

*Skripsi*

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

**ST. MARHAMAH NUR SAVANA PUTERI AULIA**

**H031181323**



**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
MAKASSAR  
2022**

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

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

**ST. MARHAMAH NUR SAVANA PUTERI AULIA**

**H031181323**



**MAKASSAR  
2022**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

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

**Disusun dan diajukan oleh**

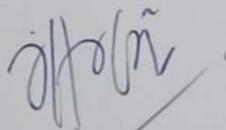
**ST. MARHAMAH NUR SAVANA PUTERI AULIA**

**H031 18 1323**

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Sidang Sarjana Program Studi  
Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Hasanuddin  
Pada 09 Januari 2023  
dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

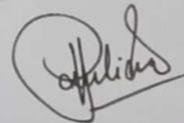
Menyetujui,

**Pembimbing Utama**



**Dr. Djabal Nur Basir, S.Si., M.Si.**  
NIP. 19740319200801 1 010

**Pembimbing Pertama**



**Prof. Dr. Paulina Taba, M.Phil.**  
NIP. 19571115198810 2 001

**Ketua Program Studi**



**Dr. St. Fauziah, M.Si.**  
NIP. 19720202199903 2 002

## PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : St. Marhamah Nur Savana Puteri Aulia  
NIM : H031181323  
Program Studi : Kimia  
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul “Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Cu(II) terhadap Keberadaan Ion Logam Cd(II), Pb(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 pergunakan dengan cara melanggar hak cipta pihak lain, maka saya bersedia menerima sanksi.

Makassar, 09 Januari 2023



Yang Menyatakan,

St. Marhamah Nur S. P. A.

## **LEMBAR PERSEMBAHAN**

Jangan pernah berputus asa ketika hidupmu sedang diuji dengan banyaknya kesulitan, karena sesungguhnya dibalik kesulitan, pasti ada kemudahan. Sebagaimana jernihnya air hujan yang berasal dari gelapnya awan.

## PRAKATA

*Assalamu 'Alaykum Warohmatulloohi Wabarokaatuh,*

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

Penulis menyadari bahwa betapa banyaknya hambatan dan beratnya menyelesaikan skripsi ini. Skripsi ini tidak akan selesai tanpa dukungan dan bantuan dari berbagai pihak, oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan yang tulus kepada:

1. bapak **Dr. Djabal Nur Basir, S.Si, M.Si** selaku pembimbing utama dan pembimbing akademik penulis, serta ibu **Prof. Dr. Paulina Taba, M.Phil** selaku pembimbing pertama dan pembimbing akademik penulis yang dengan sabar telah meluangkan waktu, materi, tenaga, pikiran serta masukannya dalam mengarahkan penulis mulai dari penyusunan proposal hingga tersusunnya skripsi ini. Semoga selalu diberkahi oleh Allah SWT.
2. tim penguji sarjana, bapak **Dr. Abd. Karim** selaku ketua penguji dan ibu **Syadza Firdausiah, S.Si, M.Sc** selaku sekretaris penguji, terima kasih atas saran dan masukannya. Semoga selalu diberkahi oleh Allah SWT.
3. ketua Departemen Kimia, ibu **Dr. St. Fauziah, M.Si**, serta seluruh dosen Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Universitas Hasanuddin yang telah membagi ilmu kepada penulis selama menempuh pendidikan. Semoga selalu diberkahi oleh Allah SWT.

4. para staf dan seluruh analis Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin, **Kak Fiby, Ibu Tini, Ibu Linda, Kak Anti, Pak Iqbal, dan Kak Hanna**. Semoga selalu diberkahi oleh Allah SWT.
5. teman-teman seangkatan **Kimia 2018**, terkhusus saudara-saudariku **Hibridisasi 2018**, kakak-kakak **KMK FMIPA UH 2015, 2016, dan 2017** serta adik-adik **2019, dan 2020** yang tidak sempat kusebutkan satu persatu, terima kasih untuk pengetahuan dan pengalaman yang tak terlupakan.
6. **Rima, Wani, dan Fitri** selaku partner penelitian dan teman seperjuangan, yang senantiasa menemani berjuang dan melewati suka duka dalam proses penelitian. Terima kasih untuk support, waktu, tenaga, cerita dan pengalamannya.
7. Sahabat **Lambe Turah (Risna, Anti, Viny, dan Dito), Black Pink (Tenri, Alifah, dan Allia)**, dan tak terlupakan sahabat **Pejuang S.Si (Risna, Wani, Rima, Jeje, Icha, Mira, dan Fatin)** terima kasih atas semangat, bantuan dan kehadirannya di masa-masa sulit penulis, kalian yang terbaik.
8. teristimewa orang tua tercinta penulis ayahanda **Muh. Darmawan Malik**, ibunda **Salma**, dan ayahanda kedua **Haswadi Haruna** atas segala perhatian, kasih sayang, materi, pengorbanan, motivasi serta do'a yang tulus yang tiada henti untuk penulis. Saudara-saudara tersayang, kakakku **Kak Putri, Kak Ayu**, dan adikku **Aini, Wiwil, dan Pangeran** yang tidak pernah berhenti memberi semangat dan senantiasa mendo'akan penulis.

Kakek dan nenek tercinta, Almarhum **H. Abd. Malik Hasan** dan Almarhumah **Hj. Yuhani Adam** atas segala kasih sayang dan do'a yang tulus kepada penulis dan seluruh keluarga penulis yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang senantiasa memberikan dorongan kepada penulis.

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, Oktober 2022

Penulis

## ABSTRAK

Nanopartikel magnetit berupa oksida besi magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) merupakan suatu material yang bersifat feromagnetik. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi dan digunakan sebagai adsorben ion logam Cu(II) dalam sistim larutan biner dan kuarternier. Hasil sintesis nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR dan XRD. Material hasil sintesis berwarna hitam, dapat ditarik oleh medan magnet eksternal, berukuran 11,52 nm, dan adanya gugus fungsi Fe-O menunjukkan bahwa hasil sintesis merupakan nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Variabel uji kemampuan adsorpsi ion logam Cu(II) oleh nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yaitu penentuan pH optimum, waktu kontak optimum, dan kapasitas adsorpsi. Kondisi optimum adsorpsi ion logam Cu(II) berada pada pH 8 selama 100 menit dan kapasitas adsorpsi 32,33 mg/g. Model isoterm adsorpsi ion logam Cu(II) mengikuti model isoterm Sips dengan  $q_{\max} = 37$  mg/g dan model kinetika orde dua semu dengan konstanta laju adsorpsi sebesar 0,12 g/mg menit. Adapun urutan selektivitas adsorpsi ion logam Cu(II) terhadap keberadaan ion logam Cd(II), Pb(II), Ni(II) baik dalam sistim larutan biner dan kuarternier adalah Cu(II)/Ni(II) > Cu(II)/Cd(II) > Cu(II)/Pb(II). Keberadaan ion logam Cd(II), Pb(II), Ni(II) sebagai kompetitor menurunkan daya adsorpsi ion logam Cu(II) oleh nanopartikel magnetit. Uji selektivitas adsorpsi nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dalam sistim larutan biner dan kuarternier terbukti selektif terhadap ion logam Cu(II).

