

Skripsi

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

FITRIANI

H031 18 1322



**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023**

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

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

Oleh
FITRIANI

H031 18 1322



MAKASSAR

2023

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

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

Disusun dan diajukan oleh

FITRIANI

H031 18 1322

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

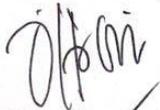
Universitas Hasanuddin

Pada 23 Oktober 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. 19571115 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 : Fitriani
NIM : H031181322
Program Studi : Kimia
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul “Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) Terhadap Keberadaan Ion Logam Cd(II), Cu(II), Pb(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, 23 Oktober 2023

Yang Menyatakan,



PRAKATA

Assalamu 'Alaykum Warahmatullahi Wabarakatuh,

Puji syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT atas limpahan nikmat kesehatan, baik sehat fisik maupun akal pikiran, sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) Terhadap Keberadaan Ion Logam Cd(II), Cu(II), Pb(II) Oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit”** sebagai salah satu syarat guna memperoleh gelar Sarjana Sains, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin.

Terima kasih yang sebesar-besarnya kepada orang tua saya, Ayahanda **H.Salahuddin** dan Ibu tercinta **Hj.Musdalifah** 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 lindungan 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 pikiran untuk memberikan bimbingan, arahan, serta memotivasi penulis dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Dengan segala kerendahan hati, penulis juga ingin menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang tulus 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 MIPA sekaligus penasehat akademik, yang telah memberikan saran, motivasi, dan dukungan dimasa awal studi.
3. Seluruh **Dosen** Departemen Kimia Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin, yang telah banyak memberikan ilmu, pengalaman, serta masukan selama masa studi.
4. Kepala Laboratorium Kimia Analitik, Kimia Fisika, Kimia Anorganik, Kimia Organik, Biokimia, Kimia Dasar, Biologi Dasar, dan Fisika Dasar.
5. Seluruh Analis di Departemen Kimia Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin atas segala fasilitas dan bantuan yang telah diberikan terkhusus Kak **Fibyanti, S.Si, M.Si** atas segala diskusi, bimbingan, dan motivasi penulis selama penelitian.
6. Teman-teman rekan penelitian (**Arwani, Marhamah, dan Riska**) atas kerja keras, diskusi, motivasi, dan dukungan sehingga penelitian ini dapat terselesaikan dengan baik.
7. Sahabat pejuang sarjana (**Anti, Viny, dan Fatri**) yang telah kebersamai, mendukung satu sama lain, memberikan motivasi, mendengar segala keluhan kesah selama perkuliahan, semoga kita semua bisa sukses kedepannya.
8. Sahabat penulis (**Kak Lulu, Lia, Tasya, A.Urwa, Nanda, Marwa, dan Wirda**) yang selalu memberikan semangat dan menjadi tempat curhat penulis tentang apapun yang dilalui. Semoga kita semua bisa sukses kedepannya.

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 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 dan semoga Allah SWT membalas segala-Nya.

Semoga segala bimbingan, arahan, bantuan, serta motivasi yang telah diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini mendapat balasan pahala dan tercatat sebagai amal ibadah di sisi Allah SWT. Aamiin. Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih sangatlah jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang sifatnya membangun senantiasa penulis harapkan demi kesempurnaan hasil penelitian ini.

Makassar, Agustus 2023

Penulis

ABSTRAK

Peningkatan penduduk dan perkembangan kawasan menyebabkan permasalahan lingkungan. Salah satu logam berat yang sering mencemari lingkungan adalah nikel. Beberapa nanopartikel yang dapat digunakan dalam menangani masalah pencemaran air oleh logam berat salah satunya nanopartikel Fe_3O_4 . Sintesis magnetit Fe_3O_4 dilakukan dengan metode kopresipitasi yang berfungsi sebagai adsorben dalam adsorpsi ion logam Ni(II) pada sistim larutan biner dan kuarterner. Hasil sintesis magnetit dikarakterisasi dengan instrumen FTIR dan XRD. Material hasil sintesis berwarna hitam pekat yang dapat ditarik dengan magnet eksternal dengan ukuran 11,52 nm. Adanya gugus Fe-O pada bilangan gelombang $586,36 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bahwa hasil sintesis merupakan nanopartikel magnetit. Kandungan ion logam Ni(II) dalam larutan hasil adsorpsi dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom. Kondisi optimum adsorpsi ion logam Ni(II) berada pada pH 8 selama 60 menit dengan kapasitas adsorpsi 17,21 mg/g. Model isoterm dan kinetika adsorpsi ion logam Ni(II) mengikuti model isoterm Langmuir dan kinetika orde dua semu. Adapun urutan selektivitas adsorpsi ion logam Ni(II) terhadap keberadaan ion logam Cd(II), Cu(II), Pb(II) dalam sistim larutan biner dan kuarterner adalah Ni(II)/Pb(II) > Ni(II)/Cd(II) > Ni(II)/Cu(II).

