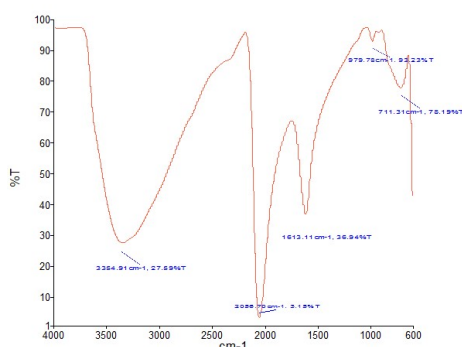


Gambar 6. FTIR Prussian Blue dengan variasi 12 gram $K_4[Fe(CN)_6]$



Gambar 7. FTIR Prussian Blue dengan variasi 13 gram $K_4[Fe(CN)_6]$

Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 600 cm^{-1} – 4000 cm^{-1} , hasil FTIR dari Prussian Blue dengan memvariasikan kalium ferrosianida yaitu 11, 12 dan 13 gram dapat dilihat pada gambar 3, 4, dan 5. Pada hasil uji tidak terdapat perbedaan yang signifikan. Dimana pada PB1, PB2 dan PB3 mode pita OH muncul puncak pada 3273 cm^{-1} , 3346 cm^{-1} , dan 3354 cm^{-1} . Pada puncak 2300 muncul puncak tajam pada PB1 yang menunjukkan mode pita CN, sedangkan pada PB2 dan PB3 mode pita CN muncul pada puncak 2056.

Pada gambar 6 spektrum pita serapan yang berkisar antara 3500 cm^{-1} sampai 2360 cm^{-1} merupakan karakteristik dari vibrasi ulur OH yang menunjukkan adanya air dalam sampel. Puncak pada 1161 cm^{-1} dapat ditetapkan ke dalam mode pita O-H. Puncak pada 709 cm^{-1} dapat ditetapkan ke dalam mode pita Fe-CN-Fe dan tumpang tindih masing-masing (Fe-C) dan (Fe-O).

Pita serapan sekitar 2056 cm^{-1} yang merupakan puncak tertajam pada spektrum FTIR menunjukkan mode pita CN untuk senyawa Prussian Blue. Adanya endapan biru gelap pada kelarutan $K_4[Fe(CN)_6]$ dengan asam encer $FeCl_3$ bersama dengan 2056 cm^{-1} pada puncak spektrum FTIR menegaskan pembentukan besi hidrat sianida[10]. Adanya puncak CN dan Fe^{2+} -CN- Fe^{3+} menunjukkan terbentuknya senyawa Prussian Blue [8].

Spektrum infrared transformasi Fourier menunjukkan beberapa puncak diantaranya, puncak kuat pada 2057 cm^{-1} yaitu puncak absorpsi karakteristik Prussian Blue ditetapkan sebagai getaran regangan gugus $C\equiv N$ dalam $K_4Fe(CN)_6$. Pita absorpsi dekat 3215 cm^{-1} dan 1602 cm^{-1} masing-masing ditetapkan ke mode peregangan O – H dan mode tekuk H –

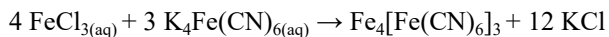
O – H, yang menunjukkan adanya gaya tarik interstisial dalam sampel[11].

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa dalam sintesis Prussian Blue massa kalium ferrosianida $K_4Fe(CN)_6$ berpengaruh terhadap warna Prussian Blue yang dihasilkan, semakin banyak massa kalium ferrosianida $K_4Fe(CN)_6$ yang digunakan maka semakin cerah warna biru yang dihasilkan dan mendekati warna standar. Pengotor yang dihasilkan juga semakin sedikit. Zat yang dihasilkan kurang murni karena kesalahan perbandingan zat yang digunakan pada saat sintesis zat warna.

