

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zat warna sintetis banyak digunakan dalam berbagai industri, seperti tekstil, makanan, kertas, dan plastik, dengan produksi global mencapai sekitar 800.000 ton per tahun (Manzoor & Sharma, 2020). Namun, limbah cair yang mengandung zat warna memiliki tingkat toksisitas yang tinggi dan potensi karsinogenik, sehingga menimbulkan ancaman serius terhadap ekosistem, sumber air minum, dan kesehatan manusia (Islam et al., 2023). Methylene Blue (MB) merupakan salah satu zat warna kationik yang paling sering digunakan dan dianggap berbahaya (Khan et al., 2022; Oladoye et al., 2022), sementara Congo Red (CR), sebagai zat warna anionik, juga menimbulkan risiko lingkungan yang signifikan (Raval et al., 2016; Siddiqui et al., 2023). Karena metode konvensional pengolahan limbah sering kali gagal menghilangkan MB dan CR secara efektif (Behera et al., 2021), kedua zat warna ini sering dijadikan model dalam penelitian penghilangan warna melalui proses adsorpsi (Shaban et al., 2018).

Adsorpsi adalah metode yang efektif untuk menghilangkan zat warna dari air limbah karena prosesnya sederhana, biaya rendah, dan kapasitas penghilangan yang tinggi (Zhou et al., 2019). Keunggulan lainnya adalah kemudahan pemulihan adsorben setelah proses selesai, yang menguntungkan dalam aplikasi skala industri (Baskar et al., 2022). Namun, efektivitas adsorpsi sangat bergantung pada sifat fisik (Carrales-Alvarado et al., 2020; H. Wang & Shadman, 2013) dan kimia (B. Chen et al., 2008; Ören & Kaya, 2006) material adsorben. Penggunaan komposit yang menggabungkan berbagai material dapat meningkatkan efisiensi adsorpsi, khususnya untuk zat warna kationik dan anionik yang sering ditemukan dalam limbah industri (Ahmadi et al., 2022; Pereira et al., 2021).

Dalam sistem adsorpsi, terutama pada penghilangan zat warna dalam larutan, kinerja adsorpsi umumnya dipengaruhi secara simultan oleh beberapa variabel proses seperti pH larutan, waktu kontak, dan dosis adsorben. Hubungan antara variabel-variabel tersebut dengan respons adsorpsi sering kali bersifat nonlinier dan melibatkan interaksi antarfaktor, sehingga pendekatan konvensional berbasis satu variabel pada satu waktu (*one-factor-at-a-time*) menjadi kurang memadai untuk merepresentasikan perilaku sistem secara komprehensif. Oleh karena itu, diperlukan suatu pendekatan metodologis yang mampu memodelkan pengaruh simultan dan interaksi antarvariabel proses terhadap kinerja adsorpsi. *Response Surface Methodology* (RSM) merupakan

pendekatan statistik dan matematis yang dirancang untuk membangun model empiris multivariat, umumnya dalam bentuk persamaan polinomial orde dua, sehingga memungkinkan evaluasi pengaruh faktor utama maupun interaksi antarfaktor secara bersamaan (Hidayat et al., 2023; Sheta et al., 2021).

Penerapan RSM menjadi semakin relevan pada sistem adsorpsi multikomponen atau biner, seperti adsorpsi simultan Methylene Blue dan Congo Red, karena keberadaan lebih dari satu spesies terlarut dapat memicu fenomena kompetisi terhadap lokasi aktif adsorpsi dan menghasilkan perilaku adsorpsi yang tidak bersifat aditif sederhana. Literatur menunjukkan bahwa sistem adsorpsi multikomponen sering memperlihatkan hubungan nonlinier antara variabel operasi dan respons, sehingga pemodelan linier sederhana berpotensi gagal merepresentasikan perilaku sistem secara akurat (Ismail et al., 2025; Mikolajczyk et al., 2024). Dalam konteks ini, RSM memiliki keunggulan karena mampu menangkap kelengkungan (*curvature*) dan efek interaksi yang menjadi karakteristik sistem adsorpsi biner (Sheta et al., 2021).

Selain berfungsi sebagai alat optimasi, RSM juga menyediakan kerangka analitik untuk menilai sensitivitas relatif respons adsorpsi terhadap perubahan kondisi operasi melalui analisis signifikansi statistik koefisien model. Pendekatan ini memungkinkan identifikasi variabel proses yang paling dominan memengaruhi efisiensi adsorpsi masing-masing zat warna dalam satu ruang desain eksperimen yang sama (Beigzadeh et al., 2020; Pourbaghaei et al., 2021). Dengan demikian, RSM tidak hanya digunakan untuk menentukan kondisi optimum, tetapi juga untuk memperoleh pemahaman yang lebih mendalam mengenai perilaku sistem adsorpsi yang diteliti.