Kata Kunci: magnetit, kopresipitasi, adsorpsi, Ni(II), selektivitas

ABSTRACT

The increase in population and urban development have led to environmental issues. One of the heavy metals that frequently contaminates the environment is nickel. Some nanoparticles that can be used to address water pollution caused by heavy metals include Fe₃O₄ nanoparticles. The synthesis of Fe₃O₄ magnetite is carried out using the co-precipitation method, which functions as an adsorbent in the adsorption of Ni(II) metal ions in binary and quaternary solution systems. The synthesized Fe₃O₄ magnetite is characterized using FTIR and XRD instruments. The resulting material is a deep black color and can be attracted by an external magnet, with a size of 11.52 nm. The presence of Fe-O groups at the wavenumber of 586.36 cm⁻¹ indicates that the synthesized material is magnetite nanoparticles. The content of Ni(II) metal ions in the adsorption solution is analyzed using atomic absorption spectrophotometry. The optimum conditions for the adsorption of Ni(II) metal ions are at pH 8 for 60 minutes with an adsorption capacity of 17.21 mg/g. The isotherm and kinetic models for the adsorption of Ni(II) metal ions follow the Langmuir isotherm model and pseudo-second-order kinetic model. The order of selectivity for the adsorption of Ni(II) metal ions in the presence of Cd(II), Cu(II), Pb(II) ions, both in binary and quaternary solution systems, is Ni(II)/Pb(II) > Ni(II)/Cd(II) > Ni(II)/Cu(II).

Keywords: magnetite, coprecipitation, adsorption, Ni(II), selectivity

DAFTAR ISI

	Halaman
PRAKATA.....	iv
ABSTRAK.....	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
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 Adsorpsi.....	7
2.1.1 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Adsorpsi.....	8
2.1.2 Isoterm Adsorpsi.....	9
2.1.3 Kinetika Adsorpsi.....	11
2.2 Nanopartikel.....	12
2.3 Logam Berat.....	14
2.3.1 Logam Ni.....	14
2.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
2.5 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	17
BAB III METODE PENELITIAN.....	20
3.1 Bahan Penelitian.....	20
3.2 Alat Penelitian.....	20
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian.....	20
3.4 Prosedur Penelitian.....	21
3.4.1 Sintesis Nanopartikel Magnetit.....	21

3.4.2 Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi Ion Logam Ni(II).....	22
3.4.3 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Cu(II), Pb(II) dalam Sistim Biner.....	24
3.4.4 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Cu(II), Pb(II) dalam Sistim Kuartener.....	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit Fe ₃ O ₄	26
4.2 Optimasi pH	29
4.3 Optimasi Waktu Kontak.....	30
4.4 Kapasitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit	31
4.5 Kinetika Adsorpsi Ion Logam Ni(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit.....	35
4.6 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Cu(II) dan Pb(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit dalam Sistim Biner	37
4.7 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Cu(II) dan Pb(II) dalam Sistim Kuarternern.....	38
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	40
5.1 Kesimpulan	40
5.2 Saran.....	40
DAFTAR PUSTAKA	41

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Nikel.....	14
2. Difraktogram Fe ₃ O ₄ Hasil Sintesis.....	17
3. Prinsip Kerja FTIR.....	18
4. Spektra IR Fe ₃ O ₄	19
5. Uji coba magnetit terhadap magnet eksternal	26
6. Spektrum inframerah nanopartikel magnetit	27
7. Pola difraksi sinar-X nanopartikel magnetit eksperimen: (a) difraktogram non- <i>baseline</i> dan (b) difraktogram <i>baseline</i>	28
8. Grafik Hubungan antara pH dengan jumlah ion logam Ni(II) yang teradsorpsi (q_e) oleh nanopartikel magnetit.....	29
9. Grafik hubungan antara waktu kontak (t) dengan jumlah ion logam Ni(II) yang teradsorpsi (q_t) oleh nanopartikel magnetit	30
10. Grafik hubungan antara konsentrasi larutan pada kesetimbangan (C_e) dengan jumlah ion logam Ni(II) yang teradsorpsi (q_e) oleh nanopartikel magnetit.....	31
11. Kurva isoterm Langmuir untuk adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit	32
12. Kurva isoterm Freundlich untuk adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit	32
13. Kurva isoterm Sips untuk adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit.....	33
14. Pemodelan isoterm Langmuir, Freundlich, dan Sips dari persamaan non-linear menggunakan program solver untuk adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit	34
15. Grafik model kinetika orde satu semu	35
16. Grafik model kinetika orde dua semu	36

