagai ketua tim dari Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat Republik Indonesia mulai tahun 2007 hingga 2024, serta ketua pada program *Matching Fund* Kedaireka 2022.

Dra. Nur Hidayati, adalah dosen di Program Studi Analisis Kesehatan Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Setia Budi sejak 1989 sampai sekarang. Tahun 1988 menyelesaikan S1 Pendidikan Kimia dan tahun 2010 menyelesaikan S2 Magister Pendidikan Kimia di Universitas Sebelas Maret (UNS).

Drs. Soebiyanto, M.Or., M.Pd. adalah dosen di Program Studi Analisis Kesehatan Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Setia Budi sejak 1992 sampai sekarang. Tahun 1992 menyelesaikan S1 Pendidikan Kimia, tahun 2004 menyelesaikan S2 Magister Ilmu Keolahragaan, dan tahun 2016 menyelesaikan S2 Magister Pendidikan Kimia di Universitas Sebelas Maret (UNS).

Dr. Apt. Ilham Kuncahyo, S.Si., M.Sc., adalah dosen di Program Studi Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi sejak 1996 sampai sekarang. Tahun 1995 menyelesaikan S1 Farmasi, tahun 2010 menyelesaikan S2 Farmasi, dan tahun 2020 menyelesaikan S3 Farmasi di Universitas Gadjah Mada (UGM). Publikasi ilmiah dalam bentuk jurnal baik terakreditasi oleh Kemenristik DIKTI maupun jurnal internasional bereputasi Scopus telah terpublikasi dan dijadikan referensi oleh beberapa penulis jurnal. Bidang teknologi formulasi sediaan farmasi dan pengembangan sistem penghantaran obat terbaharukan seperti berbasis lipid menjadi inovasi yang banyak dijadikan topik untuk penelitian Hibah dari Kemenristik DIKTI. Konsep teknologi nano sistem penghantaran obat ini telah lolos didanai kemenristik DIKTI melalui Hibah Fundamental mulai tahun 2021-2022, 2022-2023 dan 2023-2024. Selain mengajar di Universitas Setia Budi Surakarta baik S1, Apoteker maupun S2 farmasi, juga mengajar di beberapa universitas/STIKes di luar Universitas Setia Budi.

Mahardira Dewantara, S.T., M.Eng., adalah dosen di Program Studi Teknologi Rekayasa Elektromedis Institut Teknologi Sains dan Kesehatan PKU Muhammadiyah Surakarta sejak 2023 sampai sekarang. Tahun 2018 menyelesaikan S1 Teknik Elektronika Universitas Muhammadiyah Surakarta dan tahun 2020 menyelesaikan S2 Teknik Elektronika di Universitas Gadjah Mada (UGM).

Drs. Afif Afghohani, M.Kom., adalah dosen PNS DPK di Program Studi Pendidikan Matematika, FPMIPA, IKIP PGRI Semarang mulai tahun 1990 sampai dengan tahun 1997. Kemudian pindah tempat bekerja di Program Studi Pendidikan Matematika, Fakultas Keguruan & Ilmu Pendidikan, Universitas Veteran Bangun Nusantara Sukoharjo sejak 1997 sampai sekarang. Tahun 1989 menyelesaikan S1 Matematika di Universitas Gadjah Mada (UGM) dan tahun 2004 menyelesaikan S2 Ilmu Komputer di Universitas Gadjah Mada (UGM).



MENGOLAH LIMBAH DENGAN LIMBAH:

PENGOLAHAN LIMBAH CAIR INDUSTRI PELAPISAN LOGAM DENGAN NANOPARTIKEL BESI DARI LIMBAH BESI BENGKEL BUBUT

Nanoteknologi telah menjadi solusi inovatif dalam pengolahan limbah industri, terutama dalam mitigasi pencemaran logam berat. Buku ini mengupas tuntas tentang sintesis hijau nanopartikel besi berbasis fero sulfat heptahidrat (FSH) dari limbah *scrap* besi bengkel bubut dengan memanfaatkan ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) sebagai agen pereduksi alami. Melalui pendekatan ramah lingkungan, buku ini menjelaskan proses sintesis, karakterisasi, serta efektivitas nanopartikel dalam mengadsorpsi ion kromium (VI) dari limbah cair industri pelapisan logam. Hasil penelitian yang disajikan memberikan wawasan mendalam tentang efisiensi adsorpsi, mekanisme interaksi, serta potensi penerapannya dalam pengelolaan limbah industri yang lebih berkelanjutan. Ditulis dengan pendekatan ilmiah yang komprehensif, buku ini menjadi referensi penting bagi akademisi, peneliti, serta praktisi di bidang teknik lingkungan, kimia material, dan nanoteknologi. Dengan membaca buku ini, pembaca akan memperoleh pemahaman yang lebih luas mengenai inovasi sintesis hijau dan aplikasinya dalam pengolahan limbah industri secara efektif dan berkelanjutan.



Dicetak:

CV. INDOTAMA SOLO

Penerbit & Supplier Bookstore

Jl. Pelangi Selatan, Perum PDAM,

Kepuhsari, Mojosongo, Jebres, Surakarta 57127

Telp. 085186073655, 081333769425, 081542834155

E-mail: hanifpustaka@gmail.com, pustakahanif@yahoo.com

Anggota IKAPI No. 165/JTE/2018

ISBN 978-623-8386-91-8



9

786238

386918