Polisakarida, seperti kitosan, merupakan biomaterial polimerik organik yang sering digunakan dalam berbagai bidang bioteknologi karena ketersediaannya yang tinggi, biokompatibilitas, dan kemampuannya yang dapat diubah secara enzimatis atau kimia untuk tujuan tertentu (Rostami & Khodaei, 2024). Kitosan, sebagai salah satu biomaterial yang paling fleksibel di antara polisakarida, memiliki aplikasi potensial dalam sektor-sektor luas seperti makanan, farmasi, bioteknologi, penyimpanan energi, ilmu bahan, pertanian, dan perlindungan lingkungan (Rostami & Khodaei, 2023). Kajian komprehensif terbaru juga menunjukkan bahwa struktur dan sifat kitosan sangat menentukan performanya dalam berbagai aplikasi lingkungan dan teknologi, sehingga menjadikannya kandidat unggul untuk pengembangan material fungsional baru (Tsauria et al., 2025a).

Kitosan dan turunannya sering digunakan dalam bidang energi, kedokteran, elektrokimia, dan pengolahan air karena biokompatibilitasnya (Zang et al., 2023).

Penggunaan turunan kitosan telah dianggap sebagai adsorben alternatif yang efisien dalam dekade terakhir dalam hal kelayakan ekonomi dan pentingnya lingkungan (Gomez-Maldonado et al., 2019; Russo et al., 2021; Singha & Guleria, 2014). Kitosan telah terbukti efektif dalam mengadsorpsi zat warna kationik seperti Methylene Blue dan zat warna anionik seperti Congo Red (X. Chen, 2024; Jia et al., 2024). Gugus amin bermuatan positif pada kitosan memungkinkan interaksi elektrostatik dengan zat warna bermuatan negatif, meningkatkan kapasitas adsorpsi. Selain biodegradable dan ramah lingkungan, kitosan menjadi material ideal untuk pengolahan air limbah. Namun, performanya masih bisa ditingkatkan melalui modifikasi atau kombinasi dengan material lain, seperti karbon aktif, untuk membentuk komposit dengan kapasitas dan efisiensi lebih tinggi (Quesada et al., 2020).

Teknologi adsorpsi karbon aktif (AC) saat ini adalah metode yang efektif dan ekonomis untuk menghilangkan berbagai polutan dari air limbah, termasuk pewarna buatan dan logam berat, berkat struktur pori dan karakteristik permukaannya yang mendukung efisiensi adsorpsi (Arun et al., 2022; A. Wang et al., 2021). Banyak peneliti telah mengeksplorasi penggunaan karbon aktif dari berbagai limbah pertanian seperti batang kapas (Hussain et al., 2020), tempurung hazelnut (Altintig et al., 2023), sekam padi (Shamsollahi & Partovinia, 2019), cangkang kacang tanah (Qiao et al., 2021), tunas bambu (Gao et al., 2021), dan tempurung kelapa (Yang et al., 2010) untuk menghasilkan material adsorben yang efektif dalam mengatasi pencemaran oleh polutan organik. Bonggol jagung, sebagai limbah agroindustri yang dihasilkan dalam jumlah besar selama proses pengolahan jagung, bukan hanya merupakan alternatif yang ramah lingkungan dan berkelanjutan untuk produksi karbon aktif, tetapi juga memiliki sifat fisik dan kimia yang mendukung aplikasinya sebagai adsorben dalam berbagai aplikasi pengolahan air dan limbah (Varela et al., 2024).

Mengintegrasikan kitosan dengan bahan lain (seperti karbon, biopolimer, dan polimer organik) merupakan pendekatan yang efektif untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya (Nguyen et al., 2022). Dalam beberapa tahun terakhir, komposit yang mengandung zat besi semakin populer sebagai adsorben untuk dekontaminasi lingkungan (Litynska et al., 2021; Wu et al., 2023). Misalnya, komposit karbon aktif-besi dapat dibuat melalui metode ko-presipitasi garam besi pada karbon aktif (Kaur et al., 2021). Teknik ko-presipitasi adalah metode kimia basah yang sederhana dan efektif untuk mensintesis partikel magnetik, yang biasanya melibatkan presipitasi oksida besi (FeO , Fe_3O_4 , atau $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari larutan Fe (II) dan/atau Fe (III) dengan basa dan waktu penuaan yang memadai (Kumar & Gangawane, 2022). Magnetit (Fe_3O_4), salah satu

oksida besi yang bersifat feromagnetik dan mengandung Fe (II) serta Fe (III) (Ganapathe et al., 2020).