17. Diagram koefisien selektivitas adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit dalam sistim biner	37
18. Diagram koefisien selektivitas adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit dalam sistim kuarterner	38

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Frekuensi Gugus Fungsi pada Inframerah	18
2. Perbandingan Bilangan Gelombang Karakteristik FTIR antara Hasil Eskperimen dengan Referensi	27
3. Parameter isoterm adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit dari persamaan linear.....	33
4. Parameter isoterm adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit dari persamaan non-linear menggunakan program solver	34
5. Parameter kinetika orde satu semu (pseudo first order) dan kinetika orde dua semu (pseudo second order) adsorpsi ion logam Ni(II) oleh nanopartikel magnetit	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Bagan Alir Prosedur Kerja	46
2. Perhitungan	51
3. Hasil FTIR Nanopartikel Magnetit	54
4. Hasil XRD Nanopartikel Magnetit.....	55
5. Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi Ion Logam Ni(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit.....	61
6. Isoterm Adsorpsi	64
7. Kinetika Adsorpsi	68
8. Penentuan Koefisien Selektivitas Adsorpsi	69
9. Dokumentasi Penelitian	70

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Peningkatan penduduk dan perkembangan kawasan menyebabkan permasalahan lingkungan. Permasalahan akan terus muncul selama penduduk tidak segera memikirkan dan mengupayakan keselamatan dan keseimbangan lingkungan. Salah satu permasalahan lingkungan adalah pencemaran, khususnya pencemaran lingkungan perairan oleh bahan pencemar, baik dari domestik ataupun industri (Azwir, 2006). Pencemaran lingkungan perairan semakin meningkat dengan meningkatnya perkembangan industri (Mulyani dan Rijal, 2018).

Industri kecil maupun industri besar banyak yang belum memfungsikan pengolahan air limbah, sehingga sebagian besar air limbah dibuang ke perairan umum tanpa pengolahan (Said, 2002). Beberapa jenis industri yang banyak mengandung logam berat adalah industri yang berhubungan dengan pekerjaan permesinan, metalurgi, pelapisan logam, cat, kulit, serta industri pertambangan (Said, 2010).

Salah satu jenis logam berat yang sering mencemari lingkungan adalah nikel (Maharani dan Sa'diyah, 2021). Adapun sumber pencemaran logam nikel (Ni) berasal dari industri penyepuhan, pelapisan logam, galvanis, elektronik, dan pembersihan logam. Logam nikel yang ada dalam perairan dapat masuk ke dalam sistem jaringan sel tubuh manusia melalui rantai makanan, bioakumulasi, dan biotransformasi. Pencemaran logam nikel pada sistem jaringan tubuh makhluk hidup

dapat menyebabkan keracunan akut dan kronis (Darmokoesoemo, 2019). Oleh karena itu, keberadaannya dalam lingkungan harus dihilangkan atau dikurangi.

Beberapa metode yang telah dilakukan untuk mengatasi pencemaran logam berat yaitu adsorpsi, *bioremoval*, dan filtrasi (Syauqiah dkk., 2011). Metode yang banyak digunakan dalam upaya penanggulangan limbah adalah adsorpsi karena metode ini dinilai efektif dalam mengatasi masalah pencemaran lingkungan (Fu dan Wang, 2011). Adsorpsi adalah proses dimana molekul terlarut menyentuh dan menempel pada permukaan padatan. Adsorpsi merupakan metode yang lebih sederhana, memiliki efektivitas yang tinggi, ramah lingkungan, ekonomis, dan mudah dalam pengoperasiannya bila dibandingkan dengan beberapa metode yang lain (Popuri dkk., 2009). Berbagai zat dapat digunakan sebagai adsorben untuk proses adsorpsi seperti karbon aktif, zeolit, dan media sintesis lainnya (Pratiwi dan Prinajati, 2018).

Selektivitas adsorpsi ion-ion logam berbeda pada setiap adsorben (Myroslav dkk., 2006). Keberadaan multi logam dalam air limbah menyebabkan dampak interaktif yang dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti jumlah ko-kation yang berkompetisi pada gugus-gugus aktif, konsentrasi ion logam, pH, sifat dan jumlah adsorben (Saeed dkk., 2005). Sifat interaksi ko-kation dengan logam utama tidak dapat diprediksi berdasarkan studi logam tunggal, karena itu selektivitas adsorpsi ion logam dalam larutan biner dan kuartener penting untuk dilakukan (Sudiarta, 2018). Syukur dan Susanti (2018) telah mensintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{OA}/\text{SiO}_2$ -diamino. $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{OA}/\text{SiO}_2$ -diamino memiliki kemampuan adsorpsi yang tinggi pada kondisi pH 3, waktu adsorpsi 120 menit, dan melalui isoterm Langmuir didapatkan harga

kapasitas adsorpsi ion Au sebesar 83,33 mg/g. Penelitian selektivitas adsorben dilakukan terhadap sistem biner ion Au/Cr, dimana adsorben terbukti selektif terhadap ion Au dengan nilai koefisien selektivitas $\alpha_{\text{Au-Cr}}$ sebesar 12,26.

