

**SELEKTIVITAS ADSORPSI ION LOGAM Pb(II) TERHADAP
KEBERADAAN ION LOGAM Cd(II), Cu(II), Ni(II) OLEH
ADSORBEN NANOPARTIKEL MAGNETIT**

ARWANI SAPUTRI SALAM

H031 18 1321



DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

MAKASSAR

2023

**SELEKTIVITAS ADSORPSI ION LOGAM Pb(II) TERHADAP
KEBERADAAN ION LOGAM Cd(II), Cu(II), Ni(II) OLEH
ADSORBEN NANOPARTIKEL MAGNETIT**

*Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar sarjana sains*

ARWANI SAPUTRI SALAM

H031 18 1321



MAKASSAR

2023

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**SELEKTIVITAS ADSORPSI ION LOGAM Pb(II) TERHADAP
KEBERADAAN ION LOGAM Cd(II), Cu(II), Ni(II) OLEH ADSORBEN
NANOPARTIKEL MAGNETIT**

Disusun dan diajukan oleh

ARWANI SAPUTRISALAM

H031 18 1321



Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Sidang Sarjana Program Studi
Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Hasanuddin

Pada 10 Juli 2023

dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

Menyetujui,

Pembimbing Utama,

Dr. Djabal Nur Basir, S. Si., M.Si
NIP. 19740319 200801 1 010

Pembimbing Pertama

Prof. Dr. Paulina Taba, M.Phil
NIP. 19471115 198810 2 001

Ketua Program Studi



Dr. St Fauziah, M.Si.
NIP.19720202 199903 2 00202

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Arwani Saputri Salam
NIM : H031181321
Program Studi : Kimia
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul "Selektivitas adsorpsi ion logam Pb(II) terhadap keberadaan ion logam Cd(II), Cu(II), Ni(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit" adalah karya saya sendiri dan tidak melanggar hak cipta pihak lain. Apabila dikemudian hari terbukti bahwa sebagian atau keseluruhan skripsi ini adalah hasil karya orang lain yang saya gunakan dengan cara melanggar hak cipta pihak lain, maka saya bersedia menerima sanksi.

Makassar, 10 Juli 2023

Yang Menyatakan,


Arwani Saputri Salam

PRAKATA

Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas nikmat dan berkah-Nya sehingga skripsi ini terselesaikan. Shalawat serta salam tak lupa jua penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan suri tauladan dalam menjalani kehidupan dunia dan akhirat.

Tugas akhir yang berjudul **“Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Pb(II) terhadap Keberadaan Ion Logam Cd(II), Cu(II), Ni(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit”** sebagai salah satu syarat yang diajukan untuk menyelesaikan studi pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Departemen Kimia Universitas Hasanuddin. Tugas akhir ini disusun berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin.

Terima kasih yang sebesar-besarnya kepada orang tua saya, Ayahanda **Abdul Salam** dan Ibunda tercinta **Mastura**, sehingga penulis dapat menyelesaikan jenjang pendidikan perguruan tinggi tanpa kekurangan apapun dan juga segenap keluarga yang selalu melimpahkan doa, kasih sayang dan dukungannya kepada penulis. Semoga Allah SWT selalu memberikan perlindungan kepada mereka semua sekaligus melimpahkan rahmat-Nya kepada kalian.

Penulis banyak menemui kendala dalam pelaksanaan maupun dalam penulisan skripsi ini. Tapi berkat bantuan dari berbagai pihak maka segala kendala dapat diatasi. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada Ayahanda **Dr. Djabal Nur Basir, S.Si, M.si** dan Ibunda **Prof. Dr. Paulina Taba, M.Phil**, selaku pembimbing, yang selalu meluangkan waktu dan

fikiran untuk memberikan bimbingan, arahan, serta memotivasi penulis dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Dengan segala kerendahan hati, penulis juga ingin menyampaikan terima kasih serta penghargaan yang setinggi-tingginya kepada:

1. Ayahanda **Dr. Syahrudin Kasim, S.Si., M.Si** dan **Prof. Dr. Ahyar Ahmad, Ph.D** selaku tim penguji, atas segala diskusi dan saran yang telah diberikan demi perbaikan skripsi ini.
2. Ibunda **Dr. St. Fauziah, M.Si**, selaku Ketua Departemen Kimia Fakultas Matematika sekaligus penasehat akademik, yang telah memberikan saran, motivasi, dan dukungan dimasa awal studi.
3. Seluruh **Dosen** Departemen Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin, yang telah banyak memberikan ilmu, pengalaman, serta masukan selama masa studi.
4. Kepala Laboratorium Kimia Analitik, Kimia Anorganik, Biokimia, Kimia Fisika, Kimia Organik, Kimia Dasar, Biologi Dasar, dan Fisika Dasar
5. Seluruh **Analisis** di Departemen Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin atas segala fasilitas dan bantuan yang telah diberikan terkhusus Kak **Fibyanti S.Si, M.Si** atas segala diskusi, membimbing dan memotivasi penulis selama penelitian.
6. Teman-teman rekan penelitian **Marhamah, Riska dan Fitri** atas kerja keras, diskusi, motivasi, dan dukungan sehingga penelitian ini dapat terselesaikan dengan baik.
7. **Nurul Maramat, Nurfakriyyah, Andi Nurafni, Nur Rahmi Rahman, Fatriani, Khairunnia Ali**, yang sudah sangat amat banyak membantu baik

dalam urusan perkuliahan maupun di luar urusan perkuliahan, dengan segala kerendahan hati penulis ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya.

8. Terkhusus kepada, **Arwan Saputra Salam** yang tidak henti-hentinya mendukung, memberikan kasih sayang, ketulusan, kesabaran, serta doa tulus yang tak terputus hingga saat ini, sehingga penulis dapat menyelesaikan jenjang pendidikan perguruan tinggi tanpa kekurangan sesuatu apapun.
9. Teman-teman **Kimia 2018** yang ikut serta dalam melalui proses ini, memberikan inspirasi, dorongan, serta dukungan kepada penulis.
10. Serta ucapan terima kasih kepada pihak-pihak lain yang telah memberikan bantuan secara langsung ataupun tidak langsung, yang tidak sempat kami sebutkan satu per satu disini atas segala kebaikan yang telah diberikan oleh berbagai pihak, penulis mengucapkan banyak terima kasih. Semoga Tuhan membalasnya.

Penulis sadar akan banyaknya kekurangan dalam penulisan laporan hasil penelitian ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dalam perbaikan dan penyempurnaannya.

Akhir kata penulis berharap semoga laporan hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat dalam pengembangan wawasan bidang ilmu kimia secara umum.

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dengan metode kopresipitasi telah berhasil dilakukan. Hasil sintesis ditandai dengan terbentuknya endapan berwarna hitam pekat dan dapat ditarik oleh medan magnet eksternal. Karakterisasi nanopartikel magnetit dilakukan dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) yang menunjukkan adanya gugus Fe-O pada bilangan gelombang $586,36 \text{ cm}^{-1}$ dengan ukuran nanopartikel 11,52 nm. Penentuan kapasitas dan selektivitas adsorpsi nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) terhadap ion logam Pb(II) menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Kondisi optimum adsorpsi ion logam Pb(II) terjadi pada pH 7 selama 40 menit dengan kapasitas adsorpsi 15,52 mg/g. Model isoterm dan kinetika adsorpsi ion logam Pb(II) mengikuti model isoterm Langmuir dan kinetika orde dua semu. Koefisien selektivitas (α) adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) pada sistim larutan biner dan kuartener adalah $\text{Pb(II)/Ni(II)} > \text{Pb(II)/Cd(II)} > \text{Pb(II)/Cu(II)}$.

Kata Kunci: magnetit, kopresipitasi, adsorpsi, Pb(II), koefisien selektivitas.

ABSTRACT

Synthesis of magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles by coprecipitation method has been successfully carried out. The results of the synthesis were characterized by the formation of a solid black precipitate which can be attracted by an external magnetic field. The characterization of magnetite nanoparticles was carried out using X-Ray Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared (FTIR) which showed the presence of Fe-O groups at a wave number of 586.36 cm^{-1} with a nanoparticle size of 11.52 nm. Determination of the adsorption capacity and selectivity of magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles on Pb(II) metal ions used an Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). The optimum condition for the adsorption of Pb(II) metal ions occurred at pH 7 for 40 minutes with an adsorption capacity of 15.52 mg/g. The Pb(II) metal ion adsorption isotherm model follows the Langmuir isotherm model with the adsorption kinetics model of the pseudo second order kinetics model. The selectivity coefficient (α) of Pb(II) metal ion adsorption by magnetite nanoparticles (Fe_3O_4) adsorbents in binary and quaternary solution systems is $\text{Pb(II)/Ni(II)} > \text{Pb(II)/Cd(II)} > \text{Pb(II) /Cu(II)}$.

Keywords: magnetite, coprecipitation, adsorption, lead, selectivity coefficient.

