ALCHEMY : JOURNAL OF CHEMISTRY

Artikel Penelitian

Material Adsorben Magnetik Berbasis Silika Sekam Padi untuk Adsorpsi Hg(II) dari Limbah Pertambangan Emas Tumpangpitu Banyuwangi

Ani Qomariyah[1], Ratih Hidayah[2]*, Ardhi Khoirul Hakim[1]

[1]Program Studi Teknologi Laboratorium Medis, Universitas Dr. Soekardjo, Banyuwangi, Indonesia, 68400
[2]Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember, Jember, Indonesia, 68121

INFO ARTIKEL

Riwayat Artikel
Diterima: 31 Agustus 2026
Direvisi: 4 Oktober 2026
Diterima: 20 Oktober 2026
Tersedia online: 30 Oktober 2026

* Email (penulis korespondensi):
ratih.fmipa@unej.ac.id

DOI: https://doi.org/10.18860/al.v14i2.45878

ABSTRAK

Abstract
Heavy metal contamination, particularly mercury (Hg), is a significant environmental concern associated with gold mining activities. The use of mercury in the amalgamation process can result in its release into the environment, posing potential risks to ecosystems and human health. One promising approach to mitigate mercury contamination in mining waste is the use of silica-based magnetic adsorbents. This study aimed to develop rice husk-derived SH/Fe_3O_4@SiO_2 as an effective adsorbent for Hg(II) removal. Silica was extracted from rice husk and subsequently used in the synthesis of silica-coated magnetic Fe_3O_4, followed by surface modification with mercapto (–SH) groups using 3-mercaptopropyltrimethoxysilane (MPTMS). The synthesized material was characterized using Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR), X-ray diffraction (XRD), and scanning electron microscopy (SEM). The results showed that SH/Fe_3O_4@SiO_2 exhibited high Hg(II) adsorption efficiency at pH 3, reaching 95.67 ± 0.33%. The material also demonstrated effective Hg(II) removal from a real gold-mining wastewater sample collected from Tumpangpitu, Banyuwangi. These findings demonstrate the potential of rice husk-derived SH/Fe_3O_4@SiO_2 as a magnetic adsorbent for Hg(II) removal under laboratory conditions and provide a basis for further development for mining wastewater treatment.

Keywords: mercury, adsorption, silica, rice husk, mining waste

Abstrak
Pencemaran logam berat, khususnya merkuri (Hg), menjadi isu lingkungan signifikan akibat aktivitas pertambangan emas. Penggunaan merkuri dalam proses amalgamasi menyebabkan pelepasannya ke lingkungan yang berisiko bagi ekosistem dan kesehatan manusia. Salah satu solusi yang menjanjikan adalah penggunaan adsorben berbasis silika dan magnetik untuk mengurangi kadar merkuri dalam limbah pertambangan. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan material SH/Fe_3O_4@SiO_2 berbasis sekam padi sebagai adsorben yang efektif

untuk mengadsorpsi Hg(II). Silika diekstraksi dari sekam padi, lalu digunakan untuk sintesis material magnetik Fe_3O_4 yang dilapisi silika dan dimodifikasi dengan gugus merkapto (-SH) menggunakan 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (MPTMS). Karakterisasi material dilakukan menggunakan FT-IR, XRD, dan SEM. Hasil penelitian menunjukkan bahwa material SH/Fe_3O_4@SiO_2 memiliki efisiensi adsorpsi Hg(II) yang tinggi pada pH 3, dengan efisiensi adsorpsi mencapai 95,67 ± 0,33 %. Adsorpsi Hg(II) juga menunjukkan efektivitas yang baik pada sampel limbah pertambangan emas Tumpangpitu, Banyuwangi. Material ini menawarkan solusi yang ramah lingkungan untuk mengatasi pencemaran merkuri di daerah pertambangan, dengan potensi aplikasi yang lebih luas dalam pengolahan limbah.

Kata Kunci: merkuri, adsorpsi, silika, sekam padi, limbah pertambangan

1. Pendahuluan

Pencemaran logam berat, terutama merkuri (Hg), menjadi permasalahan lingkungan yang serius akibat aktivitas pertambangan emas [1], [2], [3]. Merkuri banyak digunakan dalam proses amalgamasi untuk mengekstraksi emas, tetapi pelepasannya ke lingkungan tanpa pengolahan yang memadai dapat menyebabkan bioakumulasi dalam rantai makanan serta dampak toksik bagi ekosistem dan kesehatan manusia [4]. Menurut data Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (KLHK), konsentrasi merkuri di perairan sekitar lokasi pertambangan rakyat di Indonesia dapat mencapai 50–100 ppb, jauh melebihi batas aman yang ditetapkan WHO, yaitu 1 ppb untuk air minum. Aktivitas penambangan emas dapat menjadi salah satu sumber masuknya merkuri (Hg) ke lingkungan, antara lain melalui penggunaan Hg dalam proses amalgamasi. Penelitian sebelumnya telah melaporkan adanya limbah merkuri pada aktivitas penambangan emas di Tumpang Pitu, Banyuwangi, dan mengisolasi bakteri indigenous dari sampel sedimen dan limbah cair yang berkaitan dengan aktivitas penambangan tersebut [5]. Oleh karena itu, aktivitas pertambangan di wilayah Tumpangpitu dapat dipandang sebagai salah satu sumber potensial paparan Hg di lingkungan. Namun, dalam penelitian ini, sumber spesifik Hg pada sampel tidak ditentukan secara langsung.

Beberapa metode telah dikembangkan untuk menurunkan kadar merkuri dalam limbah, termasuk presipitasi kimia [6], pertukaran ion [7], dan adsorpsi [8]. Di antara metode tersebut, adsorpsi menggunakan material berbasis silika dan magnetik telah mendapat perhatian luas karena keunggulannya dalam efisiensi, selektivitas, dan kemudahan dalam pemisahan [9], [10], [11]. Penelitian terdahulu melaporkan bahwa Fe_3O_4@SiO_2 memiliki kapasitas adsorpsi Hg(II) sekitar 120 mg/g, sedangkan material berbasis silika dari limbah pertanian, seperti sekam padi, menunjukkan kapasitas adsorpsi hingga 150 mg/g [12]. Studi lainnya menemukan bahwa modifikasi dengan gugus tiol (-SH) dapat meningkatkan afinitas terhadap Hg(II), dengan peningkatan kapasitas adsorpsi mencapai 200 mg/g [13].