**Kata Kunci:** Nanopartikel, magnetit, kopresipitasi, adsorpsi, tembaga, koefisien selektivitas, sistim biner, sistim kuarternier.

## ***ABSTRACT***

Magnetite nanoparticles in the form of magnetite iron oxide ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) is a ferromagnetic material. This research aims to synthesize magnetite nanoparticles by coprecipitation method and used as an adsorbent for Cu(II) metal ions in binary and quaternary solution systems. The synthesis result of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nanoparticles were characterized by using FTIR and XRD instruments. The physical appearance is black and can be attracted by an external magnetic field, has a size of 11.52 nm, and the presence of the Fe-O functional group indicates the successful synthesis stage magnetic nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). The test variables for the adsorption ability of Cu(II) metal ions by magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nanoparticles were determining the optimum pH, optimum contact time, and adsorption capacity. The optimum conditions for the adsorption of Cu(II) metal ions were at pH 8 for 100 minutes and have an adsorption capacity was 32.33 mg/g. The Cu(II) metal ion adsorption isotherm model follows the Sips isotherm model with  $q_{\text{max}} = 37$  mg/g and a pseudo second order kinetics model with an adsorption rate constant of 0.12 g/mg min. The order of selectivity for adsorption of Cu(II) metal ions to the presence of metal ions Cd(II), Pb(II), Ni(II) both in the binary and quaternary solution systems is Cu(II)/Ni(II) > Cu(II)/Cd(II) > Cu(II)/Pb(II). The presence of Cd(II), Pb(II), Ni(II) metal ions as competitors reduces the adsorption capacity of Cu(II) metal ions by magnetite nanoparticles. Adsorption selectivity test of magnetite nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) in binary and quaternary solution systems proved to be selective towards Cu(II) metal ions.

**Keywords:** Nanoparticles, magnetite, coprecipitation, adsorption, copper, selectivity coefficient, binary system, quaternary system.

## DAFTAR ISI

PRAKATA.....	v
ABSTRAK.....	viii
<i>ABSTRACT</i> .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN .....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	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
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	7
2.1 Nanopartikel .....	7
2.2 Magnetit.....	7
2.3 Logam Berat .....	10
2.4 Tembaga (Cu).....	11
2.5 Adsorpsi.....	12
2.5.1 Isoterm Adsorpsi.....	15
2.5.1.1 Isoterm Langmuir .....	15
2.5.1.2 Isoterm Freundlich.....	15
2.5.1.3 Isoterm Sips .....	16
2.5.2 Kinetika Adsorpsi .....	17
2.6 Instrumen Untuk Karakterisasi.....	18
2.6.1 Fourier Transform Infra Red (FTIR) .....	18
2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD) .....	20
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	22
3.1 Bahan Penelitian .....	22
3.2 Alat Penelitian .....	22

3.3 Waktu dan Tempat Penelitian .....	22
3.4 Prosedur Penelitian .....	22
3.4.1 Sintesis Nanopartikel Magnetit.....	23
3.4.2 Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi Ion Logam Cu(II).....	23
3.4.2.1 Pembuatan Larutan Induk Cu(II) 1000 mg/L .....	23
3.4.2.2 Pembuatan Larutan <i>Intermediet</i> Cu(II) 50 mg/L .....	24
3.4.2.3 Pembuatan Deret Larutan Standar Cu(II) 0,5; 1; 2; 3; dan 5 mg/L ...	24
3.4.2.4 Optimasi pH.....	24
3.4.2.5 Optimasi Waktu Kontak .....	25
3.4.2.6 Optimasi Konsentrasi Ion Logam Cu(II) .....	25
3.4.3 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Cu(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Pb(II) dan Ni(II) dalam Sistim Biner .....	25
3.4.4 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Cu(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Pb(II) dan Ni(II) dalam Sistim Kuarterner.....	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	28
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) .....	28
4.2 Optimasi pH .....	32
4.3 Optimasi Waktu Kontak .....	34
4.4 Kapasitas Adsorpsi Ion Logam Cu(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) .....	35
4.5 Kinetika Adsorpsi Ion Logam Cu(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) .....	40
4.6 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Cu(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Pb(II) dan Ni(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) dalam Sistim Biner.....	42
4.7 Selektivitas Adsorpsi Ion Logam Cu(II) terhadap Ion Logam Cd(II), Pb(II) dan Ni(II) dalam Sistim Kuarterner .....	43
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	45
5.1 Kesimpulan.....	45
5.2 Saran .....	45
DAFTAR PUSTAKA .....	46

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>	<b>Halaman</b>
1. Struktur kristal $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	8
2. Prinsip kerja FTIR.....	19
3. Uji coba magnetit terhadap magnet eksternal .....	29
4. Spektrum inframerah nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) .....	30
5. Pola difraksi sinar-X nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).....	31
6. Grafik hubungan antara pH dengan jumlah ion logam Cu(II) .....	32
7. Grafik hubungan antara waktu kontak (t) dengan jumlah ion logam Cu(II) yang teradsorpsi ( $q_t$ ) oleh adsorben nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) .....	34
8. Grafik hubungan antara konsentrasi larutan ( $C_e$ ) dengan jumlah ion logam Cu(II) yang teradsorpsi ( $q_e$ ) oleh adsorben nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )....	36
9. Kurva isoterm Langmuir untuk adsorpsi ion logam Cu(II) .....	37
10. Kurva isoterm Freundlich untuk adsorpsi ion logam Cu(II).....	37
11. Kurva isoterm Sips untuk adsorpsi ion logam Cu(II) .....	38
12. Pemodelan isoterm Langmuir, Freundlich, dan Sips dari persamaan non-linear (program solver) untuk adsorpsi ion logam Cu(II) .....	39
13. Grafik model kinetika orde satu semu .....	41
14. Grafik model kinetika orde dua semu .....	41
15. Diagram koefisien selektivitas adsorpsi ion logam Cu(II).....	43
16. Diagram koefisien selektivitas adsorpsi ion logam Cu(II).....	44