REFERENSI

- [1] S. dkk Salomo, "Sifat Magnetik Dan Ukuran Partikel Magnetik Serta Komposisi Material Pasir Besi Pantai Kata Pariaman Sumatera Barat Di Sintesa Dengan Iron Sand Separator Dan Ball Milling," *J. Online Phys.*, vol. 3, no. 2, pp. 11–14, 2018, doi: 10.22437/jop.v3i2.5730.
- [2] S. Siregar and A. Budiman, "Penentuan Nilai Suseptibilitas Magnetik Mineral Magnetik Pasir Besi Sisa Pendulangan Emas di Kabupaten Sijunjung Sumatera Barat," *J. Fis. Unand*, vol. 4, no. 4, pp. 344–349, 2015.
- [3] M. dkk Rizki, "Barium Ferit ($BaFe_{12}O_{19}$) Pasir Besi Batang Sukam Kabupaten Sijunjung Sumatera Barat," *J. Fis. Unand*, vol. 7, no. 1, pp. 15–20, 2018.
- [4] T. Atma K, "Sintesis dan Karakterisasi pigmen Warna Hitam, Merah dan Kuning Berbahan Dasar Pasir Besi," vol. 10, no. 2, pp. 129–134, 2015.
- [5] Y. H. Chiang, "Research and Application of Prussian Blue in Modern Science," *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 384, no. 1, 2019, doi: 10.1088/1755-1315/384/1/012005.
- [6] L. dkk Wahyuni, "Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Pigmen (Biru) Prussian Blue Ferric(III)Hexacyanoferrate(II) $(Fe_4[Fe(CN)_6]_3)$ Berbahan dasar pasir besi alam," no. Iii, 2013.
- [7] A. et al Gotoh, "Simple synthesis of three primary colour nanoparticle inks of Prussian blue and its analogues," *Nanotechnology*, vol. 18, no. 34, 2007, doi: 10.1088/0957-4484/18/34/345609.
- [8] S. et al Rajendran, "Green Electrochemistry - A Versatile Tool in Green Synthesis: an Overview," *Port. Electrochim. Acta*, vol. 34, no. 5, pp. 321–342, 2016, doi: 10.4152/pea.201605321.
- [9] H. Setyawati, "Sintesis dan karakterisasi senyawa kompleks $zn(ii)$ -edta sebagai senyawa antialga pada cooling water industri," *J. Kim. Ris.*, vol. 2, no. 1, p. 43, 2017, doi: 10.20473/jkr.v2i1.3689.
- [10] S. et al Rohilla, "Synthesis of $Fe_4[Fe(CN)_6]_3 \cdot 14H_2O$ nanopowder by co-precipitation technique and effect of heat treatment," *Acta Phys. Pol. A*, vol. 118, no. 4, pp. 696–700, 2010, doi: 10.12693/APhysPolA.118.696.
- [11] A. M. Farah et al., "Synthesis of prussian blue and its electrochemical detection of hydrogen peroxide based on cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) modified glassy carbon electrode," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 8, no. 11, pp. 12132–12146, 2013.



m : 0,06 mol 0,03 mol

b : 0,04 mol 0,03 mol

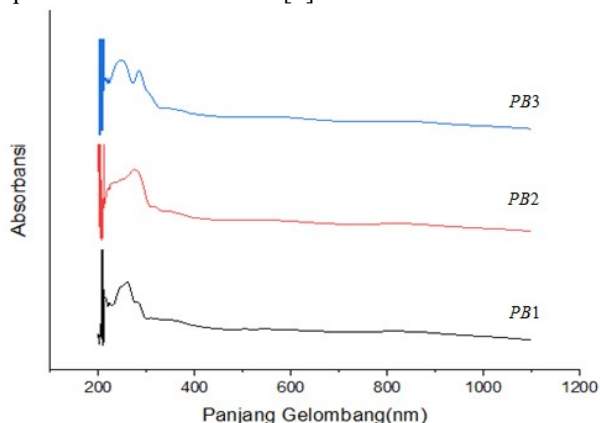
s : 0,02 mol -

Berdasarkan reaksi diatas, perbandingan mol dari FeCl_3 dan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ seharusnya adalah 4:3, akan tetapi pada penelitian digunakan mol FeCl_3 0,06 dan 0,03 perbandingan 2:1. Kesalahan perbandingan zat yang digunakan mengakibatkan warna yang dihasilkan berwarna biru kehitaman (lebih gelap), hal ini dipengaruhi oleh kelebihan FeCl_3 yang terkandung didalam zat warna tersebut.