Selain memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi, penggunaan material berbasis Fe_3O_4 juga memberikan keuntungan dalam hal pemisahan material setelah proses adsorpsi selesai [14], [15]. Sifat magnetiknya memungkinkan pemisahan cepat dengan medan magnet eksternal, sehingga meminimalkan limbah sekunder dan meningkatkan efisiensi proses [16]. Studi sebelumnya juga menunjukkan bahwa keberadaan lapisan SiO_2 pada Fe_3O_4 dapat meningkatkan stabilitas serta mencegah aglomerasi partikel, sehingga memperbesar luas permukaan aktif yang berperan dalam adsorpsi [17]. Dengan demikian, kombinasi Fe_3O_4@SiO_2 yang dimodifikasi dengan gugus -SH diharapkan mampu meningkatkan kinerja adsorpsi terhadap ion Hg(II) secara lebih selektif dan efisien.

Silika merupakan salah satu material yang banyak digunakan sebagai adsorben atau matriks pendukung adsorben karena memiliki permukaan yang kaya akan gugus silanol (Si–OH), struktur berpori, serta karakteristik permukaan yang mendukung interaksi dengan ion logam dalam larutan. Gugus silanol pada permukaan silika dapat berperan sebagai situs interaksi dengan ion logam melalui interaksi permukaan, pertukaran ion, dan pembentukan kompleks permukaan, sedangkan struktur berpori dan luas permukaan yang tinggi dapat menyediakan lebih banyak situs aktif untuk proses adsorpsi [6]. Namun, gugus silanol pada silika murni memiliki afinitas yang relatif terbatas terhadap beberapa ion logam, sehingga modifikasi permukaan diperlukan untuk meningkatkan selektivitas dan kekuatan pengikatan terhadap ion logam tertentu. Salah satu pendekatan yang banyak digunakan adalah fungsionalisasi silika dengan gugus yang memiliki atom donor, seperti gugus merkapto (–SH). Gugus merkapto memiliki afinitas yang tinggi terhadap Hg(II) dan dapat membentuk interaksi yang kuat dengan spesies merkuri, sehingga silika termodifikasi merkapto berpotensi digunakan sebagai adsorben Hg(II) [12]. Berdasarkan karakteristik tersebut, silika dalam penelitian ini tidak hanya berperan sebagai komponen permukaan, tetapi juga sebagai matriks pendukung untuk imobilisasi gugus merkapto. Silika yang diperoleh dari sekam padi digunakan untuk melapisi Fe_3O_4, kemudian dimodifikasi menggunakan 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (MPTMS). Kombinasi antara karakteristik permukaan silika, gugus merkapto sebagai situs pengikatan Hg(II), dan sifat magnetik Fe_3O_4 diharapkan menghasilkan material SH/Fe_3O_4@SiO_2 yang memiliki kemampuan adsorpsi Hg(II) sekaligus memungkinkan pemisahan adsorben secara magnetik.

Sekam padi merupakan limbah pertanian yang melimpah dan mengandung silika alami sekitar 15–20%, menjadikannya sumber potensial untuk sintesis material adsorben berbasis silika [12], [18], [19]. Pemanfaatan sekam padi sebagai prekursor dalam sintesis SH/Fe_3O_4@SiO_2 tidak hanya meningkatkan nilai tambah limbah

pertanian tetapi juga menawarkan solusi yang lebih ramah lingkungan dalam pengolahan limbah tambang [20], [21], [22]. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan material magnetik SH/Fe_3O_4@SiO_2 berbasis sekam padi sebagai adsorben yang efektif untuk mengadsorpsi Hg(II) dari limbah pertambangan emas di Tumpangpitu, Banyuwangi.

2. Bahan dan Metode

2.1. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan meliputi difraktometer sinar-*X* (Shimadzu XRD-6000, Cu kα dengan tegangan 40 kV dan arus 30 mA), scanning electron microscopy (HITACHI, S-4800), spektrofotometer infra merah (Shimadzu FTIR Prestige21) dan spektrofotometer serapan atom (contrAA 300), timbangan analitik (Mettler AE 160), oven (WTC Binder), magnet eksternal, mikropipet 1000 µL, shaker (VRN-200), sonikator (Bransonik 220 dengan frekuensi 48 kHz), pH meter (Horiba F-52), cawan porselin, alat penggerus (lumpang 40 dan mortar), peralatan gelas dan peralatan plastik.

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel limbah pertambangan emas Tumpangpitu Banyuwangi, $FeCl_2$•$4H_2O$, $FeCl_3$•$6H_2O$, HCl 37% dan NH_4OH 25% yang diperoleh dari Merck, serta akuademineral. Sebagai material pembanding untuk karakterisasi digunakan Fe_3O_4 komersial (95%, Aldrich). Untuk sumber silika digunakan silika hasil ekstraksi sekam padi yang telah dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 600 °C. Gugus merkapto (-SH) diambil dari 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (MPTMS) yang diperoleh dari Merck. Untuk proses adsorpsi digunakan larutan $HgSO_4$ dengan konsentrasi 500 mg/L. Larutan penyangga berbasis asam sitrat disiapkan dengan penambahan NaOH dan disesuaikan hingga mencapai pH 1–7.

2.2. Metode

2.2.1 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Sekam padi yang telah dibersihkan dari kotoran dikeringkan pada suhu 100°C selama 24 jam, kemudian dibakar dalam furnace pada suhu 700°C selama 4 jam untuk menghasilkan abu sekam padi. Sebanyak 10 g abu sekam padi kemudian direfluks dengan 100 mL larutan NaOH 3 M pada suhu 80°C selama 1 jam sambil diaduk menggunakan hot plate stirrer. Larutan hasil refluks kemudian disaring untuk memisahkan residu, dan filtrat yang mengandung natrium silikat ditambahkan dengan HCl 1 M secara perlahan hingga mencapai pH 7–8 untuk mengendapkan silika gel. Endapan yang terbentuk didiamkan selama 12 jam, kemudian dicuci dengan akuades hingga bebas ion klorida (diperiksa dengan uji $AgNO_3$, tidak terbentuk endapan AgCl). Silika yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 6 jam, kemudian dikalsinasi pada suhu 600°C selama 4 jam untuk menghasilkan silika murni siap digunakan dalam sintesis material adsorben [23].

2.2.2 Sintesis Magnetit

Sebanyak 5,2 gram $FeCl_3.6H_2O$ dan 2 gram $FeCl_2.4H_2O$ dicampur dengan 1 mL HCl 37%. Kemudian 200 mL akuademineral ditambahkan kedalam campuran tersebut. Selanjutnya larutan disonikasi dan dialiri gas N_2 selama 1 jam. Pada saat sonikasi dan pengaliran gas N_2, kedalam larutan tersebut ditambahkan 15 mL larutan NH_3 25% secara bertetes-tetes sehingga terbentuk koloid magnetit berwarna hitam. Setelah proses sonikasi dan pengaliran gas N_2 selesai dilakukan, koloid magnetit didiamkan selama 24 jam. Koloid magnetit dicuci dengan 200 mL akuademineral yang telah dialiri gas N_2 selama 5 menit. Proses pencucian dilakukan sebanyak 3 kali. Magnetit yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 80˚C hingga kering kemudian dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dan SEM.