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
1. Perbandingan perolehan gugus fungsi dan bilangan gelombang karakterisasi FTIR antara hasil eksperimen dengan referensi.....	30
2. Parameter isoterm adsorpsi ion logam Cu(II) oleh nanopartikel magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) dari persamaan linear .....	38
3. Parameter isoterm adsorpsi ion logam Cu(II) oleh nanopartikel magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) dari persamaan non-linear menggunakan program solver .....	39
4. Parameter kinetika orde satu semu ( <i>pseudo first order</i> ) dan kinetika orde dua semu ( <i>pseudo second order</i> ) adsorpsi ion logam Cu(II) oleh nanopartikel magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) .....	42

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran</b>	<b>Halaman</b>
1. Bagan Alir Prosedur Kerja .....	51
2. Perhitungan .....	56
3. Hasil FTIR Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).....	58
4. Hasil XRD Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).....	59
5. Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi Ion Logam Cu(II) oleh Adsorben Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) .....	65
6. Isoterm Adsorpsi .....	68
7. Kinetika Adsorpsi .....	72
8. Penentuan Koefisien Selektivitas Adsorpsi .....	73
9. Dokumentasi Kegiatan Penelitian .....	74

## DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

<b>Singkatan</b>	<b>Arti</b>
B3	Bahan Berbahaya dan Beracun
IR	<i>Infra Red</i>
FT	<i>Fourier Transform</i>
FTIR	<i>Fourier Transform Infra Red</i>
FFT	<i>Fast Fourier Transform</i>
PEG	<i>Polyethylene Glycol</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
JCPDS	<i>Joint Committee on Powder Diffraction Standard</i>
pH <sub>pzc</sub>	<i>pH at the point of zero charge</i>

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Perkembangan industri di Indonesia ikut memberikan dampak negatif atau permasalahan lingkungan karena menghasilkan limbah yang penanganannya tidak tepat, sehingga mengakibatkan turunnya kualitas lingkungan. Salah satu permasalahan lingkungan tersebut adalah pencemaran limbah logam berat dari industri. Limbah-limbah yang dihasilkan berasal dari beberapa industri seperti industri logam, elektroplating, penyamakan kulit, tekstil, dan cat yang perlu diolah secara tepat agar tidak memberi dampak buruk pada lingkungan (Maylani dkk., 2016).

Logam berat adalah salah satu pencemar yang sangat berbahaya karena bersifat toksik dan tidak dapat terbiodegradasi, serta dapat mengalami bioakumulasi dalam rantai makanan (Anis dan Gusrizal, 2006). Kadar logam berat yang masuk ke lingkungan menimbulkan dampak negatif apabila melewati ambang batas yang telah ditentukan (Inglezakis dkk., 2003). Salah satu logam berat yang merupakan logam esensial tetapi logam tersebut dapat bersifat toksik bagi tubuh dan dapat merusak lingkungan apabila melewati nilai ambang batas yang telah ditetapkan adalah logam tembaga (Wibowo dkk., 2017). Oleh karena itu, keberadaan Cu dalam lingkungan perairan harus dihilangkan atau dikurangi.

Upaya penanggulangan pencemaran limbah logam berat dapat dilakukan melalui proses purifikasi, yaitu proses penghilangan zat-zat berbahaya pada limbah industri dan rumah tangga. Metode purifikasi limbah diantaranya adalah adsorpsi, presipitasi, evaporasi, ekstraksi pelarut, pertukaran ion, dan osmosis terbalik

(Jha dkk., 2004). Salah satu metode yang cukup populer dan efektif, banyak dipilih dengan pertimbangan biaya yang relatif murah, proses yang cepat dan cukup mudah dalam menanggulangi pencemaran adalah adsorpsi (Pang dkk., 2011). Metode adsorpsi dapat menurunkan kadar logam berat dalam limbah cair dengan cara menjerap logam-logam berat ke permukaan adsorbennya (Andreas dan Ali, 2004).

Keberadaan multi logam dalam air limbah menyebabkan dampak interaktif yang dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti jumlah ko-kation yang berkompetisi pada situs-situs aktif, konsentrasi ion logam, pH, sifat, dan jumlah adsorben (Saeed dkk., 2005 dalam Sudiarta, 2018). Sifat interaksi antara ko-kation dengan logam utama tidak dapat ditentukan berdasarkan pengujian logam tunggal. Oleh karena itu, selektivitas adsorpsi ion logam dalam larutan biner dan kuarterner penting untuk dilakukan (Ting dan Teo, 1994 dalam Sudiarta, 2018).

Menurut Sudiarta dkk. (2018) dalam adsorpsi sistem biner Cu-Pb, keberadaan ko-kation Pb(II) memberikan efek antagonistik yaitu menurunkan jumlah Cu(II) yang terserap pada adsorben silika gel terimobilisasi difenilkarbazida (Si-DPZIDA), dengan serapan lebih kecil dari dari 0.2941 mmol/g. Efek antagonis terbesar terjadi pada kehadiran ko-kation Pb(II) pada konsentrasi 0,5 mM, dengan kapasitas adsorpsi Cu(II) 0,2736 mmol/g (Sudiarta, 2018). Pada penelitian Srivastava dkk. (2005) diperoleh selektivitas adsorpsi kaolinit dalam sistem multi ion logam berat adalah  $Pb < Cu < Zn < Cd$ .

Beberapa adsorben yang umum digunakan pada metode adsorpsi antara lain arang aktif, zeolit, bentonit, dan nanopartikel magnetit (Suprihatin dan Indrasti, 2010; Ghomri dkk., 2013; Shen dkk., 2009). Penelitian pada penanggulangan pencemaran logam berat di lingkungan menggunakan adsorben nanoteknologi banyak menarik perhatian karena biaya yang dibutuhkan lebih murah, waktu yang

diperlukan lebih efisien, proses sederhana serta efektif dalam menanggulangi pencemaran air oleh logam berat (Nurdila dkk., 2015). Salah satu adsorben yang menarik untuk diteliti adalah nanopartikel magnetit (Mahmuda dkk., 2014).

Nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) merupakan salah satu nanopartikel yang banyak digunakan dalam penanggulangan pencemaran air oleh logam berat dan memiliki sifat magnet yang paling kuat diantara oksida-oksida logam transisi lainnya (Maylani dkk., 2016). Sifat superparamagnetik dimiliki oleh magnetit yang ukurannya  $< 30$  nm. Keunggulan lain yang dimiliki adsorben ini yaitu luas permukaan partikel magnetit yang besar karena berukuran nano sehingga memiliki kapasitas yang besar untuk mengadsorpsi ion logam berat (Mahmuda dkk., 2014).

Pada pembuatan magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dapat digunakan beberapa metode seperti metode kopresipitasi, solvotermal sol gel, *solid state*, dan lain sebagainya (Maylani dkk., 2016). Metode kopresipitasi adalah salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat, dan oksalat (Rio, 2011). Metode kopresipitasi menggunakan presipitat berupa cairan (*aqueous*) dan menghasilkan material berbentuk padatan (*solid*) (Zhu dkk., 2005). Metode kopresipitasi adalah metode yang sederhana dan murah dalam biaya operasional, 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 (Permana dkk., 2017).

Penelitian terkait adsorpsi logam Cu(II) menggunakan adsorben nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang disintesis dengan metode kopresipitasi telah dilakukan oleh Mahmuda dkk. (2014), dimana diperoleh ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  12

nm dan persentase penurunan kadar ion logam maksimum terjadi pada pH 12 (kondisi basa) adalah 99,7%. Yamin (2017) telah mensintesis nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sebagai adsorben logam Cu(II) dengan metode elektrolisis. Nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang dihasilkan memiliki ukuran diameter rata-rata 35,24 nm dengan tegangan 10 V, waktu kontak optimum adsorpsi 60 menit dengan konsentrasi adsorbat 100 mg/L, kapasitas adsorpsi 19,9928 mg/g, dan efisiensi penyerapan sebesar 99,96%.

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan uji selektivitas adsorpsi ion logam Cu(II) terhadap ion logam Cd(II), Pb(II), Ni(II) dengan adsorben nanopartikel magnetit. Pada penelitian ini nanopartikel magnetit akan disintesis dari  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan menggunakan metode kopresipitasi. Metode ini digunakan karena sederhana, mudah dan murah. Magnetit yang telah terbentuk selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk menganalisis gugus fungsi, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk menganalisis kristalinitas dan ukuran partikel, dan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) untuk menentukan konsentrasi ion logam. Proses adsorpsi dipengaruhi oleh pH, waktu kontak dan konsentrasi. Oleh karena itu, pengaruh parameter tersebut terhadap adsorpsi ion logam Cu(II) akan diuji dalam penelitian ini untuk menentukan pH optimum, waktu kontak optimum, dan kapasitas adsorpsi. Model isoterm, kinetika adsorpsi, dan koefisien selektivitas adsorpsi ion logam Cu(II) terhadap keberadaan ion logam Cd(II), Pb(II), Ni(II) dalam sistim larutan biner dan kuarterner juga akan diuji.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

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

### **1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian**

#### **1.3.1 Maksud Penelitian**

Maksud dari penelitian ini adalah untuk mengetahui dan menentukan pH optimum, waktu kontak optimum, kapasitas adsorpsi, model isoterm dan kinetika, serta selektivitas adsorpsi ion logam Cu(II) terhadap keberadaan ion logam Cd(II), Pb(II), Ni(II) oleh adsorben nanopartikel magnetit dalam sistim larutan biner dan kuarterner.

#### **1.3.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah:

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

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat bagi masyarakat dan berbagai pihak dalam menanggulangi pencemaran dengan proses adsorpsi logam berat dengan menggunakan suatu material berukuran nano dan memiliki sifat kemagnetan yang sangat baik untuk digunakan sebagai adsorben. Selain itu, penelitian ini dapat memberikan informasi tentang selektivitas adsorpsi ion logam Cu(II) menggunakan adsorben nanopartikel magnetit terhadap keberadaan ion lain, sehingga dapat dipergunakan dalam pengolahan limbah dan pemisahan skala industri.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Nanopartikel**

Nanoteknologi adalah teknologi berbasis pengelolaan materi yang berukuran nanometer atau satu per miliar meter. Perkembangan nanoteknologi mendorong kemajuan penelitian tentang partikel berukuran nanometer yang disebut dengan nanopartikel yang memiliki luas permukaan yang besar (Abdullah dan Khairurrijal, 2010).

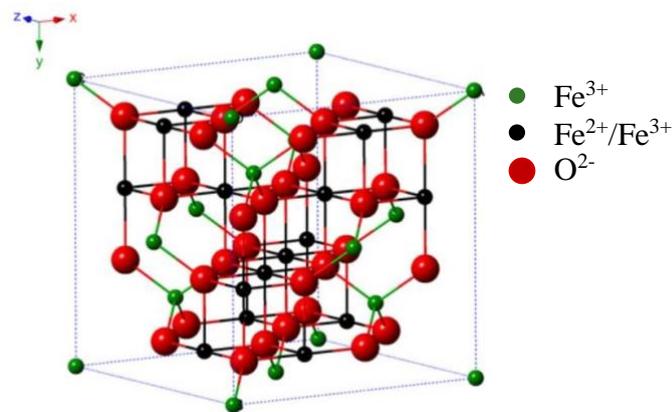
Salah satu nanopartikel yang banyak digunakan dan dikembangkan oleh ilmuwan adalah magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Magnetit juga dikenal sebagai *black iron oxide*, *magnetic iron ore*, *loadstone*, *ferrous ferrit*, dan *hercules stone*. Magnetit ini memiliki kemagnetan paling kuat di antara oksida-oksida logam transisi lainnya (Teja dan Koh, 2009).

Nanopartikel magnetik memiliki peranan yang penting dalam ilmu kimia, fisika dan material. Pemanfaatan nanopartikel magnetit telah mendapat banyak perhatian karena sifatnya yang unik, seperti ukuran yang sangat kecil, luas permukaan yang besar, kemampuan modifikasi permukaan, sifat magnetik yang kuat, dan biokompatibilitas yang tinggi. Penerapan teknologi nanopartikel akan memecahkan sebagian besar masalah lingkungan (Al-Jabri dkk., 2018).

#### **2.2 Magnetit**

Magnetit adalah jenis oksida besi dengan rumus kimia  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan nama IUPAC besi oksida (II, III) atau *ferrous-ferric oxide*. Partikel berwarna hitam yang bersifat ferromagnetik dengan nilai magnetisasi tertinggi yaitu 92 emu/g. Pada

bidang industri, magnetit digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpan data dalam bentuk *hard disk* dan pigmen warna. Pada bidang lingkungan, magnetit digunakan sebagai adsorben kontaminan air karena memiliki daya serap yang besar dan memiliki kemampuan dalam merespon medan magnet sehingga memudahkan proses pemisahan adsorben dari dalam larutan (Agnestisia, 2017).