DAFTAR ISI

	Halaman
PRAKATA	iii
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian.....	5
1.3.1 Maksud Penelitian.....	5
1.3.2 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	6
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Logam Berat.....	7
2.2 Logam Berat Pb.....	8
2.3 Nanopartikel.....	9
2.4 Magnetit	12
2.5 Adsorpsi	14
2.5.1 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi.....	15
2.5.2 Isoterm Adsorpsi	17
2.5.3 Kinetika Adsorpsi	19

2.6 Instrumen	20
2.6.1 Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	20
2.6.2 X-Ray Difrraction (XRD)	22
BAB III. METODE PENELITIAN.....	25
3.1 Bahan Penelitian	25
3.2 Alat Penelitian.....	25
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.4 Prosedur Penelitian	25
3.4.1 Sintesis Nanopartikel Magnetit.....	26
3.4.2 Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi Ion Pb(II).....	26
3.4.2.1 Pembuatan Larutan Induk Pb(II) 1000 mg/L	26
3.4.2.2 Pembuatan Larutan Intermediet Pb(II) 50 mg/L	27
3.4.2.3 Pembuatan Deret Larutan Standar 1; 2; 4; 6; dan 10 mg/L.....	27
3.4.2.4 Optimasi Ph.....	27
3.4.2.5 Optimasi Waktu Kontak.....	27
3.4.2.6 Optimasi Konsentrasi Ion Logam Pb(II)	28
3.4.3 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Pb(II) terhadap Ion Logam Cu(II), Cd(II), Ni(II) dalam Sistim Biner.....	28
3.4.4 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Pb(II) terhadap Ion Logam Cu(II), Cd(II), Ni(II) dalam Sistim Kuartener.....	29
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1 Sintesis Nanopartikel Magnetit	31

4.2 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FT-IR)	31
4.3 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	33
4.4 Optimasi pH	34
4.5 Optimasi Waktu kontak	35
4.6 Kapasitas Adsorpsi Ion Logam Pb(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit (Fe ₃ O ₄)	36
4.7 Kinetika Adsorpsi Ion Logam Pb(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit (Fe ₃ O ₄)	40
4.8 Selektivitas Adsorpsi Ion logam Pb(II) terhadap Ion logam Cd(II), Cu(II), dan Ni(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit (Fe ₃ O ₄) dalam sistim biner	42
4.9 Selektivitas Adsorpsi Ion logam Pb(II) terhadap Ion logam Cd(II), Cu(II), dan Ni(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit (Fe ₃ O ₄) dalam sistim Kuartener	43
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	45
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran	45
DAFTAR PUSTAKA	46
LAMPIRAN.....	52

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Pengaruh pembentukan nanopartikel	10
2. Sel satuan magnetit.....	13
3. Kurva freundlich dan kurva langmuir	18
4. Prinsip kerja FT-IR.....	21
5. Sistem optik spektrofotometri FT-IR	21
6. Spektra FT-IR hasil sintesis	22
7. Ilustrasi difraksi sinar X	23
8. Difraktogram XRD.....	24
9. Hasil sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	31
10. Spektrum inframerah nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	32
11. Difraktogram XRD dari nanopartikel magnetit.....	33
12. Kurva hubungan antara pH dengan jumlah ion logam Pb(II) yang teradsorpsi (q_e) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	34
13. Kurva hubungan antara optimasi waktu kontak dengan jumlah ion logam Pb(II) yang teradsorpsi (q_e) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	35
14. Grafik hubungan antara jumlah ion logam Pb(II) yang teradsorpsi (q_e) dengan konsentrasi larutan (C_e) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	37
15. Kurva isoterm langmuir untuk adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	38
16. Kurva isoterm freundlich untuk adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	38
17. Kurva isoterm sips untuk adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	38
18. Pemodelan isoterm langmuir, freundlich, dan sips dari persamaan	

non-linear (program solver) untuk adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	39
19. Grafik model kinetika orde satu semu.....	41
20. Grafik model kinetika orde dua semu.....	41
21. Diagram koefisien selektivitas adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dalam sistim larutan biner.....	43
22. Diagram koefisien selektivitas adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dalam sistim larutan kuartener.....	44

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Data serapan FTIR nanopartikel magnetit	32
2. Persamaan isoterm pada pengaruh konsentrasi adsorbat	39
3. Parameter isoterm adsorpsi ion logam Cu(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe ₃ O ₄) dari persamaan non-linear (program solver).....	40
4. Parameter kinetika orde satu semu (<i>Pseudo First Order</i>) dan kinetika orde dua semu (<i>Pseudo Second Order</i>) adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe ₃ O ₄)	42

DAFTAR LAMPIRAN

Gambar	Halaman
1. Bagan alir prosedur kerja	52
2. Perhitungan.....	57
3. Hasil FTIR.....	59
4. Hasil XRD.....	60
5. Penentuan kondisi optimum adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).....	67
6. Isoterm adsorpsi.....	70
7. Kinetika adsorpsi.....	75
8. Penentuan koefisien selektivitas adsorpsi.....	76
9. Dokumentasi penelitian.....	77

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Saat ini isu pencemaran lingkungan menjadi permasalahan kompleks di berbagai bidang khususnya bidang perindustrian. Hal tersebut dibuktikan oleh data Badan Pusat Statistik tahun 2019-2021 yang terus mengalami peningkatan jumlah pabrik dengan tujuan untuk memenuhi kebutuhan penduduk yang kini semakin terus bertambah (BPS, 2021). Pabrik yang didirikan tersebut selain untuk memenuhi kebutuhan masyarakat juga menghasilkan limbah yang cukup besar, seperti penggunaan logam berat yang tidak dikelola dengan baik maka akan memberikan efek negatif kepada lingkungan dan masyarakat yang berada di sekitarnya (Zhang dkk., 2013).

Beberapa jenis limbah industri yang banyak mengandung logam berat adalah industri yang berhubungan dengan permesinan, metalurgi, pelapisan logam, industri pertambangan (minyak, emas, batu bara dan lain-lain). Beberapa logam berat serta senyawa beracun yang banyak dijumpai di dalam air limbah industri adalah krom (Cr), nikel (Ni), besi (Fe), mangan (Mn), seng (Zn), tembaga (Cu), cadmium (Cd), perak (Ag), timbal (Pb) dan senyawa sianida (HCN, KCN, dan NaCN) (Said, 2010). Logam berat Pb merupakan salah satu logam non esensial yang tidak mempunyai fungsi di dalam tubuh manusia dan bahkan sangat berbahaya hingga dapat menyebabkan keracunan pada manusia (Yudo, 2006).

Secara umum logam berat termasuk Pb merupakan unsur yang berbahaya di permukaan bumi, sehingga kontaminasi logam berat tersebut di lingkungan menjadikan masalah besar di lingkungan saat ini. Persoalan spesifik di

lingkungan adalah ketika logam berat terakumulasi sampai pada rantai makanan dan peningkatan keberadaannya di alam yang menyebabkan pencemaran terhadap tanah, udara dan air (Gultom, 2014).

Logam berat termasuk Pb dalam limbah industri dapat dipisahkan dengan berbagai cara seperti pengendapan kimia, elektrodeposisi, ekstraksi pelarut, ultrafiltrasi, penukar ion, dan adsorpsi. Adapun cara sederhana yang dilakukan untuk mengolah limbah logam Pb adalah dengan proses adsorpsi. Adsorpsi adalah suatu fenomena permukaan karena akumulasi suatu spesies pada batas permukaan padat-cair. Adsorpsi merupakan metode yang relatif sederhana yang dapat menggunakan adsorben dari bahan alam yang tidak terpakai. Adsorpsi dengan menggunakan karbon aktif dan resin penukar ion telah umum untuk mengurangi polutan, namun material tersebut tidak mudah didapatkan dan harganya relatif mahal, sehingga para peneliti mulai mencari alternatif material lain yang dapat digunakan (Gultom, 2014).

Salah satu material yang dapat digunakan sebagai adsorben untuk menghilangkan limbah dari larutan cair adalah magnetit (Fe_3O_4). Material nanopartikel dari Fe_3O_4 menarik perhatian para peneliti untuk dipelajari lebih lanjut karena nanopartikel magnetit memiliki sifat magnet yang cukup kuat, stabilitas kimia yang tinggi, kemudahan dalam sintesis, biokompatibel, dan kemampuan daur ulang yang baik (Sartika, 2019). Keunggulan tersebut akan terus meningkat seiring dengan pengaruh ukuran dan permukaan yang didominasi oleh adanya sifat magnetik dari masing-masing nanopartikel, dimana semakin kecil ukuran partikel maka semakin besar luas permukaannya (Kornak, 2005). Sintesis magnetit dalam skala nanometer telah banyak dilakukan dengan berbagai metode, antara lain metode reaksi, sol-gel, larutan kimia, *sonochemical*, dan kopresipitasi.

Metode kopresipitasi adalah metode yang sederhana dan murah dalam biaya operasional. Selain itu metode ini juga mudah mengontrol ukuran partikel sehingga metode ini menjadi salah satu teknik yang lebih disukai untuk membuat nanopartikel. Nanopartikel yang dihasilkan dari metode kopresipitasi biasanya polidispersif dengan morfologi berbentuk bulat (Lee dkk., 2006).

Penelitian terkait telah dilakukan oleh Sartika dkk., (2019) yang memanfaatkan nanopartikel Fe_3O_4 terhadap penyerapan logam berat Pb, dimana Fe_3O_4 mampu mengadsorpsi logam berat Pb hingga mencapai 99,98% pada variasi masa adsorben 0,56 gram hingga 0,70 gram. Penelitian Nurdila (2015) yang mensintesis nanopartikel CoFe_2O_4 dengan metode kopresipitasi telah digunakan sebagai adsorben untuk menurunkan kadar logam Cu, Fe, dan Ni dalam limbah cair buatan. Penurunan kadar logam maksimum untuk logam Cu dan Ni terjadi pada suhu 60°C yaitu 99,70% dan 99,94%. Adsorpsi logam Fe tidak terpengaruh signifikan oleh perubahan suhu dan lama pengadukan. Hasil penelitian ini mengindikasikan bahwa CoFe_2O_4 dapat digunakan sebagai adsorben untuk menurunkan kadar logam Cu, Fe, dan Ni dalam limbah cair.