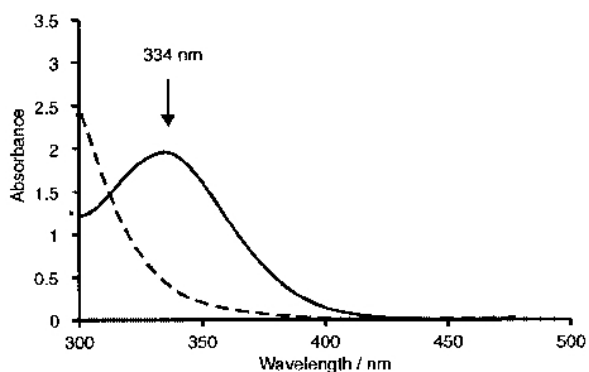
C. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk menentukan kemurnian suatu zat berdasarkan absorbansi pada panjang gelombang tertentu. Analisa spektrofotometer UV-Vis pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui range panjang gelombang UV-Vis yang terabsorpsi oleh *Prussian Blue*.

Spektrum sinar UV-Vis *Prussian Blue* (PB) yang dibuat dengan metode kimiawi (dengan mencampurkan larutan kalium ferrisianida dan besi sulfat dalam air) akan muncul pada 275 nm dan 750 nm[8].



Gambar 2. Spektrofotometri UV-Vis *Prussian Blue* dengan variasi 11 gram $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$



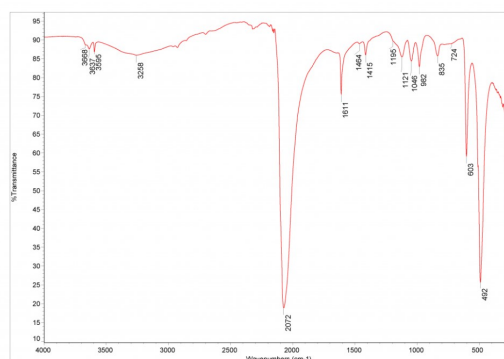
Gambar 3. Spektra UV-Vis dari FeCl_3

Pada penelitian terdapat kesalahan perbandingan mol FeCl_3 dan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ yang mengakibatkan munculnya puncak-puncak tidak diinginkan pada hasil UV-Vis, seperti puncak yang muncul pada panjang gelombang 200 nm, 300 nm, 500 nm dan 800 nm. Perbandingan mol yang seharusnya digunakan yaitu 4:3 (0,04 mol : 0,03 mol) sedangkan perbandingan mol yang dipakai yaitu 2:1 (0,06 mol : 0,03 mol), yang mengakibatkan adanya kelebihan FeCl_3 yang digunakan sebanyak 0,02 mol. Kelebihan FeCl_3 ini yang mengakibatkan munculnya puncak pada panjang gelombang 200 nm, 300 nm dan 500 nm.

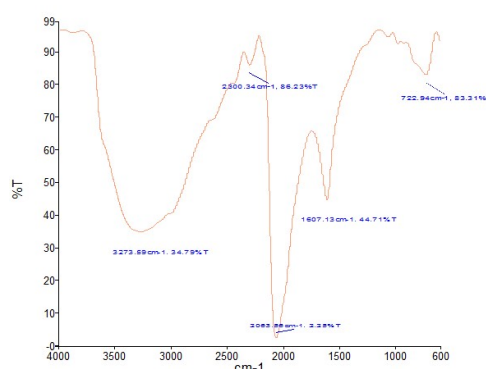
Terdapat pergeseran panjang gelombang puncak serapan maksimal ke arah panjang gelombang yang lebih tinggi yang disebut dengan pergeseran batokromik. Pergeseran batokromik atau pergeseran merah yaitu pergeseran absorpsi ke arah panjang gelombang yang lebih besar[9]. Terjadi pergeseran panjang gelombang *Prussian Blue* yang berada sekitar 750 nm bergeser ke panjang gelombang 800 nm di sebabkan oleh teroksidasinya Fe^{2+} menjadi Fe_2O_3 .