2.2.3 Pelapisan Magnetit dengan Silika dan MPTMS

Sebanyak 0,5 gram magnetit dimasukkan ke dalam gelas PET dan diasamkan dengan 1 mL HCl 1 M. Kemudian larutan asam dipisahkan dari magnetit dengan bantuan medan magnet eksternal. Sebanyak 0,1 g silika hasil ekstraksi sekam padi yang telah dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 600 °C didispersikan dalam akuades. Selanjutnya, sebanyak 3 mL dispersi silika tersebut dan akuademineral 2,5 mL ditambahkan ke dalam magnetit yang telah terasamkan lalu disonikasi selama 5 menit. Selanjutnya, 0,6 mL larutan MPTMS dimasukkan ke dalam campuran magnetit dan dispersi silika yang telah disonikasi, kemudian diaduk. Larutan

HCl 1 M atau NH_4OH 1 M ditambahkan kedalamnya secara bertetes-tetes sambil diaduk hingga terbentuk gel atau diperoleh pH 7. Gel yang terbentuk dikeringkan dalam oven 80°C. Hasil dihaluskan dan dicuci dengan akuademineral hingga pH netral. Setelah dicuci, magnetit terlapis dikeringkan kembali pada suhu 80˚C selama 24 jam sehingga diperoleh $SH/Fe_3O_4@SiO_2$ (magnetit terlapis hibrida merkapto-silika)[24]. Material $SH/Fe_3O_4@SiO_2$ yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, SEM.

2.2.4 Adsorpsi Hg(II) dengan $SH/Fe_3O_4@SiO_2$

Adsorpsi logam Hg(II) dengan adsorben $SH/Fe_3O_4@SiO_2$ dilakukan pada variasi pH = 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7. Sebanyak 0,1 g adsorben $SH/Fe_3O_4@SiO_2$ ditambahkan ke dalam 25 mL larutan Hg(II) dengan konsentrasi awal 3,0 mg/L pada masing-masing kondisi pH. Kondisi pH larutan disiapkan menggunakan larutan penyangga berbasis asam sitrat yang disesuaikan dengan penambahan NaOH. Campuran diaduk pada kecepatan 300 rpm selama 30 menit pada suhu ruang. Setelah proses adsorpsi selesai, adsorben dipisahkan menggunakan magnet eksternal, kemudian filtrat dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi Hg(II) setelah proses adsorpsi. Eksperimen dilakukan tiga kali (n = 3).

2.2.5 Pengambilan Sampel Limbah Pertambangan Emas Tumpang Pitu

Sampel limbah dari lima titik sampling (Titik 1, 2, 3, 4, dan 5) dikumpulkan menggunakan metode grab sampling (sampel sesaat). Titik 1 merupakan titik yang paling jauh dari sumber pembuangan limbah pertambangan Tumpangpitu (*downstream*), sedangkan jarak antar titik sampling adalah 250 m. Penentuan dan pencatatan posisi setiap titik sampling dibantu menggunakan GPS untuk memastikan lokasi pengambilan sampel secara akurat. Sampel dikumpulkan menggunakan botol sampel kaca borosilikat berwarna gelap dengan kapasitas 500 mL. Setiap sampel diberi label yang mencantumkan nama sampel, lokasi, dan waktu pengambilan. Sampel kemudian disimpan pada suhu 4 °C hingga dilakukan analisis. Sebelum analisis konsentrasi Hg, sampel diencerkan 10 kali menggunakan akuades. Konsentrasi Hg yang diperoleh dari hasil analisis sampel yang telah diencerkan kemudian dikoreksi dengan faktor pengenceran 10 kali. Dengan demikian, konsentrasi Hg yang disajikan pada **Tabel 2** merupakan konsentrasi Hg dalam sampel sebelum pengenceran.

2.2.6 Adsorpsi Hg(II) dari Limbah Pertambangan Emas dengan $SH/Fe_3O_4@SiO_2$

Sebanyak 0,1 g adsorben $SH/Fe_3O_4@SiO_2$ ditambahkan ke dalam 25 mL sampel limbah pertambangan emas yang telah diencerkan 10 kali dan disesuaikan pada pH optimum yang diperoleh pada tahap 2.2.4. Campuran diaduk pada kecepatan 300 rpm selama 30 menit pada suhu ruang. Setelah proses adsorpsi selesai, adsorben dipisahkan menggunakan magnet eksternal, kemudian filtrat dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi Hg(II) setelah proses adsorpsi. Eksperimen dilakukan satu kali (n = 3). Efisiensi adsorpsi dihitung dengan persamaan (1).

$$\text{Efisiensi Adsorpsi (\%)} = [(C_0 - C_e) / C_0] \times 100 \quad (1)$$

Dengan C_0 adalah konsentrasi awal Hg(II) (mg/L) dan C_e adalah konsentrasi Hg(II) setelah proses adsorpsi (mg/L)

2.2.7 Analisis Hg(II) dengan AAS

Analisis Hg dilakukan menggunakan *Cold Vapor Atomic Absorption Spectrophotometry* (CV-AAS) pada panjang gelombang 253,7 nm menggunakan lampu katoda berongga Hg (Hg *hollow cathode lamp*). Pengukuran dilakukan menggunakan gas argon (Ar) dengan kemurnian ultra tinggi (UHP 99,999%) sebagai gas pembawa dengan laju alir 300 mL/menit. Lebar celah (*slit width*) instrumen diatur sebesar 0,7 nm dengan arus lampu Hg sebesar 5 mA. Hg dalam sampel direduksi menjadi Hg^0 menggunakan larutan $SnCl_2$ 10% (*b/v*) dalam HCl 10% (*v/v*), kemudian uap Hg^0 dialirkan oleh gas pembawa menuju sel absorpsi dan diukur pada panjang gelombang 253,7 nm. Sebelum pengukuran, sampel dipreparasi melalui destruksi oksidatif. Sebanyak 100 mL sampel ditambahkan 5 mL H_2SO_4 pekat, 2,5 mL HNO_3 pekat, 15 mL $KMnO_4$ 5% (*b/v*), dan 8 mL $K_2S_2O_8$ 5% (*b/v*), kemudian dipanaskan pada suhu 95 °C selama 2 jam. Setelah didinginkan hingga suhu ruang, $NH_2OH{\cdot}HCl$ 12% ditambahkan secara bertahap hingga warna ungu $KMnO_4$ hilang. Larutan selanjutnya