Selektivitas seringkali dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*). Metode yang dilakukan terhadap sampel mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan. Selektivitas adsorpsi merupakan kemampuan suatu adsorben untuk menyerap adsorbatnya. Selektivitas adsorpsi pada adsorben HAS (*Hibrida Amino Silika*) dan HMS (*Hibrida Merkaptosilika*) dipelajari dengan melakukan kompetisi adsorben ion Pb(II) terhadap ion Cd(II) , Pb(II)/Cu(II) , dan Pb(II)/Ni(II) dalam larutan. Selektivitas adsorpsi ion-ion logam berbeda pada tiap

adsorben. Tingkat kompetitif ion-ion logam dalam berinteraksi dengan adsorben bervariasi sesuai dengan adsorben yang digunakan (Erdem dkk., 2004).

Penelitian selektivitas adsorpsi telah dilakukan Anggraeeni (2011) yang memanfaatkan alga coklat (*Sargassum binderi*) sebagai adsorben logam berat Pb(II), Cu(II), dan Cd(II). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi adsorpsi yang teraktivasi terhadap ion logam Pb(II), Cu(II), dan Cd(II) oleh *Sargassum binderi* diperoleh pada pH 6, 8, dan 10 selama 20, 30, dan 40 menit dengan kapasitas adsorpsi 0,058 mg/g; 0,0035 mg/g; dan 0,034 mg/g. Kondisi adsorpsi yang tidak teraktivasi ion logam Pb(II), Cu(II), dan Cd(II) oleh *S. binderi* diperoleh pada pH 8, 10, dan 12 selama 30, 40, dan 50 menit dengan kapasitas adsorpsi 0,055 mg/g; 0,0034 mg/g; dan 0,034 mg/g. Urutan selektivitas adsorpsi *S. binderi* yang teraktivasi pada pH 8 selama 30 menit dan *S. binderi* yang tidak teraktivasi pada pH 10 selama 40 menit adalah logam Cd(II) < Cu(II) < Pb(II).

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini mensintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi, kemudian produk akan dikarakterisasi dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *X-ray Diffractometer* (XRD). Nanopartikel magnetit digunakan untuk mengadsorpsi ion logam Pb(II) pada berbagai pH, waktu kontak, dan konsentrasi awal ion logam Pb(II). Kandungan ion logam Pb(II) dalam larutan hasil adsorpsi dianalisis dengan instrumen *Atomic Absorption Spectrofotometer* (AAS). Selektivitas adsorpsi ion logam Pb(II) akan dikaji dalam sistem larutan biner Pb(II)/Cu(II), Pb(II)/Cd(II), Pb(II)/Ni(II) dan dalam sistem larutan kuartener Pb(II)/Cu(II)/Cd(II)/Ni(II).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. berapa pH optimum, waktu kontak optimum, dan kapasitas adsorpsi ion logam Pb(II) oleh nanopartikel magnetit?
2. bagaimana model isoterm dan kinetika adsorpsi ion logam Pb(II) oleh nanopartikel magnetit?
3. berapa koefisien selektivitas dari adsorpsi ion logam Pb(II) oleh nanopartikel magnetit terhadap keberadaan ion logam Cu(II), Cd(II), Ni(II) dalam sistem larutan biner dan kuartener?

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Maksud dari penelitian ini adalah untuk mengetahui dan menentukan kondisi optimum, model isoterm dan kinetika, serta selektivitas adsorpsi ion logam Pb(II)/Cu(II), Pb(II)/Cd(II), Pb(II)/Ni(II) dalam sistem larutan biner dan adsorpsi ion logam Pb(II)/Cu(II)/Cd(II)/Ni(II) dalam sistem larutan kuartener.

1.3.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. menentukan pH optimum, waktu kontak optimum, dan kapasitas adsorpsi ion logam Pb(II) oleh nanopartikel magnetit,
2. menganalisis model isoterm dan kinetika adsorpsi ion logam Pb(II) oleh nanopartikel magnetit,
3. menentukan koefisien selektivitas dari adsorpsi ion logam Pb(II) oleh nanopartikel magnetit terhadap keberadaan ion logam Cu(II), Cd(II), Ni(II) dalam sistem larutan biner dan kuartener.

1.4 Manfaat Penelitian

penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat bagi masyarakat dan berbagai pihak dalam menanggulangi pencemaran dan adsorpsi logam berat dengan menggunakan suatu material nano yang memiliki sifat kemagnetan sangat baik untuk memudahkan proses pemisahan. Selain itu, diharapkan dapat memberikan informasi tentang kemampuan selektivitas adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit terhadap keberadaan ion logam Cu(II), Cd(II) dan Ni(II), sehingga dapat dimanfaatkan penggunaannya dalam proses adsorpsi dan pemisahan skala industri.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Logam Berat

Logam berat dihasilkan dari kegiatan pertambangan, industri, dan manufaktur yang menggunakan produk sintesis dan hampir mencemari seluruh segmen lingkungan. Logam berat merupakan zat yang berbahaya karena cenderung mengarah pada bioakumulasi. Bioakumulasi akan meningkatkan konsentrasi kimia di dalam organisme dalam waktu tertentu dibandingkan konsentrasinya di lingkungan (Sartika, 2019).

Sifat logam berat yang tidak dapat terurai dan mudah diabsorpsi oleh biota laut dan terakumulasi dalam tubuh, menyebabkan pencemaran. Selain menyebabkan pencemaran ekosistem, unsur logam berat secara tidak langsung juga merusak lingkungan laut dan kesehatan manusia. Logam berat dapat menimbulkan efek kesehatan bagi manusia yang bergantung pada bagian mana logam berat tersebut terikat dalam tubuh. Daya racun yang dimiliki akan bekerja sebagai penghalang kerja enzim, sehingga proses metabolisme tubuh terganggu. Jalur logam berat dapat masuk ke dalam tubuh melalui kulit, pernafasan, dan pencernaan. Masing-masing logam berat tersebut memiliki dampak negatif terhadap manusia jika dikonsumsi dalam jumlah yang besar dalam waktu yang lama. Beberapa logam berat yang berbahaya dan sering mencemari lingkungan terutama adalah merkuri (Hg), timbal (Pb), arsen (As), tembaga (Cu), kadmium (Cd), kromium (Cr), dan Nikel (Ni). Logam-logam berat tersebut dapat terakumulasi di dalam tubuh organisme, dan tetap tinggal dalam jangka waktu lama sebagai racun yang terakumulasi (Ramliia dkk., 2018).

2.2 Logam Berat Pb

Timbal (Pb) merupakan logam yang sangat populer dan banyak dikenal oleh masyarakat awam. Logam Pb yang digunakan di industri nonpangan banyak menimbulkan keracunan pada makhluk hidup. Logam ini adalah sejenis logam yang lunak dan berwarna cokelat kehitaman, serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Logam ini ditemukan dalam pertambangan sebagai sulfida (PbS) yang disebut galena (Agustina, 2014).

Fardiaz (dalam Sudarwin 2008) mengemukakan bahwa Timbal mempunyai berat atom 207,21 gram/mol; berat jenis 11,34 gram/mL; bersifat lunak serta berwarna biru atau silver abu - abu dengan kilau logam, nomor atom 82 mempunyai titik leleh 327,4 °C dan titik didih 1.620 °C. Timbal termasuk logam berat "*trace metals*" karena mempunyai berat jenis lebih dari lima kali berat jenis air (Tangio, 2013).

Timbal adalah unsur yang biasanya ditemukan di dalam batu - batuan, tanah, tumbuhan dan hewan. Senyawa timbal (95%) merupakan senyawa anorganik dan pada umumnya dalam bentuk garam yang kurang larut dalam air. Selebihnya berbentuk timbal organik yang ditemukan dalam bentuk senyawa *tetra ethyl lead* (TEL) dan *tetra methyl lead* (TML). Jenis senyawa ini hampir tidak larut dalam air, namun dapat dengan mudah larut dalam pelarut organik misalnya dalam lipid. Waktu keberadaan timbal dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti arus angin dan curah hujan. Timbal tidak mengalami penguapan namun dapat ditemukan di udara sebagai partikel. Timbal merupakan unsur yang tidak mengalami degradasi (penguraian) dan tidak dapat dihancurkan (Tangio, 2013).

Timbal (Pb) mempunyai afinitas yang tinggi terhadap belerang dan akan menyerang ikatan sulfida di dalam protein (enzim) sehingga enzim tidak

berfungsi. Sebagai logam berat, Pb digolongkan ke dalam bahan pencemar yang berbahaya. Timbal berada di dalam air dalam bentuk $Pb(OH)_2$. Logam Pb banyak digunakan sebagai bahan pengemas, pipa, alat-alat rumah tangga dan hiasan. Timbal dalam bentuk oksida digunakan sebagai pigmen/zat warna dalam industri kosmetik dan *glace* serta industri keramik yang sebagian diantaranya digunakan dalam peralatan rumah tangga (Librawati, 2005). Timbal dan persenyawaannya dapat berada di dalam badan perairan secara alamiah dan sebagai dampak dari aktifitas manusia. Keberadaan logam berat timbal yang menumpuk pada air dan sedimen akan masuk ke dalam kehidupan organisme di dalamnya, logam berat pada konsentrasi tertentu akan terakumulasi ke dalam air, biota, serta sedimen pada perairan tersebut, dan dapat menimbulkan efek toksik terhadap organisme di dalamnya (Ramli, 2018). Logam timbal (Pb) jika terserap ke dalam tubuh manusia dapat menyebabkan kecerdasan anak menurun, pertumbuhan badan terhambat, dan dapat menimbulkan kelumpuhan. Gejala keracunan logam Pb antara lain: mual, anemia, dan sakit perut (Agustina, 2014).