Purwaningsih (2009) telah melakukan penelitian tentang adsorpsi multi logam Ag(I), Pb(II), Cr(III), Cu(II) dan Ni(II) pada silika gel (SG) dan hibrida etilendiamino-silika (HDS). Adsorpsi Ag(I), Pb(II), Cr(III), Cu(II) dan Ni(II) dilakukan dengan sistem *batch* selama 60 menit dengan variasi konsentrasi ion logam. Data yang dihasilkan digunakan untuk menentukan parameter termodinamika dengan model isoterm Langmuir. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi pada HDS untuk Ag(I), Cr(III) dan Ni(II) mengalami peningkatan, sedangkan untuk Cu(II) dan Pb(II) mengalami penurunan.

Salah satu nanopartikel yang menjadi fokus dalam menangani masalah pencemaran air oleh logam berat adalah nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) (Wang dkk., 2011). Magnetit dipilih karena memiliki sifat magnetik yang kuat. Sifat magnetiknya sebagian besar dipengaruhi oleh morfologi, ukuran dan karakteristik fisika dari partikel tunggal, dan interaksi antarmuka. Magnetit menunjukkan sifat superparamagnetik apabila ukuran partikelnya kurang dari 30 nm. Selain itu, luas permukaan partikel yang besar juga menjadi salah satu keunggulan magnetit sehingga memiliki kemampuan besar untuk mengadsorpsi ion logam berat (Riyanto dan Suharyadi, 2012).

Penelitian terkait yang telah dilakukan oleh Wardiyati dkk. (2011) tentang penyerapan logam Ni dalam larutan oleh nanokomposit Fe_3O_4 -karbon aktif. Penelitian dilakukan dengan waktu kontak 90 menit pada pH larutan 6,0 dan jumlah larutan Ni(II) 100 mg/L yang digunakan adalah 50 mL. Hasil penelitian

menunjukkan bahwa perbandingan berat Fe_3O_4 terhadap karbon aktif optimum dicapai pada perbandingan 1 : 2 dengan jumlah berat adsorben 150 mg. Pada kondisi tersebut, ion Ni(II) yang terserap mencapai 78%. Proses adsorpsi ion Ni(II) oleh Fe_3O_4 -karbon aktif dengan menggunakan pendekatan isoterm Langmuir adalah 50,76 mg/g.

Penelitian lain yang dilakukan oleh Nurdila dkk. (2015) tentang adsorpsi ion-ion tembaga Cu(II), besi Fe(II), dan nikel Ni(II) dalam limbah cair buatan menggunakan nanopartikel *Cobalt Ferrite* (CoFe_2O_4). Presentase penurunan kadar ion Ni(II) diketahui meningkat dengan peningkatan suhu namun tidak signifikan dengan lama pengadukan. Penurunan kadar maksimum ion Ni(II) terjadi pada suhu 60°C yaitu 99,94%. Pengaruh lama pengadukan terhadap adsorpsi maksimum ion Ni(II) terjadi pada waktu kontak 3 jam.

Berdasarkan uraian pada latar belakang rencana penelitian ini, maka sintesis nanopartikel magnetit akan dilakukan dengan metode kopresipitasi, kemudian produk akan dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR dan XRD. Nanopartikel magnetit akan digunakan untuk mengadsorpsi ion logam Ni(II) pada berbagai pH, waktu kontak, dan konsentrasi awal ion logam Ni(II). Kandungan ion logam Ni(II) dalam larutan hasil adsorpsi dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom (SSA). Selektivitas adsorpsi ion logam Ni(II) akan dikaji dalam sistem larutan biner Ni(II)/Cd(II), Ni(II)/Cu(II), dan Ni(II)/Pb(II), serta dalam sistem larutan kuarterner Ni(II)/Cd(II)/Cu(II)/Pb(II).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah :

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

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Maksud dari penelitian ini adalah untuk mengetahui dan mempelajari selektivitas adsorpsi ion logam Ni(II) terhadap keberadaan ion logam Cd(II), Cu(II), dan Pb(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit dalam sistim larutan biner dan kuarterner.