Nanopartikel Fe_3O_4 digunakan sebagai adsorben karena kemudahan sintesisnya (Karaer & Kaya, 2016). Selain itu, nanopartikel ini memiliki keunggulan unik karena dapat dipisahkan dari larutan dengan medan magnet eksternal (Shabatina et al., 2020). Namun, nanopartikel Fe_3O_4 sering kali kurang selektif, memiliki kapasitas adsorpsi yang terbatas, dan menunjukkan stabilitas yang rendah dalam kondisi asam (Xue et al., 2021). Untuk mengatasi hal ini, digunakan bahan-bahan seperti kitosan, karbon aktif, dan asam humat untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi dan stabilitas nanopartikel Fe_3O_4 dengan memfungsikannya. Nanopartikel magnetik fungsional ini tidak hanya lebih ekonomis dan stabil secara kimia, tetapi juga lebih ramah lingkungan dibandingkan dengan nanopartikel Fe_3O_4 tanpa modifikasi (Leonel et al., 2021). Dengan demikian, pembuatan komposit Kitosan/ Fe_3O_4 @AC merupakan pendekatan yang efektif untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi, stabilitas kimia, dan keunggulan ramah lingkungan dari Fe_3O_4 , menjadikannya lebih optimal sebagai material adsorben yang dapat dipisahkan secara magnetik dalam aplikasi pemurnian lingkungan. Temuan ini konsisten dengan laporan sebelumnya yang menunjukkan bahwa integrasi kitosan dengan material fungsional mampu meningkatkan efisiensi penghilangan polutan dalam sistem air limbah (Tsauria et al., 2025a).

Untuk memahami sifat fisik dan kimia komposit Kitosan/ Fe_3O_4 @AC, berbagai metode karakterisasi dilakukan. *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal dan komposisi fase, termasuk distribusi Fe_3O_4 dan kitosan. *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) menganalisis gugus fungsi dalam komposit sebelum dan sesudah adsorpsi, membantu mendeteksi perubahan kimia selama proses. *Scanning Electron Microscopy* (SEM), untuk mengamati morfologi permukaan, struktur pori, serta distribusi partikel Fe_3O_4 dalam matriks kitosan/karbon aktif sebelum dan setelah proses adsorpsi. Terakhir, *UV-Vis Spectrophotometry* digunakan untuk mengukur konsentrasi awal dan sisa dari zat warna dalam larutan untuk menilai efisiensi penghilangan Methylene Blue dan Congo Red melalui adsorpsi.

Dengan pendekatan ini, penelitian ini bertujuan mengembangkan komposit inovatif dari kitosan, Fe_3O_4 dan karbon aktif sebagai adsorben untuk menghilangkan Methylene Blue dan Congo Red secara simultan pada air limbah. Material ini diharapkan mampu mengadsorpsi kedua zat warna tersebut secara simultan dengan efisiensi tinggi, mudah dipisahkan setelah penggunaan, dan stabil untuk aplikasi berulang.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah untuk penelitian ini adalah:

1. Bagaimana komposisi massa optimal dari kitosan dan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{AC}$ untuk adsorpsi simultan Methylene Blue (MB) dan Congo Red (CR)?
2. Bagaimana pengaruh variasi komposisi kitosan dan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{AC}$ terhadap efisiensi adsorpsi kedua zat warna tersebut?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengidentifikasi komposisi massa optimal dari kitosan dan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{AC}$ untuk mencapai efisiensi maksimum dalam proses adsorpsi simultan MB dan CR.
2. Menganalisis pengaruh variasi komposisi kitosan dan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{AC}$ terhadap efisiensi adsorpsi MB dan CR.