2.3 Nanopartikel

Nanopartikel adalah partikel yang berukuran nanometer (nm). Nanopartikel juga didefinisikan sebagai partikel yang memiliki ukuran 1-100 nm. Nanopartikel terbagi menjadi nanopartikel organik (berbasis karbon) dan anorganik. Nanopartikel anorganik termasuk nanopartikel magnetit (besi), nanopartikel logam mulia (perak, emas, dan platinum) dan nanopartikel semikonduktor (silika, titanium oksida, seng oksida, seng sulfid, kadmium, tembaga, dan lain-lain) (Ramkumar dkk., 2016). Nanopartikel anorganik banyak digunakan sebagai agen pembawa obat karena sifat-sifat uniknya seperti biokompatibilitas, kemampuan untuk menarget sel spesifik dan pelepasan obat

yang terkontrol (Asmathunisha dan Kathiresan, 2013).

Nanopartikel dapat terjadi secara alamiah maupun melalui proses sintesis oleh manusia. Secara garis besar, pembentukan nanopartikel logam dapat dilakukan dengan metode *top down* (fisika) dan *bottom up* (kimia). Metode fisika (*top down*) dilakukan dengan cara memecah padatan logam menjadi partikel-partikel kecil berukuran nano. Metode kimia (*bottom up*) dilakukan dengan cara menumbuhkan partikel-partikel nano mulai dari atom logam yang didapat dari *precursor molecular* atau ioniknya (Fahmi, 2019). Secara mendasar, terdapat dua tujuan utama perubahan material menjadi nanopartikel yang dilakukan yakni perubahan permukaan dan perubahan volume. Kedua tujuan tersebut dapat dimanfaatkan sekaligus dalam penelitian maupun industri. Kedua tujuan tersebut dipaparkan lebih lanjut dan ditunjukkan pada Gambar 1 (Fahmi, 2019).



Gambar 1. Pengaruh pembentukan nanopartikel

Sintesis nanopartikel logam dengan metode kimia dilengkapi dengan penggunaan surfaktan atau polimer yang membentuk susunan teratur pada permukaan nanopartikel logam. Bagian surfaktan atau polimer yang hidrofob langsung teradsorpsi pada permukaan nanopartikel dan bagian hidrofilnya berada pada *bulk* larutan (Fahmi, 2019). Metode reduksi kimia merupakan metode yang

paling umum untuk sintesis nanopartikel logam (Keat dkk., 2015). Metode reduksi kimia melibatkan proses reduksi ion logam ke bilangan oksidasi 0 dari logam tersebut. Proses reduksi menggunakan instrumen dan peralatan yang sederhana dan dapat menghasilkan nanopartikel dengan kuantitas yang tinggi dengan biaya yang rendah dalam waktu yang singkat. Keuntungan dari metode ini adalah kemampuan untuk mensintesis nanopartikel dengan bentuk yang bervariasi (nanorod, nanoprisma, dan nanoplate). Selain itu, metode ini mampu merubah bentuk dan ukuran partikel yang terbentuk dengan merubah agen pereduksi, agen pendispersi, waktu reaksi dan suhu reaksi (Horikoshi dan Serpone, 2013).

Sifat fisik nanopartikel adalah perubahan permukaan ukuran sehingga luas permukaan nanopartikel menjadi lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar (*bulk*). Perubahan ini lebih bersifat perubahan fisik, yang dapat membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain. Sifat-sifat ini banyak dimanfaatkan untuk meningkatkan laju suatu reaksi kimia, sifat katalik, respons afinitas suatu sensor, dan sebagainya (Fahmi, 2019).

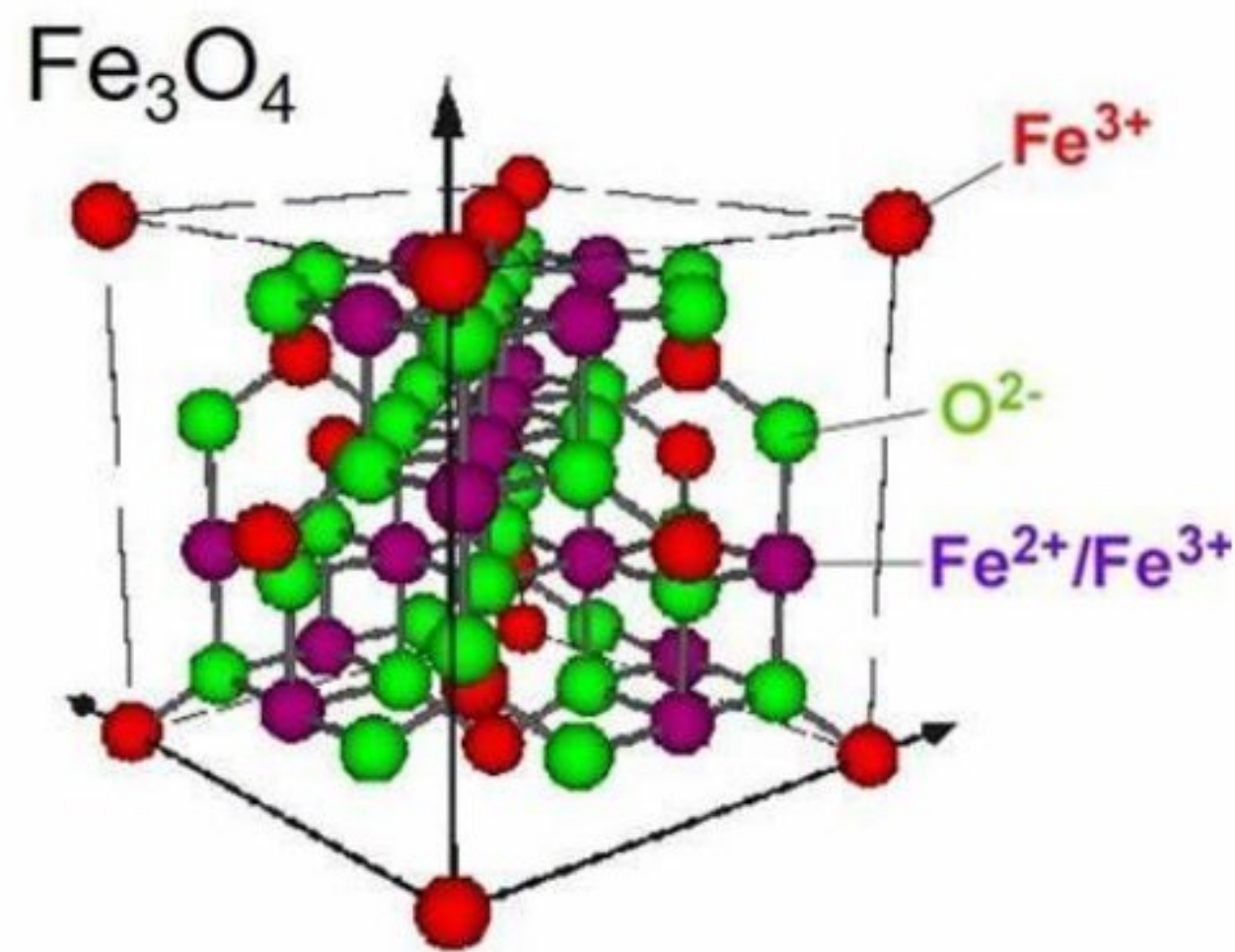
Sifat kimia nanopartikel adalah perubahan volume pada material kristal. Perubahan ukuran volume merupakan bentuk lain dari perubahan kimia, dimana ukuran nanopartikel yang kecil akan meningkatkan energi spasi karena orbital antar atom semakin renggang. Ketika ukuran nanopartikel menuju orde nanometer, maka hukum yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum mekanika kuantum. Pengaruh energi pada orbital elektron terhadap ukuran dan perubahan energi ikatan antar kisi (konstanta madelung) menjadi faktor utama

merenggangnya orbital dari atom penyusun material berukuran nano. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan kemagnetan (Pauzan, 2013).

Material berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat fisikokimia yang lebih unggul daripada material berukuran besar (*ruah/bulk*). Selain itu, material berukuran nanometer memiliki sifat yang tidak dimiliki oleh material berukuran besar. Sejumlah sifat tersebut dapat diubah-ubah melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan, dan pengontrolan interaksi antarpartikel. Material nanopartikel adalah material-material buatan manusia yang berskala nano yaitu lebih kecil dari 100 nm, termasuk didalamnya *nanodot*, *quantum dot*, *nanowire*, dan *carbon nanotube* (Fahmi, 2019).