1.3.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

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

1.4 Manfaat Penelitian

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

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Adsorpsi

Adsorpsi secara umum didefinisikan sebagai akumulasi sejumlah molekul, ion atau atom yang terjadi pada batas antara dua fasa. Adsorpsi menyangkut akumulasi substansi adsorbat pada adsorben dan hal ini dapat terjadi pada antar muka dua fasa. Fasa yang menyerap disebut adsorben dan fasa yang terserap disebut adsorbat (Atkins dan Paula, 2010). Adsorpsi efektif untuk mengatasi masalah pencemaran lingkungan, karena metode ini efektif digunakan untuk pemurnian air dari logam berat. Metode adsorpsi memiliki proses yang sederhana, biaya relatif murah dan cepat (Wuryanti dan Suharyadi, 2016).

Proses adsorpsi dapat dibedakan menjadi dua yaitu, adsorpsi secara fisika dan adsorpsi secara kimia. Adsorpsi fisika adalah proses interaksi antara adsorben dengan adsorbat yang disebabkan oleh gaya *Van Der Waals*. Adsorpsi fisika terjadi jika daya tarik menarik antara zat terlarut dengan adsorben lebih besar dari daya tarik menarik antara zat terlarut dengan pelarutnya. Adanya gaya tarik menarik yang lemah tersebut maka zat terlarut akan diadsorpsi pada permukaan adsorben. Adsorpsi secara kimia merupakan reaksi yang berlangsung antara zat padat dan zat terlarut yang telah teradsorpsi (Dewi dkk., 2019).

Kapasitas adsorpsi yang spesifik terhadap analit dari berbagai adsorben yang dibuat dapat diukur dan dikalkulasi menggunakan persamaan berikut (Branger dkk., 2013):

$$q_e = \frac{(C_o - C_e) V}{m} \quad (1)$$

dimana q_e adalah kapasitas adsorpsi, yaitu massa adsorbat yang teradsorpsi per massa adsorben pada saat kesetimbangan (mg/g), C_o adalah konsentrasi awal dari adsorbat (mg/L), C_e adalah konsentrasi adsorbat pada saat kesetimbangan tercapai (mg/L), V adalah volume larutan adsorbat, dan m adalah massa adsorben yang digunakan (g).

2.1.1 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Adsorpsi

Menurut Syauqiah, dkk. (2011), faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi adalah sebagai berikut:

1. Luas Permukaan

Semakin luas permukaan adsorben, maka makin banyak zat yang teradsorpsi. Luas permukaan adsorben ditentukan oleh ukuran partikel dan jumlah dari adsorben.

2. Jenis Adsorbat

Jenis kepolaran adsorbat dengan adsorben dapat mempengaruhi proses adsorpsi. Adsorpsi lebih kuat terjadi pada molekul yang lebih polar dibandingkan dengan molekul yang kurang polar pada kondisi berdiameter sama. Peningkatan berat molekul adsorbat dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi. Adsorbat dengan rantai yang bercabang biasanya lebih mudah diadsorpsi dibandingkan rantai yang lurus.

3. Struktur Molekul Adsorbat

Hidroksil dan amino mengakibatkan berkurangnya kemampuan daya serap sedangkan nitrogen meningkatkan kemampuan daya serap.

4. Konsentrasi Adsorbat

Semakin besar konsentrasi adsorbat dalam larutan maka semakin banyak jumlah substansi yang terkumpul pada permukaan adsorben.

5. Suhu

Pemanasan atau pengaktifan adsorben akan meningkatkan daya serap adsorben terhadap adsorbat sehingga dapat menyebabkan pori-pori adsorben lebih terbuka. Rusaknya adsorben dapat dipicu dari adanya pemanasan yang terlalu tinggi sehingga kemampuan penyerapan adsorben menjadi menurun.

Pemanasan atau pengaktifan adsorben akan meningkatkan daya serap adsorben terhadap adsorbat yang menyebabkan pori-pori adsorben lebih terbuka, sedangkan pemanasan yang terlalu tinggi menyebabkan rusaknya adsorben sehingga kemampuan penyerapannya menurun.

6. pH

pH larutan mempengaruhi kelarutan ion logam, aktivitas gugus fungsi pada biosorben dan kompetisi ion logam dalam proses adsorpsi.

7. Kecepatan Pengadukan

Menentukan kecepatan waktu kontak adsorben dan adsorbat. Bila pengadukan terlalu lambat maka proses adsorpsi berlangsung lambat pula, tetapi bila pengadukan terlalu cepat kemungkinan struktur adsorben cepat rusak, sehingga proses adsorpsi kurang optimal.

8. Waktu Kontak

Penentuan waktu kontak digunakan untuk menentukan waktu pengadukan optimum dengan metode *batch* sehingga adsorben dapat menyerap adsorbat pada batas maksimum.