**Gambar 1.** Struktur kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Blaney, 2007)

Magnetit memiliki struktur spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, celah-celahnya ditempati oleh ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  seperti terlihat pada Gambar 1 (Hook and Hall, 1991). Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) adalah produk hasil reaksi antara oksida besi(II) dan besi(III), dimana oksida besi campuran yang dihasilkan lebih unggul daripada oksida besi(II) dan oksida besi(III) itu sendiri. Salah satu keunggulan yang dimiliki magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yaitu sifat magnetik yang lebih kuat. Hal ini yang menyebabkan magnetit lebih banyak digunakan dalam material sains dan material terapan (Sari, 2017). Beberapa sifat nanopartikel magnetit ini bergantung pada ukurannya, contohnya magnetit yang ukuran partikel di bawah 10 nm akan bersifat superparamagnetit (Hook and Hall, 1991).

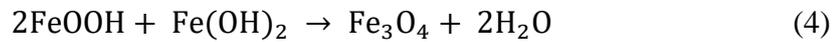
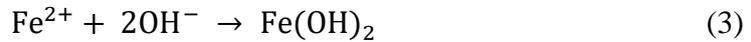
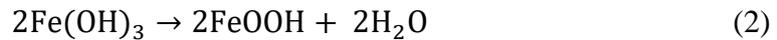
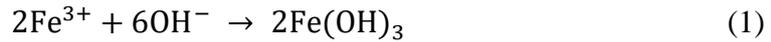
Nanopartikel magnetik atau oksida besi magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) merupakan material yang menarik dan memiliki aplikasi yang sangat luas. Pada ukuran *bulk*,

material ini merupakan kelompok ferromagnetik. Namun, pada ukuran nanometer, material ini termasuk kelompok superparamagnetik, serta memiliki sifat-sifat yang lebih baik seperti magnetisasi saturasi yang tinggi (90 emu/g), *biological compatibility*, dan *environmental stability*. Endapan oksida besi yang dihasilkan berwarna hitam pekat, yang mengindikasikan terbentuknya nanopartikel oksida besi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Selain sifat fisiknya yang berwarna hitam, endapan partikel magnetik juga dapat dilihat pada proses dekantasi magnet dan partikel (Permana dkk., 2017).

Ada berbagai metode yang dapat dilakukan untuk membuat magnetit dalam ukuran nano seperti metode kopresipitasi, dekomposisi termal, mikroemulsi, dan metode hidrotermal. Pembuatan magnetit dalam ukuran nano dilakukan untuk memperoleh sifat superparamagnetik dari nanomagnetit. Pada sintesis magnetit, semua metode memiliki keunggulan masing-masing, namun metode kopresipitasi adalah yang paling banyak digunakan karena paling mudah serta memberikan hasil yang lebih tinggi (Lu dkk., 2007).

Pada pengaplikasiannya, syarat dasar yang harus dimiliki bahan oksida ini yaitu ukuran partikel yang homogen pada kisaran < 30 nm dengan sifat magnetik tinggi. Pengendalian ukuran partikel bisa dilakukan dengan memperhatikan parameter proses pembuatan seperti nilai pH, kecepatan dan suhu. Pengendalian sifat magnetik dilakukan dengan memperhatikan fasa oksida besi yang terbentuk. Fasa oksida besi yang dapat terbentuk ada 4, yaitu fasa *magnetite* (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), fasa *maghemite* ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), fasa *hematite* ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), dan fasa *wustite* (FeO). Fasa *magnetite* dan *maghemite* mempunyai sifat magnetik yang kuat sehingga kedua fasa ini yang paling banyak digunakan, terutama fasa *magnetite* (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) sebagai fasa oksida yang memiliki sifat magnetik paling kuat (Sulungbudi dkk., 2006).

Pembentukan magnetit dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut:



Pada proses kopresipitasi pembentukan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan perbandingan mol  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  (1:2), pelarutan  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam akuades akan menghasilkan ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dan molekul  $\text{H}_2\text{O}$  dalam larutan akan terhidrolisis menjadi ion  $\text{H}^+$  dan ion  $\text{OH}^-$ . Ion  $\text{Fe}^{3+}$  akan berikatan dengan gugus hidroksil (-OH) membentuk  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dan selanjutnya akan terhidrolisis menjadi  $\text{FeOOH}$  yang ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi coklat kemerahan. Ion  $\text{Fe}^{2+}$  juga akan berikatan dengan gugus hidroksil (-OH) membentuk  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ . Kemudian  $\text{FeOOH}$  dan  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  akan bereaksi membentuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi hitam pekat (Lestari dan Sartika, 2018).

### 2.3 Logam Berat

Logam berat termasuk unsur penting yang diperlukan makhluk hidup. Logam berat terbagi menjadi dua yaitu logam berat esensial dan logam berat non-esensial. Logam berat esensial seperti tembaga (Cu), selenium (Se), besi (Fe), dan zink (Zn) dibutuhkan dalam jumlah tertentu untuk menjaga metabolisme tubuh manusia, sedangkan logam berat non-esensial tidak mempunyai fungsi di dalam tubuh manusia bahkan dapat menyebabkan keracunan pada manusia seperti timbal (Pb), merkuri (Hg), arsenik (As), dan kadmium (Cd). Logam berat merupakan komponen alami yang terdapat di kulit bumi yang tidak dapat didegradasi, dihancurkan dan merupakan zat yang berbahaya karena dapat terjadi bioakumulasi. Bioakumulasi adalah peningkatan konsentrasi zat kimia dalam tubuh makhluk hidup

dalam waktu yang cukup lama dibandingkan dengan konsentrasi zat kimia yang terdapat di alam (Yudo, 2006).

Air limbah merupakan sumber utama logam berat seperti arsenik (As), kadmium (Cd), kromium (Cr), tembaga (Cu), timah (Sn), nikel (Ni), dan seng (Zn), yang semuanya menimbulkan risiko bagi kesehatan manusia dan lingkungan (Lambert dkk., 2000). Berbagai sumber logam berat yaitu erosi tanah, pelapukan alami kerak bumi, pertambangan, limbah industri, limpasan perkotaan, pembuangan limbah, agen pengendalian serangga atau penyakit diterapkan untuk tanaman, dan banyak lainnya (Morais dkk., 2012). Jika air yang tercemar logam berat masuk ke dalam tubuh manusia, maka akan terakumulasi secara terus-menerus dan menyebabkan keracunan (Inglezakis dkk., 2003).