2.4 Magnetit

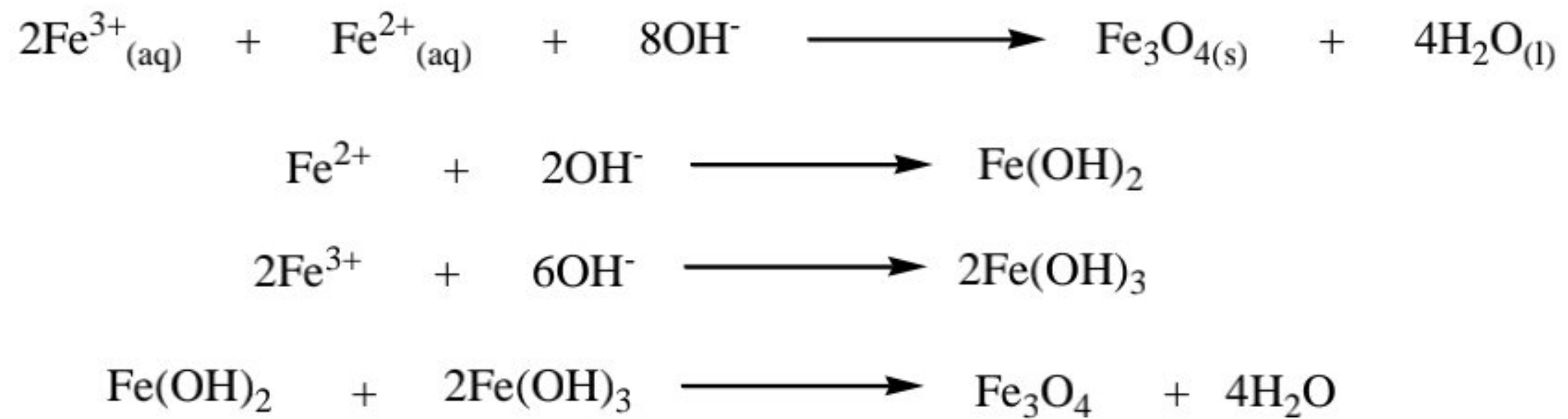
Oksida besi magnetit (Fe_3O_4) merupakan material yang menarik dan memiliki aplikasi yang sangat luas. Pada ukuran bulk, material ini merupakan kelompok bahan ferromagnetik. Namun pada ukuran nanometer, material ini menjadi bahan superparamagnetik, dan memiliki sifat-sifat yang lebih baik seperti magnetisasi saturasi yang tinggi (90 emu/gram), *biological compatibility*, dan *environmental stability*. Selain itu, pada ukuran di bawah 20 nm dengan morfologi partikel berbentuk bulat, material ini dapat diaplikasikan dengan lebih baik untuk kebutuhan biomedis karena kemampuannya untuk mempengaruhi nilai relaksasi proton pada air (Permana dkk, 2017).



Gambar 2. Sel satuan magnetit (Blaney, 2007)

Gambar 2 merupakan sel satuan dari mineral magnetit, yang terdiri atas atom Fe³⁺, Fe²⁺, dan O²⁻. Sifat istimewa nanopartikel magnetit adalah superparamagnetik. Sifat superparamagnetik merupakan sifat yang muncul pada material berorde satu domain magnetik. Ukurannya yang kecil menyebabkan material tersebut sangat reaktif terhadap medan magnet luar, namun jika medan magnet luar dihilangkan pengaruhnya secara perlahan-lahan sifatnya akan mirip dengan material paramagnetik (Pauzan, 2013).

Menurut Kustomo dan Sari dkk., (2019;2020) Kiristal Fe₃O₄ terdiri atas Fe³⁺ dan Fe²⁺ dimana pembentukannya melalui proses sintesis nanopartikel. Endapan Fe₃O₄ berwarna hitam yang dapat terbentuk setelah mencampurkan larutan basa besi dan larutan dasar dengan perbandingan molaritas tertentu dari ion Fe³⁺ dan Fe²⁺. Sintesis magnetit menggunakan larutan NH₄OH sebagai pengendap dengan proses pembentukan kristal sehingga terbentuk magnetit dengan kristalinitas yang tinggi. Kondisi basah tersebut mendukung terbentuknya endapan Fe(II) hidroksida dan Fe(III) hidroksida. Adapun reaksi pembentukan sintesis nanopartikel magnetit dapat sebagai berikut:

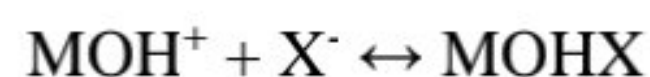


2.5 Adsorpsi

Adsorpsi secara umum adalah suatu proses penggumpalan substansi terlarut (*soluble*) yang ada dalam larutan, oleh permukaan zat atau benda penyerap, dimana terjadi suatu ikatan kimia dan fisika antara substansi dengan penyerapannya. Adsorpsi menggunakan istilah adsorben dan adsorbat, dimana adsorben merupakan suatu penyerapan yang dalam hal ini berupa senyawa karbon, sedangkan adsorbat merupakan suatu media yang diserap (Soedsarsono dan Syahputra, 2005).

Proses adsorpsi yang berkaitan dengan pH dapat dilakukan dengan dua model yaitu adsorpsi melalui hidrolisis logam dan adsorpsi melalui pertukaran ion (Saadi, 2008).

1. Adsorpsi melalui hidrolisis logam



Ion dari logam muatan M^{2+} X^- mewakili permukaan adsorben. Pada reaksi pertama ion logam mengalami hidrolisis dan menghasilkan proton, kemudian pada reaksi kedua proton MOH^+ diikat oleh adsorben X^- . Adsorpsi disukai pada pH tinggi melalui pembentukan ion-ion logam atau MOH^+ .

2. Adsorpsi melalui pertukaran ion

Pertukaran ion adalah proses dimana ion dalam larutan

dipindahkan ke matriks padat yang akan melepaskan ion dari jenis yang berbeda tetapi memiliki polaritas yang sama. Pertukaran ion menggambarkan proses kimia tertentu di mana ion terlarut yang tidak diinginkan dalam air dan air limbah seperti nitrat, fluorida, sulfat, dan arsenik ditukar dengan ion lain dengan muatan yang sama. Ion adalah atom atau molekul yang mengandung jumlah elektron yang tidak sama dengan jumlah proton.

Pada proses ini terjadi kompetisi antara ion H^+ dengan ion logam terhadap situs pertukaran kation. Pada pH tinggi (konsentrasi ion H^+ semakin kecil) kompetisi antara ion H^+ dan logam makin berkurang sehingga jumlah logam teradsorpsi makin besar dibanding dengan pH rendah.

2.5.1 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi

Adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu: waktu kontak, luas permukaan, konsentrasi masing-masing zat, ukuran molekul, temperatur, derajat keasaman (pH).

1. Waktu Kontak

Adsorpsi adsorbat ke adsorben meningkat pada tahap awal waktu kontak dan setelah itu, dilanjutkan pada tingkat yang lebih lambat sebelum akhirnya mencapai saturasi pada waktu kontak kesetimbangan (Bahri dkk., 2011).

2. Luas Permukaan

Banyaknya adsorbat yang diserap, disebabkan oleh permukaan adsorben yang semakin luas sehingga pada proses adsorpsi akan semakin selektif (Haryadi , 2006).

3. Konsentrasi masing-masing zat

Jika konsentrasi (C) makin besar, maka jumlah *solute* yang

teradsorpsi semakin besar (Haryadi, 2006). Hal ini sesuai dengan persamaan Freundlich

$$\frac{X}{M} = k \cdot x \quad (2)$$

Keterangan: X = berat teradsorpsi

M = berat adsorben

K_x = konstanta

4. Ukuran Molekul

Ketika molekul masuk ke dalam pori suatu partikel adsorben untuk diserap, ukuran molekul merupakan bagian yang penting dalam proses adsorpsi. Ukuran molekul harus sesuai dengan ukuran pori (Haryadi, 2006).

5. Temperatur

Pada proses adsorpsi, temperatur akan mempengaruhi kecepatan dan jumlah adsorpsi yang terjadi. Kecepatan adsorpsi menurun dengan menurunnya temperatur dan sebaliknya, meningkat dengan meningkatnya temperature (Haryadi, 2006).

6. Derajat keasaman (pH)

Derajat keasaman (pH) memiliki pengaruh yang besar terhadap tingkat proses adsorpsi, disebabkan ion hidrogen dapat menjerap dengan kuat, selain itu pH juga dapat mempengaruhi ionisasi (Bahri dkk., 2011)

7. Tekanan

Jika tekanan diperbesar molekul-molekul adsorbat akan lebih cepat teradsorpsi, akibatnya jumlah adsorbat yang terserat bertambah banyak, maka tekanan memperbesar jumlah zat yang teradsorpsi (Haryadi, 2006).

2.5.2 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi merupakan hubungan yang menunjukkan distribusi adsorben antara fasa teradsorpsi pada permukaan adsorben dengan fasa ruah saat kesetimbangan pada suhu tertentu. Isoterm adsorpsi yang biasa digunakan yaitu isoterm Langmuir, isoterm Freundlich dan isoterm Sips.

1. Isoterm Langmuir

Langmuir menurunkan teori isoterm adsorpsi dengan menggunakan model sederhana berupa padatan yang mengadsorpsi gas pada permukaannya. Model ini mendefinisikan bahwa kapasitas adsorpsi maksimum terjadi akibat adanya lapisan tunggal (*monolayer*) adsorbat di permukaan adsorben (Handayani dan Sulistiyono, 2009).

Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir diberikan pada persamaan (3) (Zahroh, 2010):

$$Q = \frac{b \cdot K \cdot C_e}{1 + K \cdot C_e} \quad (3)$$

Persamaan (3) dapat diturunkan secara linear menjadi persamaan (4):

$$\frac{C_e}{Q} = \frac{1}{K_b} + \frac{1}{b} C_e \quad (4)$$

dimana C_e adalah konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan setelah adsorpsi (mg/L), Q adalah jumlah adsorbat teradsorpsi per bobot adsorben (mg/g), K_b adalah konstanta kesetimbangan adsorpsi (L/mg), b adalah kapasitas adsorpsi maksimum dari adsorben (mg/g).