D. Fourier-transform InfraRed

Prinsip kerja fourier-transform infrared (FTIR) yaitu untuk mengidentifikasi senyawa, mendeteksi gugus fungsi, dan menganalisis campuran dan sampel yang dianalisa. Instrumen FTIR pada penelitian ini digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan senyawa yang terkandung dalam *Prussian Blue*.



Gambar 4. FTIR standar *Prussian Blue*



Gambar 5. FTIR *Prussian Blue* dengan variasi 11 gram $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Pada penelitian ini digunakan metode kopresipitasi dikarenakan menggunakan suhu yang relatif rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran sehingga waktu yang dibutuhkan relatif singkat. Metode kopresipitasi ini merupakan pengendapan ikatan, proses dimana suatu zat yang dapat larut, ikut tersangkut dan mengendap selama proses pengendapan zat yang diinginkan[6].

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan bahan

Lumpang dan alu, ayakan 270 mesh, neraca analitik, gelas kimia, labu ukur, pipet tetes, pipet gondok, pamp, corong, alat cuci ultrasonik, batang pengaduk, spatula, magnetik stirer, kertas saring, masker, sarung tangan, spektrofotometri UV-Vis, FTIR, pasir besi Kabupaten Sijunjung, Kalium Ferrosianida $K_4[Fe(CN)_6]$, aquades, dan HCl 6M.

B. Pembuatan $FeCl_3$

Pasir besi ditarik dengan magnet, dihaluskan dan diayak dengan ayakan 270 mesh, 6 gram pasir besi dionikasi dalam 30 ml HCl 6M selama 4 jam, sehingga dihasilkan larutan $FeCl_2$ - $FeCl_3$ berwarna kuning kecoklatan.

C. Pembuatan Prussian Blue

Prussian Blue disintesis dengan memvariasikan komposisi $K_4Fe(CN)_6$, yaitu 11 gram, 12 gram, dan 13 gram yang masing-masing dilarutkan dalam 60 ml aquades. Proses sintesis dilakukan dengan meneteskan $K_4Fe(CN)_6$ ke dalam 30 ml $FeCl_3$. Selama proses pencampuran larutan distirer dengan kecepatan 400 rpm dan pada suhu ruang[6]. Larutan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan sentrifugasi, lalu dikeringkan pada suhu ruang hingga terbentuk padatan Prussian Blue yang "tidak larut"[7].

D. Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui range panjang gelombang UV-Vis yang terabsorpsi oleh Prussian Blue.

E. Fourier-transform InfraRed (FTIR)

FTIR digunakan untuk mengidentifikasi senyawa, mengetahui gugus fungsi, dan menganalisis campuran dan sampel yang terdapat dalam zat warna Prussian Blue.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pembuatan $FeCl_3$

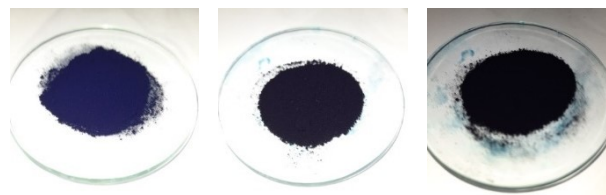
Pasir besi dari kawasan Sijunjung merupakan limbah dari kegiatan penambangan yang dilakukan oleh masyarakat. Sisa limbah pasir hitam seperti batubara kusam yang mereka hasilkan hanya dibuang begitu saja ke darat atau sungai terdekat. Oleh karena itu, pasir besi dari kawasan Sijunjung tersebut perlu dimurnikan secara fisik dan kimiawi, dan diteliti kristalinitas, komposisi kimianya, dan kerentanan magnetnya. Sehingga diperoleh informasi pasir besi / batuan