#### **2.4 Tembaga (Cu)**

Logam tembaga adalah logam berwarna merah muda, liat, dan lunak sehingga mudah ditempa. Pada tabel periodik, tembaga memiliki lambang Cu dengan nomor atom 29 dan massa atom standar 63,546 g/mol. Logam tembaga (Cu) memiliki titik lebur 1038°C dan titik didih 2562°C. Logam tembaga (Cu) tidak dapat larut dalam asam klorida dan asam sulfat encer karena potensial elektroda standarnya bernilai positif yaitu +0,34 V untuk pasangan Cu/Cu<sup>2+</sup>. Pemanfaatan logam Cu banyak digunakan pada pabrik yang memproduksi alat-alat listrik, gelas dan zat warna yang biasanya bercampur dengan logam lain seperti aloi dengan perak, kadmium, timah putih dan seng (Novita dkk., 2014).

Logam tembaga (Cu) dapat masuk ke dalam semua sistem lingkungan, seperti perairan, tanah dan udara (lapisan atmosfer) melalui berbagai sumber. Sumber pencemaran logam tembaga yang paling utama berasal dari perindustrian, pembakaran, kegiatan rumah tangga, dan mobilitas bahan bakar (Liantira, 2015).

Logam tembaga (Cu) biasanya terdapat dalam limbah buangan cair seperti limbah kerajinan perak (Giyatmi dkk., 2008). Perak yang telah melalui proses penempaan akan dicelupkan ke dalam HCl dengan tujuan untuk melarutkan zat-zat pengotor seperti tembaga, proses inilah yang biasanya menghasilkan limbah Cu (Andaka dan Ganjar, 2008). Limbah logam berat ini akan masuk ke dalam lingkungan perairan yang menyebabkan terjadinya pencemaran pada sumber-sumber air bila tidak dilakukan proses pengolahan karena logam tersebut sangat sulit didegradasi (Handoko dkk., 2013).

Efek keracunan secara kronis yang ditimbulkan oleh logam Cu pada manusia dapat dilihat dengan timbulnya penyakit Wilson dan Kinsky. Gejala dari penyakit wilson adalah sirosis hati, kerusakan otak, penurunan kerja ginjal, dan pengendapan Cu dalam kornea mata. Gejala dari penyakit Kinsky dapat terlihat pada rambut yang kaku dan berwarna kemerahan pada penderita (Palar, 2008).

Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2021 tentang baku mutu air nasional menyatakan bahwa kadar maksimum Cu pada air sungai, air danau dan sejenisnya yang peruntukannya dapat digunakan untuk air baku air minum sebesar 0,02 mg/L. Nilai ambang batas Cu dalam limbah non B3 adalah < 10 mg/L, sedangkan apabila kadarnya > 10 mg/L maka akan digolongkan sebagai limbah B3. Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah menyatakan bahwa kadar maksimum logam tembaga (Cu) pada air limbah yang dibuang ke badan air sebesar 3 mg/L.

## **2.5 Adsorpsi**

Adsorpsi adalah proses penjerapan ion dimana ion yang terjerap (adsorbat) akan tertahan di permukaan partikel penjerap (Handayani dan Sulistiyono, 2009). Keberhasilan metode adsorpsi diukur oleh kemampuan adsorben untuk menyerap

molekul-molekul adsorbat (Nurdila dkk., 2015). Proses adsorpsi berlangsung melalui pembentukan ikatan antara adsorben (zat pengadsorpsi) dan adsorbat (zat teradsorpsi) (Wuryanti dan Suharyadi, 2016). Adapun faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi adalah:

#### 1. Jenis-Jenis Adsorben

Adsorben terbagi menjadi 3 yaitu adsorben polar, adsorben non polar dan adsorben basa (Widayatno dkk., 2017).

a. Adsorben polar, adalah adsorben yang memiliki daya adsorpsi yang besar terhadap asam karboksilat, alkohol, alumina, keton dan aldehid.

b. Adsorben non polar, adalah adsorben yang memiliki daya adsorpsi yang besar terhadap amin dan senyawa yang bersifat basa.

c. Adsorben basa, adalah adsorben yang memiliki daya adsorpsi yang besar terhadap senyawa yang bersifat asam.

#### 2. Jenis-Jenis Adsorbat

Ketika zat yang diadsorpsi merupakan larutan elektrolit, maka proses adsorpsi akan berjalan lebih cepat dan hasil adsorpsi juga akan lebih banyak daripada larutan non elektrolit. Larutan elektrolit terionisasi dan menghasilkan ion-ion dengan muatan berlawanan menyebabkan gaya tarik-menarik Van der Waals semakin besar sehingga daya adsorpsi juga semakin besar (Widayatno dkk., 2017).

#### 3. Konsentrasi Zat

Jika konsentrasi zat makin besar, maka jumlah larutan yang teradsorpsi juga semakin besar (Syauqiah dkk., 2011).

#### 4. Luas Permukaan

Semakin kecil ukuran partikel adsorben, maka semakin luas permukaannya, sehingga akan lebih banyak zat yang dapat menempel di permukaannya (Syauqiah dkk., 2011).

## 5. Tekanan

Semakin besar tekanan, maka molekul-molekul adsorbat akan lebih cepat teradsorpsi, sehingga jumlah zat yang teradsorpsi juga semakin besar. Jadi tekanan memperbesar jumlah zat yang teradsorpsi, hal ini dapat dilihat pada persamaan Harkins (Widayatno dkk., 2017):

$$\log P = B - \frac{S}{V} \text{ atau } \ln P = -d \frac{A^2+1}{2KT} \quad (5)$$

Keterangan:

- V = jumlah mol yang diadsorpsi
- P = tekanan gas (atm)
- B = konsentrasi (mol/detik)
- A = konstanta Boltzman
- T = suhu mutlak (°K)

Jika B dan S tetap, maka tekanan akan semakin besar sehingga jumlah mol zat yang teradsorpsi juga semakin besar.

## 6. Daya Larut terhadap Adsorben

Semakin tinggi daya larut maka proses penyerapan akan berlangsung lebih lambat karena gaya untuk melarutkan adsorbat berlawanan dengan gaya tarik adsorben terhadap adsorbat (Widayatno dkk., 2017).