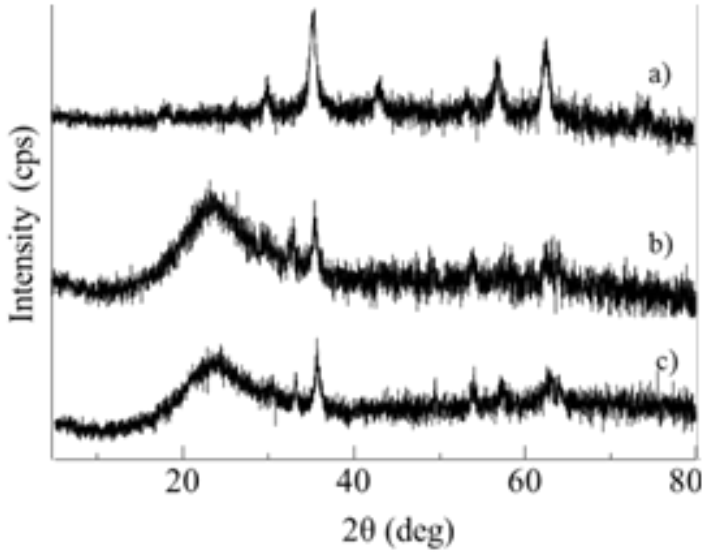
dianalisis menggunakan sistem CV-AAS. Kurva kalibrasi dibuat menggunakan larutan standar Hg pada konsentrasi 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; dan 5,0 µg/L, dengan 0,0 µg/L sebagai blanko kalibrasi. Blanko reagen diperlakukan menggunakan seluruh tahapan preparasi dan reagen yang sama seperti sampel tanpa penambahan sampel untuk mengontrol kemungkinan kontaminasi dari reagen dan proses preparasi. Setiap sampel dianalisis dalam tiga ulangan (n = 3), dan hasil konsentrasi Hg dilaporkan sebagai mean ± SD. Untuk sampel yang mengalami pengenceran, konsentrasi hasil pengukuran dikoreksi terhadap faktor pengenceran sebelum dilaporkan.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Sintesis Adsorben SH/Fe_3O_4@SiO_2 dengan Silika Hasil Ekstraksi Sekam Padi

Silika yang diekstraksi dari sekam padi diperoleh rendemen yang cukup tinggi yaitu 23,5%. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang melaporkan bahwa didapatkan rendemen 22% dengan metode ekstraksi maserasi, sedangkan ekstraksi silika dengan metode ekstraksi infundasi didapatkan rendemen yang lebih kecil yaitu 14,4% [12]. Tingginya rendemen ini menunjukkan bahwa metode ekstraksi yang digunakan memiliki efisiensi tinggi dalam memisahkan silika dari matriks sekam padi, sehingga berpotensi menjadi alternatif yang lebih unggul dalam produksi silika berkelanjutan untuk aplikasi adsorben.

Keberhasilan sintesis magnetit ditunjukkan dengan difraktogram XRD (**Gambar 1**) di bawah ini, dimana puncak Fe_3O_4 muncul pada 2θ yang sama dengan magnetit terlapis. Pada magnetit hasil sintesis dihasilkan puncak tertinggi yaitu pada 35,990 dengan indeks [311]. Indeks puncak ini juga muncul pada magnetit terlapis. Puncak magnetit yang lain muncul pada 29.67, 43.43, 54.98 dan 63.82° yang secara urut menunjukkan indeks [220], [400], [422] dan [440]. Puncak magnetit terlapis silika terlihat melebar dikarenakan fasa amorf dari silika, dan hal tersebut menunjukkan Fe_3O_4@SiO_2 memiliki struktrur semi-kristalin. Proses pelapisan magnetit tidak merubah posisi [311] yang berarti bahwa proses pelapisan tidak merusak struktur kristal, namun proses ini hanya menurunkan intensitas magnetit.

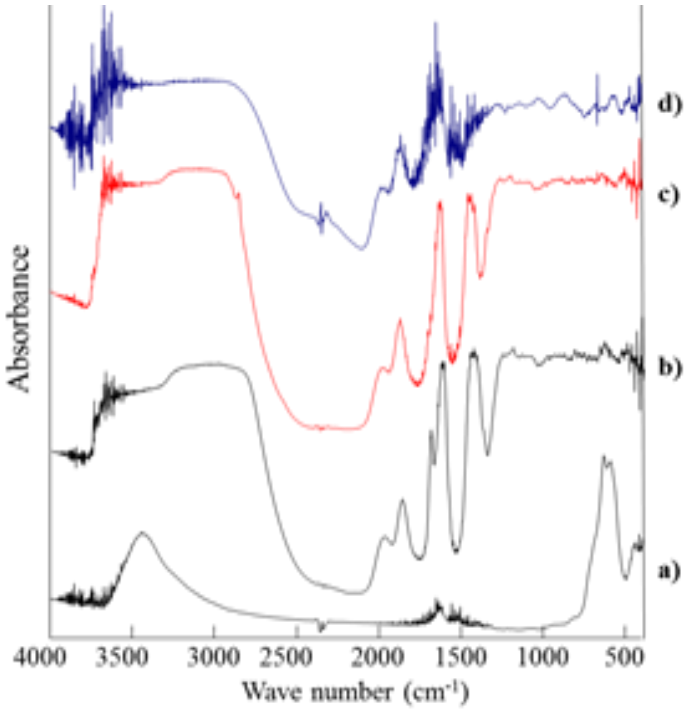


Gambar 1. Difraktogram (a) Fe_3O_4, (b) Fe_3O_4@SiO_2 dan (c) SH/Fe_3O_4@SiO_2

Berdasarkan difraktogram XRD, tidak teramati puncak tambahan yang secara jelas dapat diatribusikan sebagai fase grafit. Puncak-puncak yang teridentifikasi pada 2θ = 29,67, 35,99, 43,43, 54,98, dan 63,82° terutama berkaitan dengan fase kristalin Fe_3O_4. Setelah pelapisan dengan silika dan modifikasi menggunakan MPTMS, pola difraksi menunjukkan penurunan intensitas dan pelebaran puncak yang dapat dikaitkan dengan keberadaan fase silika amorf. Dengan demikian, berdasarkan data XRD yang diperoleh, tidak terdapat bukti yang cukup untuk menetapkan grafit sebagai fase kristalin dalam material SH/Fe_3O_4@SiO_2.

Untuk membuktikan bahwa material yang disintesis memiliki gugus fungsi yang sesuai harapan, maka dilakukan karakterisasi dengan FT-IR. Proses pelapisan magnetit dilakukan dengan metode sol-gel. Pada metode ini terbentuk polimer dari Si sehingga terdapat ikatan siloksan (Si–O–Si) pada magnetit terlapis.