2. Isoterm Freundlich

Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich didasarkan atas terbentuknya lapisan *monolayer* dari molekul-molekul adsorbat pada permukaan adsorben.

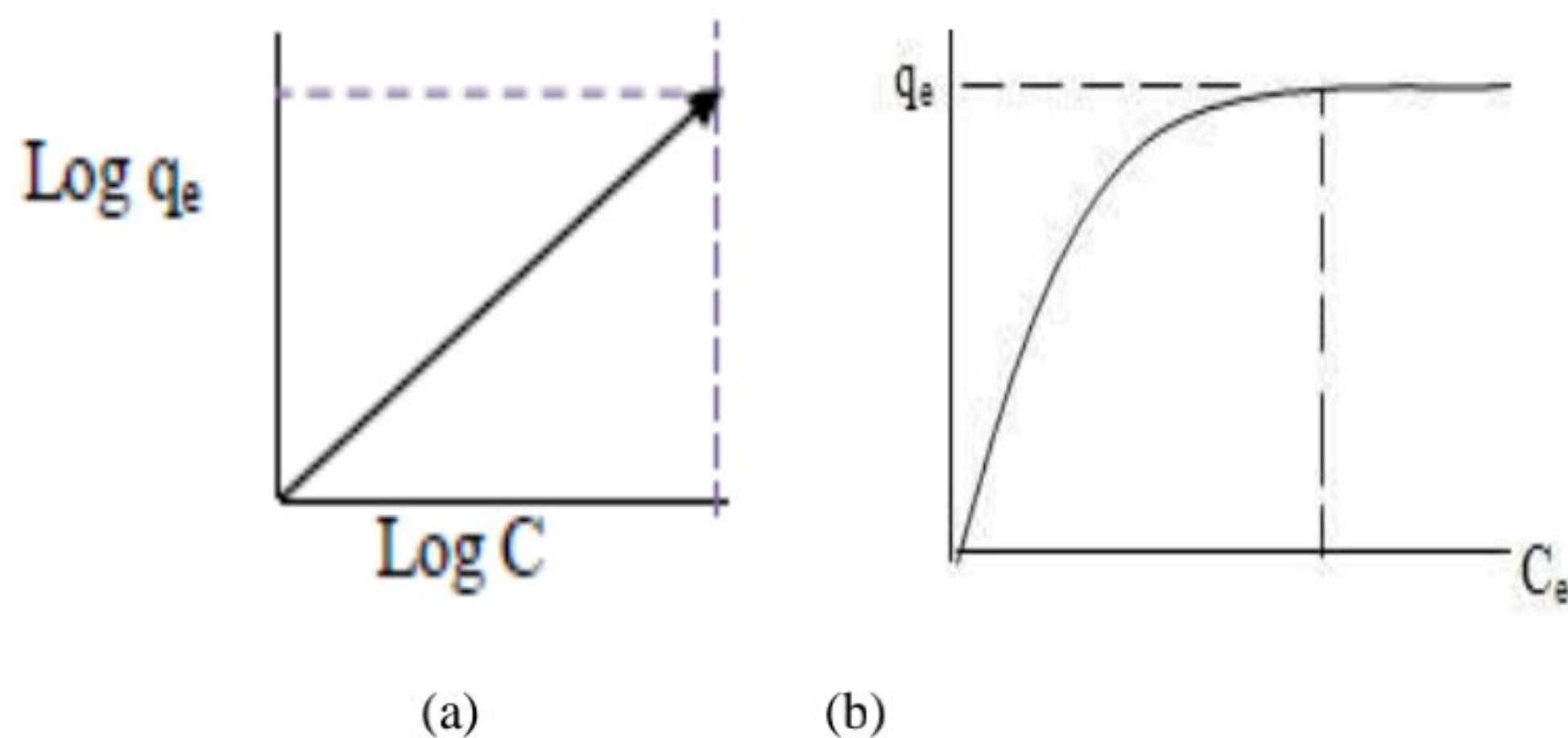
Namun, pada adsorpsi Freundlich sisi-sisi aktif pada permukaan adsorben bersifat heterogen. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dituliskan pada persamaan (5) (Zahroh, 2010):

$$Q = k \cdot C_e^{1/n} \quad (5)$$

Persamaan (5) dapat diubah ke dalam bentuk linear yaitu:

$$\log Q = \log k + \frac{1}{n} \log C_e \quad (6)$$

dimana C_e adalah konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan setelah adsorpsi (mg/L), k adalah konstanta adsorpsi Freundlich, n adalah konstanta empiris, dan Q adalah jumlah adsorbat teradsorpsi per bobot adsorben (mg/g). Kurva freundlich dan Langmuir dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. (a) kurva Freundlich; (b) kurva Langmuir (Zahroh, 2010) .

3. Isoterm Sips

Isoterm Sips merupakan kombinasi model Langmuir dan Freundlich.

Adapun model isoterm ini dinyatakan dalam bentuk persamaan (7) dan (8):

$$q_e = \frac{q_m \cdot K_{eq} \cdot C_e^{1/n}}{1 + K_{eq} \cdot C_e^{1/n}} \quad (7)$$

$$\ln \frac{q_e}{q_m - q_e} = \ln K_{eq} + \frac{1}{n} \cdot \ln C_e \quad (8)$$

dimana $1/n$ adalah faktor heterogenitas, K_{eq} (L/mg) adalah konstanta kesetimbangan, q_e dan q_m (mg/g) masing-masing adalah kapasitas adsorpsi kesetimbangan dan kapasitas adsorpsi maksimum.

Perbedaan antara model isoterm Sips dan Freundlich terlihat pada konsentrasi adsorbat yang tinggi, yaitu model Sips mampu memperlihatkan kondisi saturasi. Pada konsentrasi adsorbat yang rendah, persamaan Sips tereduksi menjadi persamaan Freundlich klasik. Pada sisi lain saat mendekati jenuh, isoterm ini akan tereduksi menjadi persamaan isoterm adsorpsi Langmuir yang memperlihatkan proses kejenuhan (Basir, 2019).

2.5.3 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi suatu zat dapat diketahui dengan mengukur perubahan konsentrasi zat yang teradsorpsi dan menganalisis nilai k (berupa *slope/kemiringan*) serta memplotkannya pada grafik. Kinetika adsorpsi dipengaruhi oleh laju adsorpsi. Laju adsorpsi dapat didefinisikan sebagai banyaknya zat yang teradsorpsi per satuan waktu (Raya dkk., 2002).

1. Model Kinetika Orde Satu Semu

Model kinetika order satu semu yang dikemukakan oleh Lagergren berdasarkan pada kapasitas adsorpsi padatan. Persamaan kinetika orde satu semu dituliskan pada persamaan (9):

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k \cdot t \quad (9)$$

Jika plot $\ln(q_e - q_t)$ vs t dilakukan maka nilai k dan q_e (terhitung) akan diperoleh dimana k merupakan *slope* dan q_e sebagai intersep.

2. Model Kinetika Orde Dua Semu

Model ini dikemukakan oleh Ho dan McKay yang didasarkan pada kapasitas serapan pada fase padatan. Persamaan Kinetika Orde Dua Semu dituliskan pada persamaan (10):

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_{q2e}} + \frac{1}{q_e} t \quad (10)$$

Keterangan:

k_1 = konstanta laju adsorpsi model orde satu semu

k_2 = konstanta laju adsorpsi model orde dua semu

q_t = jumlah adsorbat yang terserap pada waktu t (mg/g)

q_e = jumlah adsorbat yang terserap pada waktu kesetimbangan (mg/g)

t = waktu (menit)

Jika plot (t/q_t) vs t dilakukan maka nilai $\frac{1}{k_{q2e}}$ dari intersep dan $\frac{1}{q_e}$ dari slope

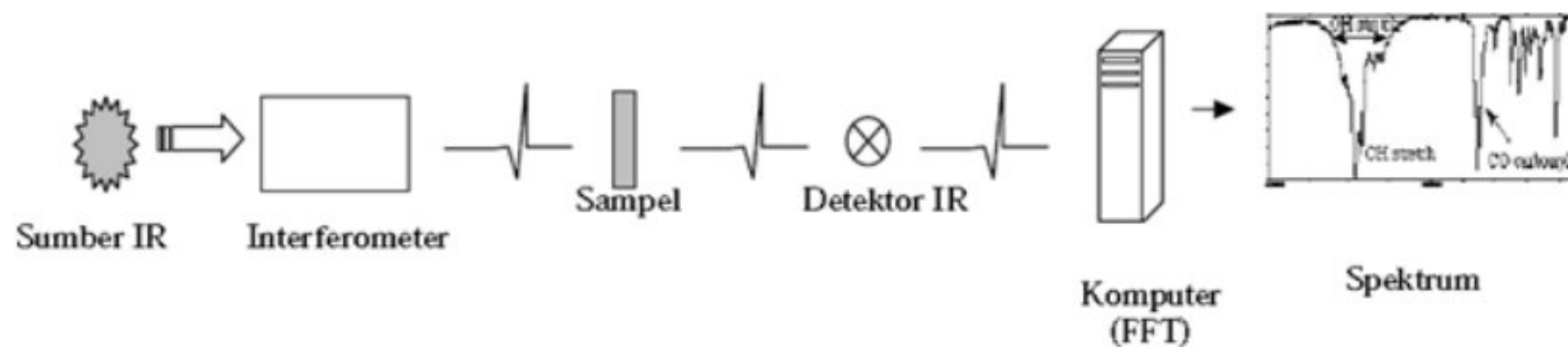
akan diperoleh (Danarto, 2007; Umaningrum, 2010).