## 7. Koadsorpsi

Adsorben yang telah mengadsorpsi suatu zat akan memiliki daya adsorpsi yang lebih besar terhadap adsorbat tertentu daripada daya adsorpsi awal (Widayatno dkk., 2017).

## 8. Pengadukan

Semakin cepat pengadukan maka molekul-molekul adsorbat dan adsorben akan saling bertumbukan sehingga akan proses adsorpsi akan lebih cepat (Syauqiah dkk., 2011).

### 2.5.1 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi adalah proses penyerapan zat terserap (adsorbat) oleh zat penyerap (adsorben) yang berlangsung pada suhu yang tetap. Model isoterm adsorpsi yang biasa digunakan yaitu isoterm Langmuir, Freundlich dan Sips.

#### 2.5.1.1 Isoterm Langmuir

Isoterm Langmuir menyatakan bahwa kapasitas adsorpsi maksimum terjadi akibat terbentuknya lapisan tunggal (*monolayer*) adsorbat di permukaan adsorben (Handayani dan Sulistiyono, 2009). Isoterm adsorpsi Langmuir dituliskan dalam persamaan (6) (Zahroh, 2010):

$$Q = \frac{b \cdot K \cdot C_e}{1 + K \cdot C_e} \quad (6)$$

Persamaan (6) dapat diturunkan secara linier menjadi persamaan (7):

$$\frac{C_e}{Q} = \frac{1}{Kb} + \frac{1}{b} C_e \quad (7)$$

Keterangan:

- $C_e$  = konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan setelah adsorpsi (mg/L)
- $Q$  = jumlah adsorbat teradsorpsi per bobot adsorben (mg/g)
- $K$  = konstanta kesetimbangan adsorpsi (L/mg)
- $b$  = kapasitas adsorpsi maksimum dari adsorben (mg/g)

#### 2.5.1.2 Isoterm Freundlich

Isoterm Freundlich terjadi karena adanya ikatan fisika antara zat terserap (adsorbat) dan permukaan zat penyerap (adsorben). Adsorpsi Freundlich menghasilkan beberapa lapisan (*multilayer*) karena ikatan fisika yang terbentuk relatif lemah, sehingga ketika terjadi peningkatan suhu, konsentrasi ataupun

tekanan, maka penyerapan adsorbat pada adsorben juga meningkat dengan membentuk lapisan pertama, kedua, dan seterusnya. Model Freundlich menganggap permukaan heterogen dengan distribusi panas adsorpsi yang tidak seragam pada permukaan (Foo, 2010).

Adsorpsi fisika terjadi ketika gaya intermolekul lebih besar daripada gaya tarik antar molekul (gaya tarik menarik yang relatif lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben), gaya ini juga disebut gaya van der Waals. Pada adsorpsi ini adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain suatu adsorben. Proses adsorpsi ini berlangsung sangat cepat dan bersifat *reversible* (dapat bereaksi balik) karena hanya membutuhkan energi yang rendah (Foo, 2010).

Isoterm adsorpsi Freundlich dapat dituliskan dalam persamaan (8) (Rahmalia dkk., 2009):

$$Q = k \cdot C_e^{1/n} \quad (8)$$

Persamaan (8) dapat diubah ke dalam bentuk linier dengan mengambil bentuk logaritmanya menjadi persamaan (9):

$$\log Q = \log k + \frac{1}{n} \log C_e \quad (9)$$

Keterangan:

- $C_e$  = konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan setelah adsorpsi (mg/L)
- $k$  = konstanta adsorpsi Freundlich
- $n$  = konstanta empiris
- $Q$  = jumlah adsorbat teradsorpsi per bobot adsorben (mg/g)

### 2.5.1.3 Isoterm Sips

Isoterm adsorpsi Sips adalah gabungan isoterm Langmuir dan Freundlich untuk memprediksi sistem adsorpsi heterogen dan menghindari keterbatasan

peningkatan konsentrasi adsorbat terkait dengan model isoterm Freundlich. Pada konsentrasi adsorbat rendah, persamaan Sips tereduksi menjadi persamaan isoterm Freundlich, sedangkan pada konsentrasi tinggi akan terlihat kapasitas karakteristik *monolayer* isoterm adsorpsi Langmuir (Tedds, 2011).

Isoterm Sips dapat dituliskan dalam persamaan (10) dan (11) (Basir, 2019):

$$q_e = \frac{q_m \cdot K_{eq} \cdot C_e^{1/n}}{1 + K_{eq} \cdot C_e^{1/n}} \quad (10)$$

$$\ln \frac{q_e}{q_m - q_e} = \ln K_{eq} + \frac{1}{n} \cdot \ln C_e \quad (11)$$

Keterangan:

$1/n$  = faktor heterogenitas

$K_{eq}$  = konstanta kesetimbangan (L/mg)

$q_e$  dan  $q_m$  = kapasitas adsorpsi kesetimbangan dan kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g)

## 2.5.2 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi adalah bagian dari adsorpsi yang menjelaskan tentang laju adsorpsi dari suatu adsorben terhadap adsorbat, sehingga kinetika adsorpsi memiliki persamaan untuk menentukan konstanta laju dari proses adsorpsi yaitu orde satu semu dan orde dua semu (Yahaya dkk., 2011).

Orde satu semu menjelaskan bahwa konsentrasi adsorbat berlebih dibanding jumlah sisi aktif yang terdapat pada permukaan adsorben. Adapun persamaan orde satu semu dituliskan dalam persamaan (12) dan (13) (Yahaya dkk., 2011):

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1 (q_e - q_t) \quad (12)$$

$$\ln (q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (13)$$

Data  $\ln (q_e - q_t)$  dan  $t$  diplotkan pada grafik sehingga diperoleh nilai  $k$ ,  $q_e$  dan  $R^2$ , dimana  $k$  merupakan slope dan  $q_t$  merupakan intersep.

Orde dua semu yang dikemukakan oleh Ho dan McKay menjelaskan bahwa kapasitas adsorpsi setara dengan jumlah sisi aktif yang terdapat pada permukaan adsorben. Adapun persamaan orde dua semu dituliskan dalam persamaan (14) (Yahaya dkk., 2011):

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (14)$$

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)

Data  $t/q_t$  dan  $t$  diplotkan pada grafik sehingga diperoleh nilai  $k$ ,  $q_e$ , dan  $R^2$ , dimana  $k$  merupakan intersep dan  $q_t$  merupakan slope.