Keberhasilan terbentuknya polimer ini teramati pada spektra dari magnetit terlapis. Vibrasi tekuk Si–O–Si ditunjukkan dengan pita serapan pada daerah bilangan gelombang 463 cm^{-1}. Vibrasi ulur asimetri dan simetri dari ikatan Si–O–Si teramati pada daerah bilangan gelombang 802 dan 1072 cm^{-1}. Pita serapan yang muncul di daerah bilangan gelombang 3441 dan 1636 cm^{-1} pada spektra magnetit terlapis merupakan pita serapan dari vibrasi ulur dan vibrasi tekuk gugus –OH dari ikatan Fe–OH maupun Si–OH.

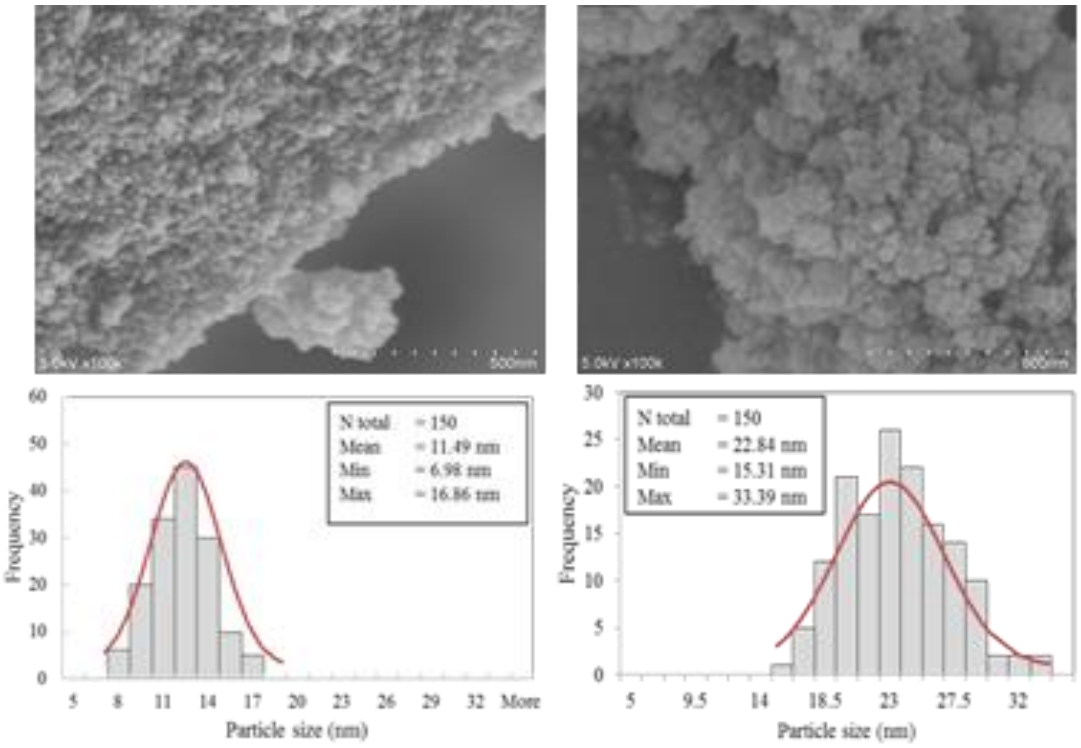


Gambar 2. Spektra FT-IR dari (a) Fe_3O_4, (b) Fe_3O_4@SiO_2, (c) SH/Fe_3O_4@SiO_2 dan (d) Hg/SH/Fe_3O_4@SiO_2

Adanya serapan dari gugus siloksan (Si–O–Si), silanol (Si–OH) dan hidroksil (–OH) menandakan telah terlapisinya magnetit dengan silika. Vibrasi ulur ikatan Si–O–H mengakibatkan munculnya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 950-960 cm^{-1}. Pada Fe_3O_4@SiO_2 serapan dari vibrasi Si–OH tidak teramati karena bertumpuk dengan lebarnya pita serapan dari vibrasi ulur Si–O–Si. Jika dibandingkan dengan spektra FTIR magnetit, spektra magnetit terlapis hibrida merkapto-silika (SH/Fe_3O_4@SiO_2) memiliki pita serapan karakteristik berupa vibrasi dari gugus propil dan gugus merkapto (–SH) yang berasal dari MPTMS. Adanya gugus propil mengakibatkan munculnya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1404 cm^{-1} yang merupakan vibrasi tekuk dari $–CH_2–$. Ikatan C–H pada gugus propil mengakibatkan munculnya serapan pada bilangan gelombang 2932 cm^{-1} sebagai vibrasi ulur asimetri sedangkan pita serapan untuk gugus –SH akan muncul pada bilangan gelombang 2600-2450 cm^{-1}. Berdasarkan **Gambar 2** muncul pita serapan lemah pada 2569 cm^{-1} yang mengindikasikan pita serapan untuk gugus –SH. Selain itu gugus merkapto (–SH) juga teridentifikasi pada daerah bilangan gelombang 694 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur asimetri C–S. Hasil karakterisasi FT-IR menunjukkan keberadaan gugus fungsi yang sesuai dengan komponen penyusun SH/Fe_3O_4@SiO_2, sehingga mendukung terjadinya proses pelapisan dan modifikasi permukaan material. Spektrum FT-IR tidak menunjukkan pita yang dapat secara spesifik digunakan untuk mengonfirmasi keberadaan grafit. Pita yang teramati terutama berasal dari vibrasi Si–O–Si, Si–OH/Fe–OH, serta gugus propil dan merkapto yang berasal dari MPTMS. Oleh karena itu, berdasarkan kombinasi data XRD dan FT-IR, keberadaan grafit sebagai produk samping belum dapat dikonfirmasi dalam penelitian ini.

Berdasarkan citra SEM pada **Gambar 3**, Fe_3O_4 menunjukkan morfologi permukaan berupa partikel yang cenderung beraglomerasi. Setelah modifikasi dengan silika, material Fe_3O_4@SiO_2 menunjukkan perubahan morfologi permukaan dibandingkan Fe_3O_4 awal, yang mengindikasikan adanya perubahan karakteristik permukaan setelah proses pelapisan/modifikasi silika. Pada material SH/Fe_3O_4@SiO_2, morfologi permukaan juga menunjukkan perubahan dibandingkan Fe_3O_4@SiO_2, yang dapat dikaitkan dengan proses modifikasi

menggunakan MPTMS. Namun, berdasarkan citra SEM saja, keberadaan struktur *core–shell,* keseragaman lapisan, dan ketebalan lapisan silika tidak dapat dikonfirmasi secara langsung. Oleh karena itu, hasil SEM dalam penelitian ini digunakan terutama untuk mendeskripsikan perubahan morfologi dan karakteristik permukaan material.