2.1.2 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi merupakan interaksi antara adsorbat dalam larutan dan adsorben yang digunakan. Isoterm adsorpsi yang biasa digunakan yaitu:

1. Isoterm Langmuir

Isoterm Langmuir mengasumsikan bahwa adsorpsi yang terjadi akan membentuk lapisan tunggal (*monolayer*), dimana semua sisi dan permukaannya bersifat homogen (Priadi dkk., 2014). Isoterm adsorpsi Langmuir dituliskan pada persamaan (2) (Zahroh, 2010):

$$Q = \frac{b \cdot K_b \cdot C_e}{1 + K_b \cdot C_e} \quad (2)$$

Persamaan (2) dapat diturunkan secara linear menjadi persamaan (3):

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

Keterangan :

C_e = konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan setelah adsorpsi (mg/L)

Q = jumlah adsorbat teradsorpsi per bobot adsorben (mg/g)

K_b = konstanta kesetimbangan adsorpsi (L/mg)

b = kapasitas adsorpsi maksimum dari adsorben (mg/g).

2. Isoterm Freundlich

Isoterm Freundlich mengasumsikan bahwa adsorpsi yang terjadi akan membentuk lapisan-lapisan (*multilayer*), namun sisi aktif pada permukaannya bersifat heterogen (Priadi dkk., 2014). Isoterm adsorpsi Freundlich dituliskan pada persamaan (4) (Zahroh, 2010):

$$Q = k \cdot C_e^{1/n} \quad (4)$$

Persamaan 4 dapat diubah ke dalam bentuk linear yaitu:

$$\log Q = \log k + \frac{1}{n} \log C_e \quad (5)$$

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).

3. Isoterm Sips

Isoterm Sips merupakan kombinasi model Langmuir dan Freundlich.

Adapun model isoterm ini dinyatakan dalam bentuk persamaan (6) dan (7):

$$q_e = \frac{q_m \cdot K_{eq} \cdot C_e^{1/n}}{1 + K_{eq} \cdot C_e^{1/n}} \quad (6)$$

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

Keterangan :

$1/n$ = faktor heterogenitas

K_{eq} (L/mg) = 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).

2.1.3 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi menunjukkan tingkat laju penyerapan yang terjadi pada adsorben terhadap adsorbat. Karakteristik kemampuan penyerapan adsorben terhadap adsorbat dapat dilihat dari laju adsorpsinya. Laju adsorpsi dapat diketahui dari konstanta laju adsorpsi (k) dan orde reaksi yang dihasilkan dari suatu model kinetika adsorpsi (Hafiyah, 2013).

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 (8):

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k \cdot t \quad (8)$$

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

2. Model Kinetika Orde Dua Semu

Model ini dikemukakan oleh Ho dan McKay berdasarkan pada kapasitas serapan pada fase padatan. Persamaan Kinetika Orde Dua Semu dituliskan pada persamaan (9):

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_{q2e}} + \frac{1}{q_e} t \quad (9)$$

Jika dilakukan plot (t/q_t) vs t , maka akan diperoleh nilai $\frac{1}{k_{q2e}}$ dari intersep dan $\frac{1}{q_e}$ dari slope (Danarto, 2007; Umaningrum, 2010).

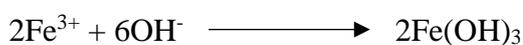
2.2 Nanopartikel

Nanopartikel dapat terjadi secara alamiah ataupun melalui proses sintesis. Nanopartikel didefinisikan sebagai partikulat yang terdispersi atau partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 10-100 nm (Mohanraj dan Chen, 2006). Nanopartikel magnetit memiliki sifat fisis yang unik, salah satunya terkait dengan sifat kemagnetan yang dimiliki. Sifat magnetiknya sebagian besar dipengaruhi oleh morfologi, ukuran, karakteristik fisika dari partikel tunggal dan interaksi antarmuka. Selain itu luas permukaan partikel yang besar juga menjadi salah satu

keunggulan nanopartikel magnetit sehingga memiliki kapasitas besar untuk mengadsorpsi ion logam berat (Abdullah dkk., 2008).

Nanopartikel dapat disintesis dalam fase padat, cair, maupun gas secara fisika maupun kimia. Proses sintesis nanopartikel secara fisika tidak melibatkan reaksi kimia, melainkan dengan cara pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer atau dengan penggabungan material kluster menjadi material berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Proses sintesis nanopartikel secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (*precursor*) sehingga menghasilkan material lain yang berukuran nanometer (Abdullah dkk., 2008).

Nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) merupakan material yang menarik dan memiliki aplikasi yang sangat luas. Pada grup spinel, bahan magnetit (Fe_3O_4) adalah salah satu jenis dari fasa mineral oksida besi selain maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Magnetit memiliki struktur kimia $\text{FeO-Fe}_2\text{O}_3$ dimana satu bagian adalah *wustite* (FeO) dan bagian lainnya adalah hematit (Fe_2O_3). Material ini memiliki struktur kristal kubik-spinel yang tersusun dari ion-ion oksigen, Fe^{2+} dan Fe^{3+} yang termasuk ke dalam bahan ferrimagnetik (Bijaksana dkk., 2007). Sintesis magnetit menggunakan larutan NH_4OH sebagai pengendap untuk menghasilkan kristalinitas yang tinggi. Pembentukan Fe_3O_4 dilakukan dengan penambahan NH_4OH ke dalam larutan Fe^{2+} dan Fe^{3+} dengan perbandingan 2 : 1 (Kustomo, 2020). Berikut reaksi pembentukan sintesis Fe_3O_4 :



2.3 Logam Berat

Istilah “logam berat” mengacu kepada unsur logam yang mempunyai kerapatan relatif tinggi dan bersifat toksik atau beracun bahkan pada konsentrasi yang relatif rendah. Logam berat secara umum didefinisikan sebagai kelompok logam dan metaloid yang memiliki massa jenis lebih dari 5 g/cm^3 atau 5 kali lebih besar daripada air (Duruibe dkk., 2007). Palar mengungkapkan bahwa limbah dari aktivitas industri umumnya mengandung bahan pencemar yang berbahaya seperti logam berat (Darmansyah dkk., 2020). Kehadiran pencemar logam berat akan berpengaruh buruk terhadap proses-proses biologis organisme akuatik yang dapat mengancam keberlanjutan kehidupannya termasuk manusia melalui jalur jaringan makanan (Patty dkk., 2018).

2.3.1 Logam Ni

Berbagai logam berat dapat bersifat toksik, salah satunya adalah logam nikel (Ni) dimana walaupun merupakan logam esensial yang dibutuhkan tetapi keberadaannya dalam jumlah berlebih dapat mempengaruhi organisme hidup (Chodak dan Blaszczyk, 2008). Nikel merupakan logam berwarna putih keperakan dengan berat atom $58,7 \text{ g/mol}$ (Widowati dkk., 2008), yang dalam bentuk bongkahan ditunjukkan oleh Gambar 1.



Gambar 1. Nikel (Agusnar, 2008)

Nikel merupakan salah satu logam berat yang sering dipergunakan di dalam proses industri yang apabila dibuang ke badan air tanpa diolah terlebih dahulu akan berdampak berbahaya bagi lingkungan dan sekitarnya (Darmono, 2008). Tarzan dalam Wardiyati (2007) mengungkapkan bahwa logam Ni dan senyawanya merupakan bahan karsinogenik yang dapat mengakibatkan kematian terhadap manusia jika melebihi nilai ambang batas yaitu 0,05 mg/L. Senyawa Ni dalam bentuk Ni-sulfida akan menyebabkan kanker paru-paru, kanker rongga hidung, dan juga bisa terjadi kanker pita suara. Menurut Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 tentang baku mutu air limbah menyatakan bahwa kadar maksimum Ni dalam limbah cair adalah 1,0 mg/L.

2.4 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-x merupakan metode analisa yang memanfaatkan interaksi antara sinar-x dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal (Setiabudi dkk., 2012). XRD digunakan untuk analisis komposisi fasa atau senyawa pada material dan juga karakterisasi kristal. Penentuan struktur kristal dapat dilakukan dengan metode difraksi (Hakim dkk., 2019).

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 angstrom. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan

terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD (Hakim dkk., 2019). Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg (Darmokoesoemo, 2019):

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (10)$$

Keterangan :

n = orde difraksi

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar bidang Miller

θ = sudut difraksi.

Difraksi sinar-X dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal dengan fase tertentu. Penentuannya merujuk pada puncak-puncak utama di dalam pola difraktogram melalui pendekatan Debye Scherrer yang dirumuskan pada persamaan (11) dan (12) (Monshi dkk., 2012):

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (11)$$

$$\ln \beta = \ln \frac{k\lambda}{D \cos \theta} = \ln \frac{k\lambda}{D} + \ln \frac{1}{\cos \theta} \quad (12)$$

Keterangan :

D = ukuran kristal

K = faktor bentuk dari kristal (0,9-1)

λ = panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å)

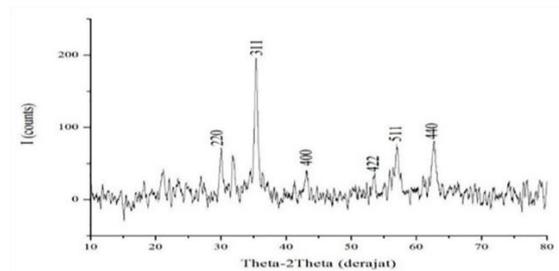
β = nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad)

θ = sudut difraksi (derajat).