## 2.6 Instrumen Untuk Karakterisasi

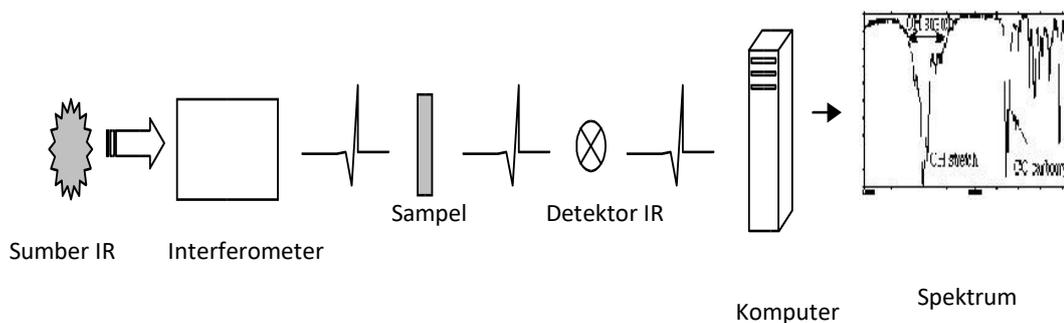
### 2.6.1 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Spektrometri inframerah dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya gugus fungsi dalam suatu molekul. Spektrum inframerah suatu molekul adalah hasil transisi antara tingkat energi getaran (vibrasi) atau osilasi (*oscillation*). Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Molekul yang berada pada keadaan vibrasi akan tereksitasi (*excited vibrational state*) dan jika molekul pada keadaan dasar, energi yang diserap akan dibuang dalam bentuk panas. Panjang gelombang eksak dari absorpsi oleh suatu tipe ikatan, bergantung pada macam

getaran dari ikatan tersebut. Oleh karena itu, jika tipe ikatan berbeda maka gugus fungsi akan menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang yang berbeda pula (Supratman, 2010).

Terdapat dua jenis metode spektroskopi *infra red* (IR) yaitu metode dispersif dan metode *fourier transform* (FT). Metode dispersif adalah metode yang pertama kali digunakan sebelum metode FT. Prinsip metode dispersif adalah mendispersikan radiasi inframerah menggunakan prisma atau kisi, sedangkan pada metode FT menggunakan prinsip dari interferometer. Metode FT lebih unggul daripada metode dispersif karena dapat digunakan pada sampel yang berukuran kecil, alat ini juga dilengkapi dengan komputer dengan kemampuan menyimpan dan memanipulasi spektrum (Stevens, 2007).

Prinsip kerja FTIR ditunjukkan oleh Gambar 2 yaitu sumber cahaya IR menghasilkan cahaya polikromatik daerah inframerah, setelah melewati interferometer diubah menjadi sinyal interferogram, selanjutnya sinyal tersebut diserap oleh sampel, kemudian akan ditangkap oleh detektor IR dan diubah ke dalam bentuk tegangan yang sebanding dengan pola interferogram juga, nantinya setelah dilakukan proses di komputer menggunakan perhitungan FFT akan diperoleh grafik spektrum hubungan antara intensitas serapan sampel dan panjang gelombang (Suseno dan Firdausi, 2008).



**Gambar 2.** Prinsip kerja FTIR

Penelitian Rampengan (2017) menggunakan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada polimer *polyethylene glycol* (PEG) *coated*-nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Berdasarkan hasil analisa FTIR, diperoleh beberapa puncak dengan panjang gelombang yang berbeda-beda. Puncak serapan pada panjang gelombang 586,36 dan 408,91  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan dua serapan yang dominan dalam spektrum sampel, kedua puncak berkaitan dengan vibrasi ikatan tetrahedral Fe-O dan oktahedral Fe-O. Puncak serapan pada panjang gelombang 3448,72  $\text{cm}^{-1}$  berkaitan dengan adanya vibrasi gugus -OH (hidroksil). Masing-masing gugus fungsi memiliki pita serapan yang khas pada bilangan gelombang tertentu.

### **2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD)**

Difraktometer sinar-X adalah sebuah instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi sampel berupa kristal dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Hasil yang diperoleh dari percobaan ini adalah intensitas relatif ( $I/I$ ) dan sudut hamburan ( $2\theta$ ). Hamburan sinar-x berasal dari atom-atom yang membentuk bidang kristal dari cuplikan yang diamati (Ghozali, 2010).

Difraktometri sinar-X adalah salah satu metode karakterisasi material yang sudah lama ditemukan dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal dan ukuran partikel magnetit yang terbentuk. XRD terdiri atas slit dan film serta monokromator (Ghozali, 2010).

Keberadaan pengotor dalam kristal dapat diamati dengan cara membandingkan difraktogram hasil analisis dengan file *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Menurut JCPDS  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  standar No.79-0419 puncak-puncak yang muncul pada difraktogram muncul pada  $2\theta = 30,08; 35,43; 56,94; \text{ dan } 62,52^\circ$  (Ghozali, 2010).

Adapun cara menentukan ukuran partikel dapat menggunakan Metode Debye-Scherrer, dengan persamaan (15) (Ghozali, 2010):

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (15)$$

Keterangan:

D = Ukuran rata-rata kristal (nm)

k = Konstanta dimensi kristal (untuk dimensi kristal 3D=0,94)

$\beta$  = *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad)

$\theta$  = Sudut difraksi (derajat)

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X ( 0,154056 nm)

Nilai tetapan kisi sampel diperoleh melalui perhitungan dengan menggunakan hukum Bragg, dengan persamaan (16) (Pauzan dkk., 2013):

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (16)$$

Keterangan:

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X (Å)

d = jarak kisi (Å)

$\theta$  = sudut difraksi (derajat)

n = orde reaksi

Analisis menggunakan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan ukuran partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang telah disintesis. Pada Mahmuda dkk. (2014) terbentuknya fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dilihat pada nilai parameter kekisi yang diestimasi dari puncak utama sudut  $2\theta = 35,68^\circ$  (pada puncak utama) dengan indeks 311. Berdasarkan hasil estimasi diperoleh nilai parameter kekisi 8,34 Å dan jarak antar bidang kristalnya 0,251 nm, nilai parameter kekisi yang diperoleh mendekati referensi nilai parameter kekisi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yaitu 8,397 Å. Pembentukan fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> juga semakin diperkuat dengan munculnya beberapa puncak difraksi lain dengan indeks miller (220), (400), (511), dan (440), yang merupakan indeks khas dari struktur spinel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Ukuran partikel yang didapatkan sebesar 12 nm.