Gambar 3. Profil SEM dari (a) Fe_3O_4 dan (b) Fe_3O_4@SiO_2

3.2. Adsorpsi Hg(II) dengan Variasi pH

Pengaruh pH terhadap adsorpsi Hg(II) oleh SH/Fe_3O_4@SiO_2 menunjukkan pola yang tidak linier (**Tabel 1**). Efisiensi adsorpsi meningkat dari 49,67 ± 0,33% pada pH 1 menjadi 73,11 ± 0,38% pada pH 2 dan mencapai nilai tertinggi sebesar 95,67 ± 0,33% pada pH 3. Peningkatan efisiensi adsorpsi pada kondisi asam hingga pH 3 dapat dikaitkan dengan perubahan kondisi permukaan adsorben dan berkurangnya kompetisi ion H^+ terhadap Hg(II) pada situs aktif permukaan. Pada pH yang sangat rendah, konsentrasi H^+ yang tinggi dapat meningkatkan protonasi gugus fungsional pada permukaan material sehingga interaksi dengan Hg(II) menjadi kurang menguntungkan.

Kondisi optimum pada pH 3 menunjukkan bahwa kondisi larutan pada tingkat keasaman tersebut paling sesuai untuk interaksi Hg(II) dengan situs aktif SH/Fe_3O_4@SiO_2. Keberadaan gugus merkapto (–SH) pada permukaan material memberikan situs yang berpotensi berinteraksi dengan Hg(II), sementara permukaan silika menyediakan gugus silanol yang juga dapat berkontribusi terhadap interaksi permukaan. Dengan demikian, tingginya efisiensi pada pH 3 dapat dipandang sebagai hasil dari kondisi permukaan adsorben yang lebih mendukung interaksi dengan Hg(II).

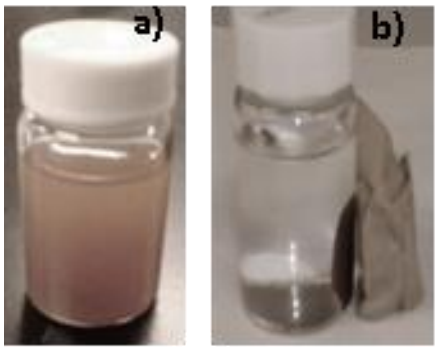
Setelah pH 3, efisiensi adsorpsi menurun menjadi 93,00 ± 0,33% pada pH 4, 83,00 ± 0,33% pada pH 5, 76,11 ± 0,51% pada pH 6, dan 59,22 ± 0,69% pada pH 7. Penurunan tersebut menunjukkan bahwa peningkatan pH tidak secara terus-menerus meningkatkan adsorpsi Hg(II). Perubahan pH dapat memengaruhi bentuk spesies Hg dalam larutan dan kondisi kimia permukaan adsorben, sehingga interaksi Hg(II) dengan situs aktif dapat berubah. Namun, karena penelitian ini tidak mencakup analisis spesiasi Hg secara langsung maupun eksperimen kontrol untuk membedakan adsorpsi dari proses lain, perubahan spesiasi tersebut tidak dapat digunakan sebagai bukti langsung mekanisme penurunan efisiensi pada pH yang lebih tinggi. Dengan

demikian, pH 3 dipilih sebagai kondisi optimum untuk pengujian selanjutnya karena memberikan efisiensi adsorpsi Hg(II) tertinggi sebesar 95,67 ± 0,33% dalam kondisi percobaan yang digunakan.

Tabel 1. Efisiensi adsorpsi Hg(II) oleh SH/Fe_3O_4@SiO_2 pada variasi pH

pH	C_0 (mg/L)	C_e (mg/L)	Efisiensi Adsorpsi (%)
1	3,0	1,510 ± 0,010	49,67 ± 0,33
2	3,0	0,807 ± 0,012	73,11 ± 0,38
3	3,0	0,130 ± 0,010	95,67 ± 0,33
4	3,0	0,210 ± 0,010	93,00 ± 0,33
5	3,0	0,510 ± 0,010	83,00 ± 0,33
6	3,0	0,717 ± 0,015	76,11 ± 0,51
7	3,0	1,223 ± 0,021	59,22 ± 0,69

Metode pemisahan adsorben SH/Fe_3O_4@SiO_2 dari larutan adsorbat menunjukkan kemudahan karena adsorben dapat dipisahkan menggunakan medan magnet eksternal dalam waktu sekitar 5 menit (**Gambar 4**). Pemisahan secara magnetik mengurangi kebutuhan terhadap tahapan pemisahan tambahan seperti filtrasi dan menunjukkan kepraktisan pemisahan adsorben pada skala laboratorium. Namun, penelitian ini belum mengevaluasi regenerasi, penggunaan berulang, stabilitas material, maupun limbah sekunder setelah proses adsorpsi. Oleh karena itu, keunggulan pemisahan magnetik yang ditunjukkan dalam penelitian ini dibatasi pada kemudahan pemisahan adsorben pada kondisi laboratorium.



Gambar 4. Pemisahan adsorben (a) sebelum dan (b) setelah penggunaan magnet eksternal selama 5 menit (Aplikasi Adsorben Skala Laboratorium)

3.3. Adsorpsi Hg(II) dari Sampel Air Limbah Pertambangan Emas

Proses adsorpsi menjadi salah satu metode yang efektif untuk menurunkan kadar merkuri (Hg(II)) dalam air limbah, terutama yang berasal dari aktivitas pertambangan emas. Dalam penelitian ini, adsorpsi Hg(II) menggunakan adsorben SH/Fe_3O_4@SiO_2 telah diuji pada sampel air limbah nyata dari lima titik berbeda guna mengevaluasi kinerjanya dalam kondisi lingkungan yang kompleks. Hasil Adsorpsi Hg(II) dari sampel air limbah pertambangan emas Tumpangpitu Banyuwangi dirangkum pada **Tabel 2**.

Hasil analisis laboratorium menunjukkan bahwa konsentrasi awal Hg(II) dalam sampel air limbah pertambangan emas bervariasi antara 2,850 ± 0,013 hingga 3,500 ± 0,010 mg/L, tergantung pada lokasi pengambilan sampel. Setelah proses adsorpsi pada pH optimal 3 dengan massa adsorben 0,1 g, konsentrasi Hg(II) dalam larutan menurun secara signifikan dengan rata-rata nilai akhir 0,12 mg/L dalam waktu kontak 30 menit. Efisiensi adsorpsi yang dicapai berkisar antara 94,74 ± 0,07% hingga 96,57 ± 0,12%. Tingginya efisiensi adsorpsi tersebut konsisten dengan adanya gugus fungsi pada permukaan SH/Fe_3O_4@SiO_2 yang berpotensi berinteraksi dengan Hg(II).