Persamaan Debye Scherrer dapat menunjukkan bahwa nilai ukuran kristal

yang dihasilkan akan berbanding terbalik dengan nilai FWHM, sedangkan nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil (Masruroh dkk., 2014).

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk identifikasi fasa dan penentuan ukuran partikel Fe_3O_4 hasil sintesis seperti contoh difraktogram pada Gambar 2.



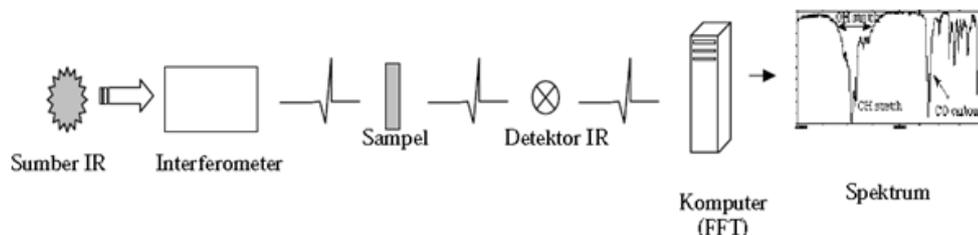
Gambar 2. Difraktogram Fe_3O_4 Hasil Sintesis (Maylani dkk., 2016)

Berdasarkan difraktogram Gambar 2, maka dapat diketahui bahwa Fe_3O_4 hasil sintesis mempunyai puncak-puncak difraktogram yang muncul pada $2\theta = 18,20; 29,97; 35,35; 36,35; 47,33; 53,48; 56,40; 62,66; 65,87; 71,19; 74,94; 78,89$ dan $80,00^\circ$ sesuai dengan difraktogram *Join Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) Fe_3O_4 standar nomor 85-1436. Hal ini menunjukkan bahwa material yang terbentuk adalah Fe_3O_4 . Ukuran partikel Fe_3O_4 hasil sintesis ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh ukuran partikel pada kisaran 19,3448 nm yang menunjukkan bahwa Fe_3O_4 hasil sintesis merupakan partikel nano (Maylani dkk., 2016).

2.5 *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Prinsip kerja FTIR adalah mengetahui gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi

yang diserap oleh tiap-tiap senyawa berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan ditentukan nilai serapannya (Sankari dkk., 2010).

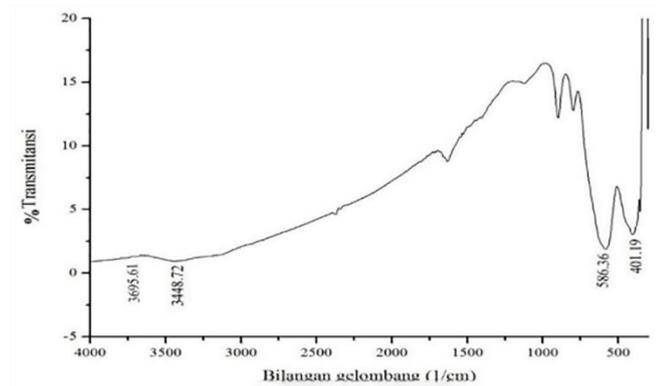


Gambar 3. Prinsip Kerja FTIR (Suseno dan Firdausi, 2008)

Gambar 3 menunjukkan bahwa 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). Adapun daerah frekuensi gugus fungsi pada inframerah ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Frekuensi Gugus Fungsi pada Inframerah (Hart dkk., 2003)

Gugus Fungsi	Golongan Senyawa	Daerah Serapan (cm^{-1})
C–H	Alkana	2850-3000
C=C	Alkena	1600-1680
O–H	Alkohol dan Fenol	3500-3700 (bebas)
		3200-3500 (berikatan hidrogen)
	Asam Karboksilat	2500-3000
N–H	Amina	3200-3600



Gambar 4. Spektra IR Fe₃O₄ (Maylani dkk., 2016)

Gambar 4 menunjukkan spektrum FT-IR untuk senyawa oksida besi seperti Fe₃O₄ yang terletak pada daerah frekuensi rendah yaitu 1000-500 cm⁻¹. Senyawa magnetit ditunjukkan dengan adanya pita serapan yang lebar dan menyebar pada bilangan gelombang 586,36 cm⁻¹ yang merupakan ikatan Fe-O tetrahedral dan 401,19 cm⁻¹ yang menunjukkan ikatan Fe-O oktahedral. Pada Gambar 4 juga terlihat pita serapan pada bilangan gelombang lainnya seperti pada bilangan 3448,72 cm⁻¹ dan 3695,61 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi ulur O-H. Berdasarkan pita serapan tersebut terlihat bahwa intensitas O-H sangat sedikit, maka dapat disimpulkan bahwa proses pembentukan kristal terjadi hampir sempurna (Maylani dkk., 2016).