besi dengan kadar Fe tertinggi dengan metode pengolahan sederhana. Pasir besi Sijunjung yang dilarutkan dalam HCl 6M akan diperoleh larutan $FeCl_3$ berwarna coklat kehijauan, (warna kehijauan menandakan dalam larutan besi juga terdapat ion Fe^{2+}) dengan sisa komponen tidak larut berupa asam SiO_2 dan CaO sebanyak 18%.

B. Pembuatan Prussian Blue

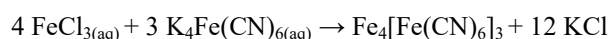
Nanopartikel Prussian Blue disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi, karena pada metode ini proses persiapan sederhana, memerlukan energi yang rendah, dan produk murni yang mudah didapatkan. Metode kopresipitasi merupakan metode yang efisien dan sederhana karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan dapat mengontrol ukuran partikel yang didapatkan sehingga waktu yang dibutuhkan relatif singkat.

Pada penelitian ini Prussian Blue disintesis dengan memvariasikan massa kalium ferrosianida $K_4[Fe(CN)_6]$ dengan tujuan untuk membandingkan warna yang dihasilkan. Semakin banyak kalium ferrosianida yang digunakan maka warna yang dihasilkan semakin cerah, dapat dilihat dari gambar dibawah :



Gambar 1. Prussian Blue dengan variasi 11, 12, dan 13 gram $K_4[Fe(CN)_6]$

Larutan $FeCl_3$ yang ditetesi dengan kalium ferrosianida $K_4[Fe(CN)_6]$ distirer dengan kecepatan 400 rpm dan pada suhu ruang supaya larutan yang didapatkan tercampur sempurna dan tidak menguap. Larutan yang telah tercampur dicuci dengan aquades untuk melarutkan sisa-sisa garam KCl yang terdapat didalam larutan, sehingga didapatkan Prussian Blue yang murni tanpa pengotor. Pengendapan dilakukan dengan bantuan alat sentrifuga untuk memisahkan larutan Prussian Blue bersifat koloid, sehingga aquades dan larutan pengotor lain yang masih tertinggal didalam larutan bisa terpisah. Endapan Prussian Blue yang didapat kemudian dikeringkan dengan tujuan untuk mendapatkan padatan Prussian Blue yang bebas dari air, endapan ini dikeringkan pada suhu ruang dengan cara diangin-anginkan karena Prussian Blue memiliki titik didih $25,7^{\circ}C$.



Menurut (Dunber, 1997) menyatakan bahwa Prussian Blue merupakan bubuk yang berwarna biru tua atau biru gelap. Pada penelitian yang telah dilakukan, warna yang dihasilkan pada sintesis Prussian Blue tidak sesuai dengan warna yang diinginkan, hal ini disebabkan karena perbedaan perbandingan mol $FeCl_3$ dan $K_4Fe(CN)_6$ yang digunakan.

Sintesis Zat Warna *Prussian Blue* ($\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$) Berbahan Pasir Besi Alam

Muthiara Wahyuni, Syamsi Aini*

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof Hamka Air Tawar Barat Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420*

* syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Sijunjung iron sand has different chemical composition and properties and high magnetic susceptibility compared to other iron sands in West Sumatra so it requires different reaction conditions. The existing iron sand needs to be increased in economic value by using it as a basic material for the manufacture of dyes. One of the dyes that can be synthesized from iron is *Prussian Blue* with the formula $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$. *Prussian Blue* has been synthesized by the coprecipitation method at room temperature by varying the mass of $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. The addition of $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ mass made the resulting color brighter and closer to the standard *Prussian Blue* color. The synthesized products were characterized using a *Prussian Blue* UV-Vis Spectrophotometer which did not meet the standards because some unwanted peaks appeared which indicated that the resulting material was impure, while characterization using FTIR could identify the presence of *Prussian Blue* forming groups.