Tabel 2. Hasil adsorpsi Hg(II) dari sampel air limbah pertambangan emas Tumpangpitu Banyuwangi

Titik Sampel	C_0 (mg/L)	C_e (mg/L)	Efisiensi Adsorpsi (%)
Titik 1	2,850 ± 0,013	0,150 ± 0,002	94,74 ± 0,07
Titik 2	3,100 ± 0,024	0,140 ± 0,003	95,48 ± 0,10
Titik 3	3,250 ± 0,016	0,120 ± 0,003	96,31 ± 0,09
Titik 4	3,400 ± 0,011	0,130 ± 0,001	96,18 ± 0,03
Titik 5	3,500 ± 0,010	0,120 ± 0,004	96,57 ± 0,12

Keberadaan gugus –SH pada SH/Fe_3O_4@SiO_2 teridentifikasi melalui FT-IR dan secara teoritis dapat berkontribusi terhadap interaksi dengan Hg(II). Namun, kontribusi spesifik gugus –SH terhadap peningkatan adsorpsi tidak dapat dipisahkan secara kuantitatif dalam penelitian ini karena tidak dilakukan pengujian kontrol menggunakan Fe_3O_4 dan Fe_3O_4@SiO_2. Setelah proses adsorpsi, karakteristik permukaan adsorben menunjukkan perubahan morfologi dibandingkan material sebelum adsorpsi. Namun, berdasarkan citra SEM saja, keberadaan Hg pada permukaan adsorben tidak dapat dikonfirmasi secara elemental.

Keunggulan metode ini pada kondisi laboratorium adalah kemudahan pemisahan adsorben setelah proses adsorpsi menggunakan medan magnet eksternal. Sifat magnetik SH/Fe_3O_4@SiO_2 memungkinkan adsorben dipisahkan dari larutan tanpa memerlukan proses filtrasi. Namun, aspek keberlanjutan proses dan dampak lingkungan secara keseluruhan belum dievaluasi dalam penelitian ini.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa SH/Fe_3O_4@SiO_2 memiliki kinerja adsorpsi yang baik terhadap Hg(II) pada kondisi laboratorium, termasuk ketika diuji menggunakan sampel air limbah pertambangan emas nyata. Hasil tersebut menunjukkan potensi material untuk dikembangkan lebih lanjut sebagai adsorben Hg(II). Namun, pengujian regenerasi, penggunaan berulang, stabilitas, serta evaluasi limbah sekunder masih diperlukan sebelum material dapat dipertimbangkan untuk penerapan pada kondisi lapangan.

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa sekam padi berpotensi sebagai sumber silika berkelanjutan dengan rendemen ekstraksi sebesar 23,5%. Sintesis material SH/Fe_3O_4@SiO_2 berhasil dilakukan dan dikonfirmasi melalui karakterisasi XRD, FT-IR, dan SEM. Dalam pengujian adsorpsi Hg(II), efisiensi adsorpsi tertinggi diperoleh pada pH 3, yaitu sebesar 95,67 ± 0,33%. Peningkatan pH setelah kondisi optimum menyebabkan penurunan efisiensi adsorpsi Hg(II). Pada pengujian menggunakan sampel air limbah pertambangan emas nyata, SH/Fe_3O_4@SiO_2 menunjukkan efisiensi adsorpsi sebesar 94,74–96,57%. Sifat magnetik material memungkinkan pemisahan adsorben dari larutan menggunakan medan magnet eksternal pada kondisi laboratorium. Hasil penelitian ini menunjukkan potensi SH/Fe_3O_4@SiO_2 sebagai adsorben Hg(II), sedangkan evaluasi regenerasi, penggunaan berulang, stabilitas, dan limbah sekunder diperlukan untuk menilai kelayakan pengembangan lebih lanjut menuju aplikasi lapangan.

Ucapan Terima Kasih

Tim riset mengucapkan terimakasih kepada kepada Universitas Dr. Soekardjo Banyuwangi yang telah memberikan dukungan dana, serta Laboratorium Kimia Universitas Dr. Soekardjo Banyuwangi yang telah menyediakan berbagai keperluan alat penunjang penelitian. Ucapan terimakasih juga ditujukan kepada Lembaga Penelitian dan Pengujuan Terpadu (LPPT) UGM yang telah memfasilitasi untuk analisis instrumentasi berupa analisis FT-IR, XRD, dan SEM.

Daftar Pustaka

[1] M. A. Vecchio, L. Abou-Zeid, L. Suàrez-Criado, M. Vandermeiren, M. Grotti, dan F. Vanhaecke, “Enhanced insight into the biogeochemical cycle of Hg in the Antarctic marine environment of Terra Nova Bay via isotopic analysis,” Chemosphere, Mar. 2025, doi: 10.1016/j.chemosphere.2025.144157.

[2] Y. Fang, T. Wang, P. Liu, Y. Wang, Y. Guo, G. Liu, J. Shi, Y. Yin, Y. Cai, dan G. Jiang, “Widespread mercurous [Hg(I)] species in mercury droplet impacted environments: Evidence from an abandoned Hg

smelting plant in Xunyang, China," Water Research, vol. 263, hlm. 122164, Okt 2024, doi: 10.1016/j.watres.2024.122164

[3] K. Bishop, J. B. Shanley, A. Riscassi, H. A. de Wit, K. Eklöf, B. Meng, C. Mitchell, S. Osterwalder, P. F. Schuster, J. Webster, dan W. Zhu, "Recent advances in understanding and measurement of mercury in the environment: Terrestrial Hg cycling," Science of The Total Environment, 2020, doi: 10.1016/j.scitotenv.2020.137647.

[4] E. Azari, H. Nikmanesh, M. Niad, dan A. Ahmadi, "Dual-targeted pH-sensitive Fe_3O_4/Au core-shell nanocarriers for optimized doxorubicin delivery in cancer treatment," Results in Physics, vol. 87, hlm. 108732, Agu 2026, doi: 10.1016/j.rinp.2026.108732.

[5] S. R. Lutfi, W. Wignyanto, dan E. Kurniati, "Bioremediasi merkuri menggunakan bakteri indigenous dari limbah penambangan emas di Tumpang Pitu, Banyuwangi," Jurnal Teknologi Pertanian, vol. 19, no. 1, Apr 2018, doi: 10.21776/ub.jtp.2018.019.01.2.