2.6 Instrumen untuk Karakterisasi

2.6.1 *Fourier Transform Infra Red (FT-IR)*

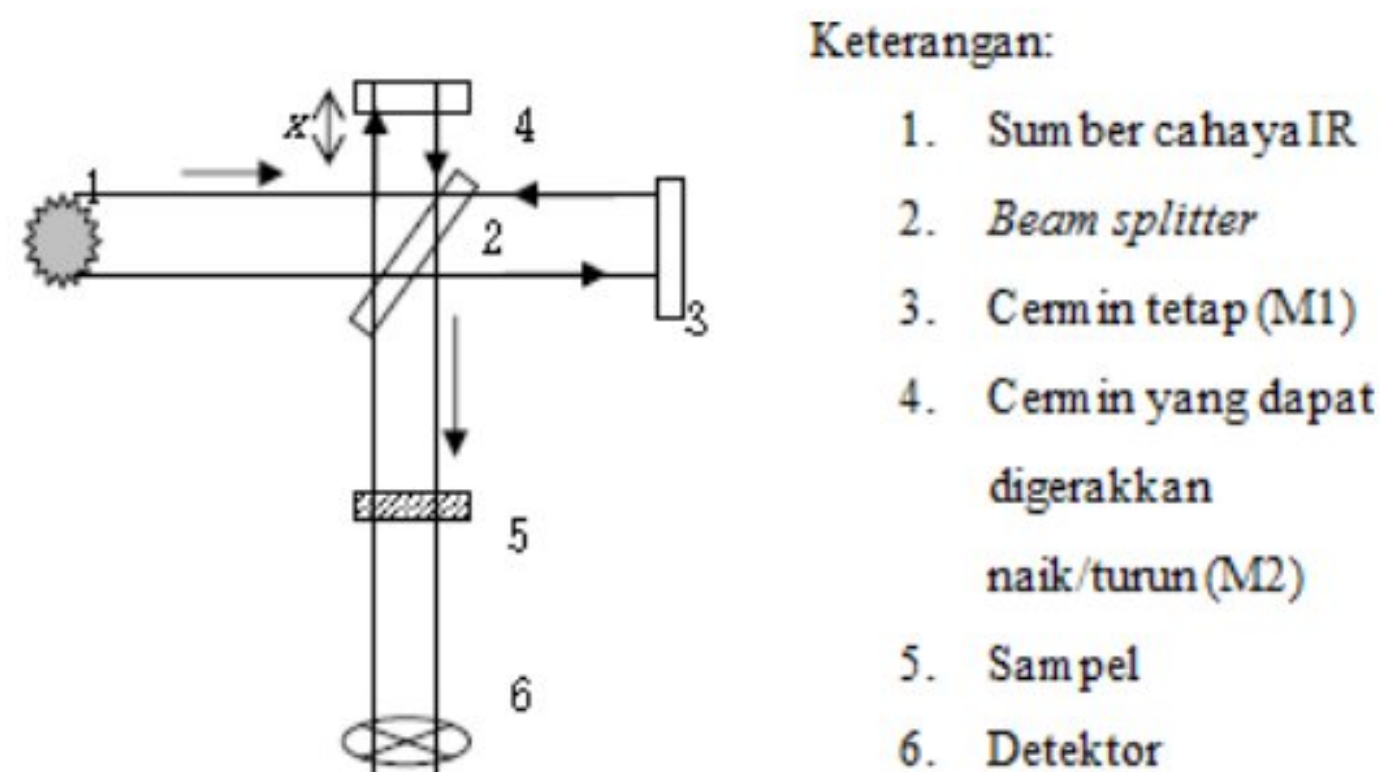
Fourier transform infrared (FT-IR) merupakan salah satu instrumen yang banyak digunakan untuk mengetahui vibrasi molekul yang dapat digunakan untuk memprediksi struktur senyawa kimia. Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri atas banyak puncak-puncak (Chusnul, 2011).

Prinsip kerja FTIR secara umum dapat ditunjukkan pada Gambar 4. Interferometer dapat mengubah cahaya IR yang polikromatik menghasilkan beberapa berkas cahaya membentuk sinyal interferogram. Gelombang tersebut dilewatkan pada sampel dan ditangkap oleh detektor yang terhubung ke komputer sehingga dihasilkan gambaran spektrum sampel yang di uji. Spektrum tersebut menunjukkan hubungan antara intensitas serapan sampel dan bilangan gelombang (Sabrina, 2011; Suseno dan Firdausi, 2008).



Gambar 4. Prinsip kerja FTIR (Suseno dan Firdausi, 2008).

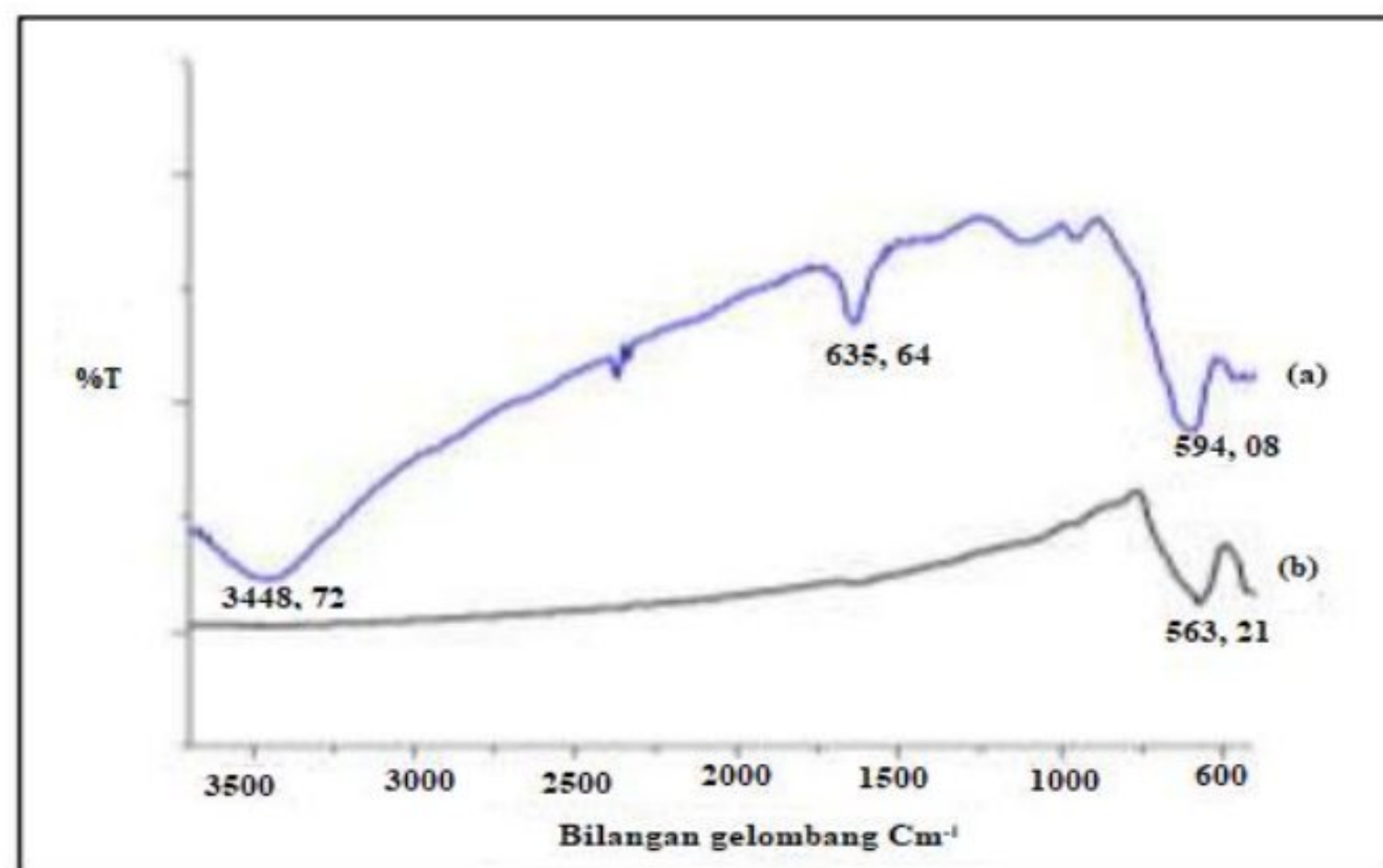
Sistem optik spektrofotometer FTIR yang menggunakan interferometer terlihat pada Gambar 5. Cahaya yang jatuh pada pemisah berkas (*beam splitter*) akan ditransmisikan menuju cermin tetap M_1 dan sebagian lagi dipantulkan menuju cermin M_2 . Kedua berkas bergabung kembali di *beam splitter* kemudian dipancarkan ke sampel dan diterima oleh detektor (Sabrina, 2011).



Gambar 5. Sistem optik spektrofotometer FTIR (Suseno dan Firdausi, 2008).