Keywords — iron sand, $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, *Prussian Blue*, Coprecipitation.

I. PENGANTAR

Indonesia, khususnya Sumatera Barat merupakan provinsi yang terkenal dengan kekayaan alam nya, seperti : batu bara, batu kapur (semen), timah hitam, emas, seng, kelapa sawit, kakao, dan hasil perikanan. Penelitian yang dapat dilakukan dengan kekayaan alam yaitu pemanfaatan pasir besi. Pasir besi merupakan bijih besi berbentuk pasir yang banyak ditemukan dialam bercampur dengan pasir[1]. Menurut Aini.S, 2019 pasir besi daerah Pasaman, Pariaman dan Solok memiliki pengotor berupa CaHPO_4 dan SiO_2 yang mengakibatkan persentase besi menjadi rendah dibandingkan dengan pasir besi daerah Sijunjung yang memiliki persentase dan kerentanan terhadap magnet yang tinggi. Ciri-ciri dari pasir besi yaitu berwarna hitam dan kebanyakan ditemukan di pantai, sungai, dan pegunungan. Sijunjung merupakan salah satu daerah yang dikenal memiliki potensi bahan galian berupa emas, yang secara tradisional dieksploitasi oleh masyarakat dengan cara dan teknik yang sederhana yang dikenal dengan mendulang emas[2]. Pasir besi yang merupakan sisa hasil pendulangan emas mengandung mineral magnetik dengan nilai kerentanan terhadap magnet yang cukup tinggi dan didominasi dengan mineral magnetik[3]. Pasir besi banyak di temukan di sungai-sungai besar Sumatera Barat yang memiliki pasir besi melimpah seperti salah satunya yaitu sungai yang terletak di daerah Sijunjung[1]. Menurut Aini.S, 2019 pasir besi dari daerah Sijunjung adalah limbah dari pendulangan emas yang dibuang begitu saja ke tanah atau sungai terdekat.

Pemanfaatan pasir besi sebagai zat warna akan meningkatkan nilai ekonomi dari pasir besi. Pada penelitian sebelumnya telah berhasil disintesis zat warna menggunakan pasir besi yaitu zat warna hitam yang berasal dari besi oksida(Fe_3O_4), merah dan kuning yang berasal dari besi oksida (Fe_2O_3)[4]. Diperlukan pengembangan lebih lanjut terhadap penelitian zat warna, salah satunya zat warna biru supaya semua zat warna dasar dapat tersediakan.

Prussian Blue atau dikenal juga dengan ferri ferrosianida, dalam waktu yang cukup lama *Prussian Blue* digunakan dalam bidang industri pelapis seperti campuran dalam pernis baking, pewarna tinta dan aditif detergen. Kegunaan lain dari *Prussian Blue* yaitu sebagai katalis dalam beberapa reaksi kimia, atau dapat membantu penyimpanan hidrogen dan fotokimia, bahkan dapat menjadi sensor kimia, pemantauan biosensor dan kedokteran klinis. *Prussian Blue* terkenal dalam elektrokimia, fotokimia, sifat magnetik dan aplikasi analisis potensial[5].

Metode yang biasa digunakan dalam sintesis *Prussian Blue* yaitu metode kopresipitasi dan hidrotermal. Metode kopresipitasi umum digunakan dalam sintesis *Prussian Blue* karena memiliki keunggulan seperti proses persiapan yang sederhana, energi yang dibutuhkan sedikit dan produk yang dihasilkan murni. Teknologi inti penyiapan *Prussian Blue* dengan metode kopresipitasi adalah kontrol kondisi konsentrasi ligan[5].

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel berdasarkan pengendapan zat yang diinginkan.