[6] M. Shuwaili, M. A. Hussein, S. A. Hardan, dan K. Al-Khafaji, "Experimental processing and quantum mechanical insights using surface modification of Nano-Fe_3O_4@Oleic acid for the removal of phenol," Journal of the Indian Chemical Society, vol. 103, no. 4, hlm. 102511, Apr 2026, doi: 10.1016/j.jics.2026.102511.

[7] S. Acharya, S. R. Rout, R. R. Samal, S. K. S. Parashar, dan B. P. Sahoo, "Exploring the effect of graphene@Fe3O4 hybrid filler with TPU/PPy nanocomposites for microwave absorption in C, X, Ku bands with minimum reflection," Next Nanotechnology, vol. 10, hlm. 100668, Des 2026, doi: 10.1016/j.nxnano.2026.100668.

[8] Z. Liu *dkk*., "Fe_3O_4 / lauric acid electrochemical sensor for rapid, selective and cost-effective microplastic detection in water," Talanta, vol. 312, hlm. 130483, Feb 2027, doi: 10.1016/j.talanta.2026.130483.

[9] L. Wang *dkk*., "Graphitization-driven interfacial polarization and conductivity in core–shell Fe_3O_4@hydrochar composites achieving high-performance electromagnetic wave absorption," Chemical Engineering Journal, vol. 539, hlm. 177124, Jul 2026, doi: 10.1016/j.cej.2026.177124.

[10] A. G. Abu-El Khair, H. S. El-Sayed, S. M. El-Sayed, dan A. M. Youssef, "Green synthesized of Fe_3O_4 nanoparticles and its application in preparation of probiotic Jelly Yogurt," Food and Humanity, vol. 7, hlm. 101351, Des 2026, doi: 10.1016/j.foohum.2026.101351.

[11] Z.-A. Wang, H.-Y. Li, E.-S. Wu, G. Li, L.-P. Wang, dan S.-S. Wang, "Polymer grafted Fe_3O_4 nanoparticles via surface-initiated metal-free ATRP for oil-water separation," Reactive and Functional Polymers, hlm. 106919, Agu 2026, doi: 10.1016/j.reactfunctpolym.2026.106919.

[12] A. Qomariyah dan R. Hidayah, "Abu limbah sekam padi sebagai bioadsorben yang efektif untuk logam timbal dalam tanah," Fullerene Journal of Chemistry, vol. 6, no. 2, hlm. 81–88, Des 2021, doi: 10.37033/fjc.v6i2.273.

[13] J. Zhou *dkk*., "Synergistic Regulation of Phase Evolution and Magnetic Properties of Fe_3O_4 Nanoparticles Synthesized via Air Oxidation," Journal of Alloys and Compounds, hlm. 190761, Agu 2026, doi: 10.1016/j.jallcom.2026.190761.

[14] Y. Hu, D. Gong, M. Qu, P. Tang, dan Y. Bin, "Synthesis of free-standing carbon nanotube buckypaper films decorated with Fe_3O_4 nanoparticles and polyaniline as highly effective electromagnetic shielding materials," New Carbon Materials, vol. 41, no. 3, hlm. 583–595, Jun 2026, doi: 10.1016/S1872-5805(26)61082-7.

[15] S. Niyazi, L. Yu, dan M. Shahid, "Temperature-dependent synergy of Fe_3O_4 nanocatalysts boosts biohydrogen production via metabolic redirection," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 14, no. 5, hlm. 123473, Okt 2026, doi: 10.1016/j.jece.2026.123473.

[16] F. Alavi, E. Saievar-Iranizad, dan S. R. Mohammadi, "The synthesis of Fe_3O_4@Au nanoparticles and the feasibility study of attaching them to the E. coli bacterial membrane," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 351, hlm. 131932, Mar 2026, doi: 10.1016/j.matchemphys.2025.131932.

[17] F. Ruiz-Perez *dkk*., "X-band electromagnetic attenuation in 3D-printed resin metastructures enabled by GO/Fe_3O_4/polypyrrole nanotubes composites," *Applied Materials Today*, vol. 51, hlm. 103347, Agu 2026, doi: 10.1016/j.apmt.2026.103347.

[18] X. Han *dkk.*, "TiO_2-SiO_2 nanostructure hydrosol synthesized from peroxo titanium precursor by Fe_3O_4 catalysis for concrete self-cleaning coating," *Construction and Building Materials*, vol. 540, hlm. 147648, Sep 2026, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2026.147648.

[19] S. Susilawati, H. Lubis, T. Sembiring, J. Yanti, S. Sabar, S. N. Pardede, A. F. Napitupulu, dan M. Hasanah, "Fe_3O_4/SiO_2 composite derived from rice husk ash to enhance methylene blue removal efficiency in wastewater treatment," *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, vol. 9, hlm. 100762, Jun 2024, doi: 10.1016/j.cscee.2024.100762.

[20] E. Azari, M. Niad, H. Nikmanesh, dan A. H. Ahmadi, "Fe_3O_4/SiO_2 core-shell nanoparticles: dual-targeting drug carrier for doxorubicin delivery in cancer therapy," *Results in Chemistry*, vol. 26, hlm. 103181, Jul 2026, doi: 10.1016/j.rechem.2026.103181.

[21] A. A. Khan, M. Danish, S. Rubaiee, dan S. M. Yahya, "Insight into the investigation of Fe_3O_4/SiO_2 nanoparticles suspended aqueous nanofluids in hybrid photovoltaic/thermal system," *Cleaner Engineering and Technology*, vol. 11, hlm. 100572, Des 2022, doi: 10.1016/j.clet.2022.100572.

[22] F. M. A. Altalbawy *dkk.*, "Iodine source heterogenized on Fe_3O_4@SiO_2 modified with dopamine as a green and reusable nanocatalyst for the synthesis of 2,4,5-triaryl imidazoles," *Polyhedron*, vol. 268, hlm. 117355, Feb 2025, doi: 10.1016/j.poly.2024.117355.

[23] A. Umaz dan M. Ş. Ece, "Synthesis, characterization of a novel nickel-organo-silica supported magnetic nanocatalysts (Fe_3O_4@SiO_2@Tris@Ni): Effective hydrogen generation from sodium borohydride," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 1043, hlm. 184269, Okt 2025, doi: 10.1016/j.jallcom.2025.184269.

[24] N. Nuryono, A. Qomariyah, W. Kim, R. Otomo, B. Rusdiarso, dan Y. Kamiya, "Octyl and propylsulfonic acid co-fixed Fe_3O_4@SiO_2 as a magnetically separable, highly active and reusable solid acid catalyst in water," *Molecular Catalysis*, vol. 475, hlm. 110248, Okt 2019, doi: 10.1016/j.mcat.2018.11.019.