Penelitian Rahmayanti (2020) telah melakukan sintesis dan karakterisasi Magnetit (Fe_3O_4) dengan instrumen FTIR, dimana diperoleh spektra FTIR magnetit yang disintesis dengan dua metode, yaitu metode konvensional dan sonokimia terlihat pada Gambar 6. Magnetit yang disintesis tanpa gelombang ultrasonik (metode konvensional) menghasilkan serapan tajam pada bilangan gelombang $594,08\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas dari magnetit Fe-O. Serapan di area yang hampir sama juga terlihat pada spektra FTIR magnetit yang disintesis menggunakan gelombang ultrasonik (metode sonokimia), yaitu $563,21\text{ cm}^{-1}$. Berdasarkan spektra FTIR bahwa senyawa magnetit telah berhasil disintesis

dari kedua metode tersebut, namun pada spektra FTIR magnetit yang disintesis tanpa gelombang ultrasonik menunjukkan adanya serapan lain pada daerah 3400 cm^{-1} yang diduga berasal dari gugus -OH air dan serapan pada daerah 635 cm^{-1} yang diduga berasal dari pengotor.



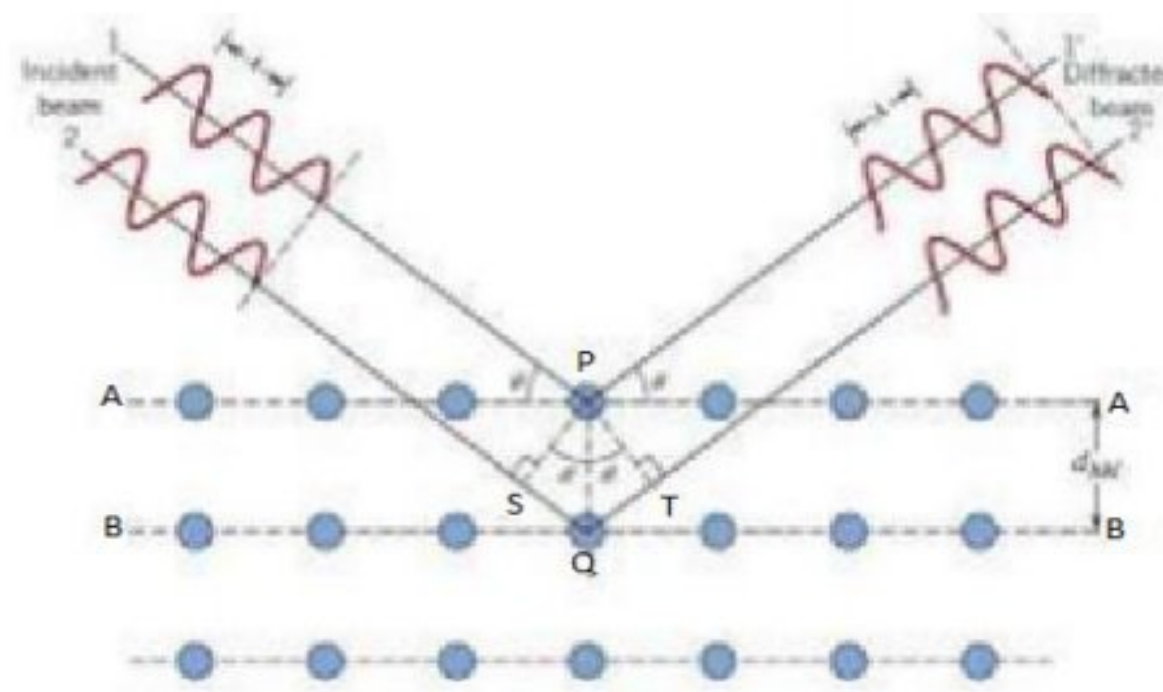
Gambar 6. Spektra FTIR hasil sintesis (a) metode konvensional (b) metode sonokimia (NaOH 0,1 M, t = 60 menit, T = suhu kamar, $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+} = 1.5:1$)

2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit, sebagai contoh identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Selain itu XRD juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Bunaciu, 2015).

Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. Radiasi yang digunakan berupa radiasi

sinar-X, elektron, dan neutron. Sinar-X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar antara 0.5 sampai 2,5 amstrong. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan. Hamburan inilah yang dideteksi oleh XRD. Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merumuskan tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD dapat dilihat pada Gambar 7 (Bunaciu, 2015).



Gambar 7. Ilustrasi difraksi sinar-X

Berdasarkan Gambar 7, sinar datang yang menumbuk pada titik pada bidang pertama dihamburkan oleh atom P. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom Q, sinar ini menempuh jarak SQ + QT bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). Jarak tempuh ini merupakan kelipatan (n) panjang gelombang (λ), sehingga persamaan menjadi (Callister, 2003):

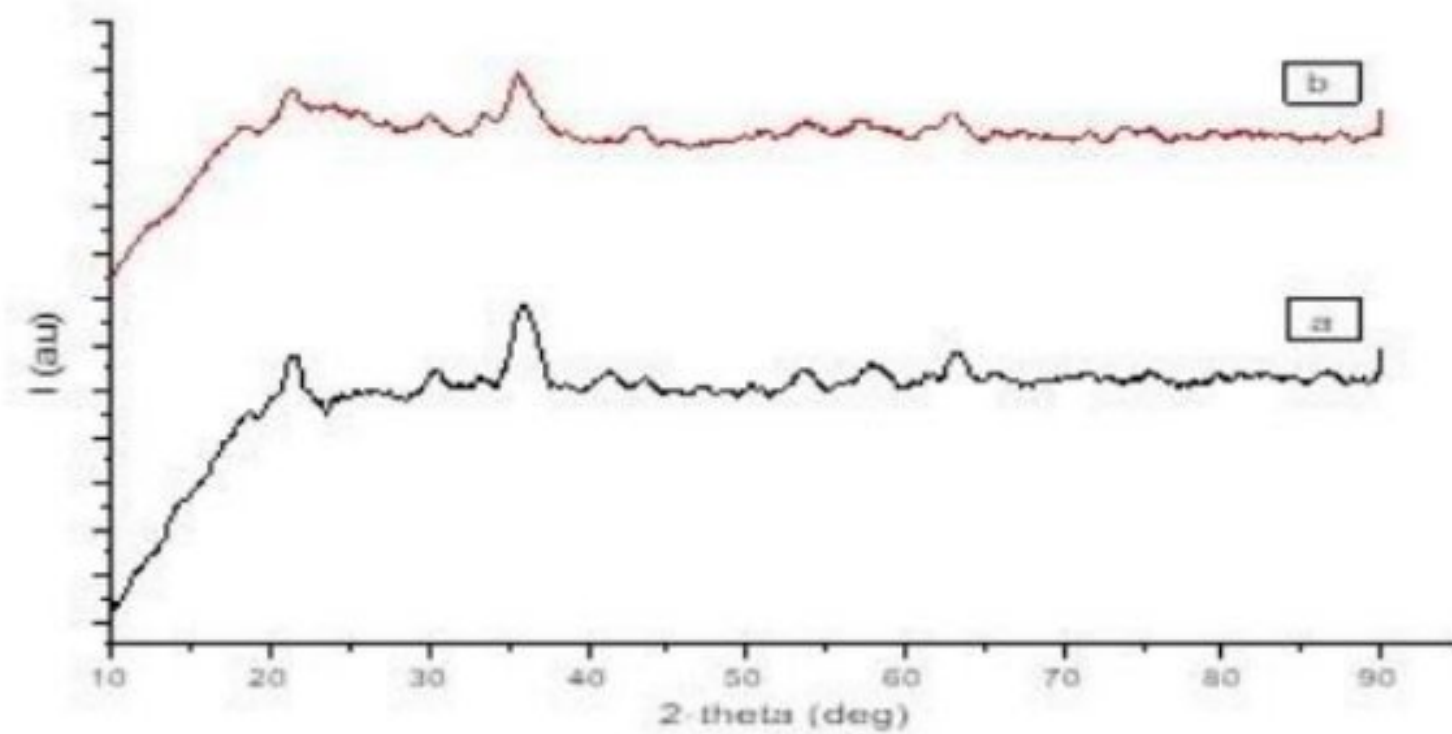
$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \Theta \quad (11)$$

Keterangan; λ = panjang gelombang sinar-x

Θ = sudut difraksi yang menggambarkan posisi puncak

d_{hkl} = jarak antara bidang yang menggambarkan sistem, ukuran sel satuan dan indeks Miller bidang tersebut.

Struktur padatan dari material yang telah disintesis, dapat dianalisis dengan menggunakan XRD.



Gambar 8. Difraktogram XRD (a) Fe_3O_4 (b) Fe_3O_4 —DMS.

Gambar 8(a) merupakan pola difraksi hasil pengukuran dengan instrumen XRD dari Fe_3O_4 . Difraktogram tersebut menunjukkan beberapa puncak yang muncul pada 2θ yakni 21.56° ; 30.42° ; 35.96° ; 41.3° ; 53.36° ; 57.9° dan 63.2° yang sesuai dengan pola XRD standar Fe_3O_4 (JCPDS card no 19-629). Berdasarkan hasil analisis XRD, partikel yang terbentuk adalah Fe_3O_4 dengan sistem kristal kubik serta ukuran kristal 4,883 nm. Gambar 8(b) menunjukkan pola difraksi dari Fe_3O_4 —DMS terdapat puncak tertinggi pada 2θ yaitu 35.46° dan puncak melebar pada 2θ 20-22 $^\circ$ yang menunjukkan silika dengan struktur amorf. Pelapisan Fe_3O_4 termodifikasi pada silika ditandai dengan puncak baru pada $2\theta = 35.43^\circ$ (Nuryono dkk., 2014).