BAB II

METODE PENELITIAN

2.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini akan dilaksanakan dari bulan November 2024 - Oktober 2025 bertempat di Laboratorium Material dan Energi Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

2.2 Alat dan Bahan

2.2.1 Alat

1. Timbangan Digital (Mettler Toledo ME204)
2. Spatula Laboratorium
3. Gelas ukur 250 mL
4. Gelas kimia 250 mL
5. Buret Tetes
6. Labu Takar 1000 mL
7. Kertas Saring (Whatman Grade 42)
8. Botol sampel
9. Oven
10. Corong
11. Cawan petri
12. Cawan porselen
13. Mortar dan alu
14. *Furnace* (Carbolite Gero CWF 1300)
15. *Magnetic Stirrer* (IKA RCT Basic)
16. *Magnetic Bar*
17. *X-Ray Diffraction* (XRD) (Shimadzu XRD-7000)
18. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) (Shimadzu IR Prestige-21)
19. Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-1800)

2.2.2 Bahan

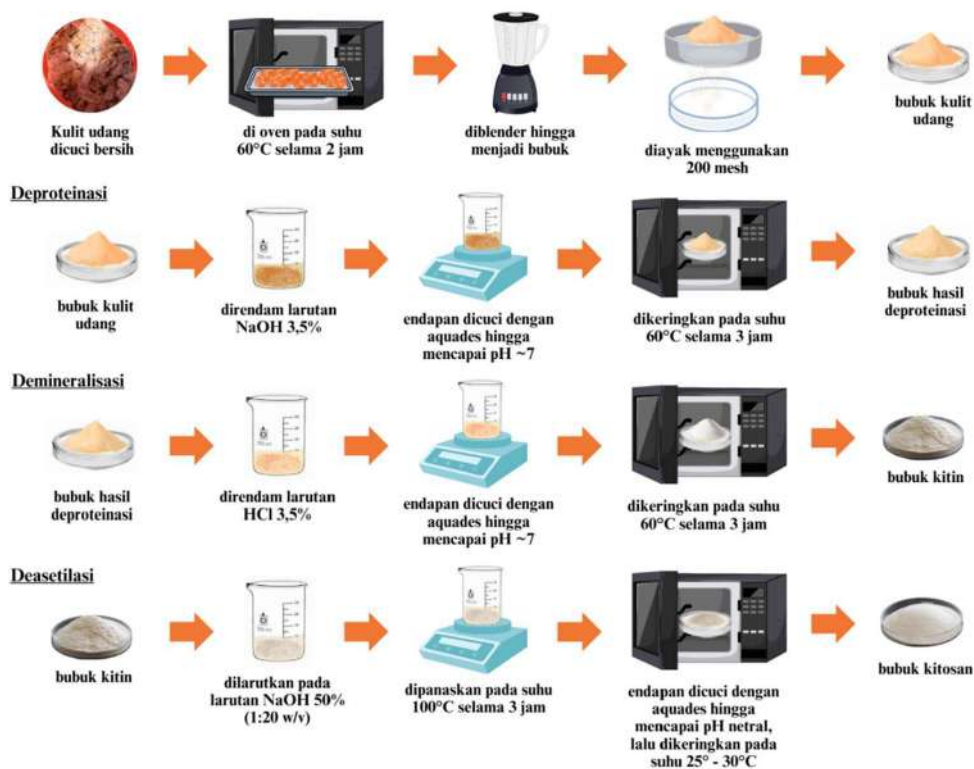
1. Kulit Udang Dogol (*Metapenaeus monoceros*)
2. Karbon aktif
3. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
4. $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
5. Methylene Blue

6. Congo Red
7. Aquades
8. Asam Klorida (HCl)
9. Natrium Hidroksida (NaOH)
10. Kertas pH

2.3. Preparasi Material

2.3.1 Preparasi Kitosan

Kulit udang segar dicuci bersih menggunakan akuades untuk menghilangkan kotoran yang menempel, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 2 jam. Kulit udang kering selanjutnya dihancurkan menggunakan blender hingga diperoleh serbuk halus dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Proses deproteinasi dilakukan dengan merendam serbuk kulit udang dalam larutan NaOH 3,5%, kemudian campuran dipisahkan dan dicuci menggunakan akuades hingga pH mendekati netral, lalu dikeringkan kembali pada suhu 60 °C selama 3 jam.



Gambar 1 Tahap preparasi bubuk kitosan dari kulit udang.

Serbuk hasil deproteinasi kemudian dilanjutkan ke tahap demineralisasi dengan perendaman dalam larutan HCl 3,5%, diikuti pencucian menggunakan akuades hingga pH mendekati 7, dan dikeringkan pada suhu 60 °C selama 3 jam untuk memperoleh serbuk kitin. Tahap selanjutnya adalah deasetilasi, di mana serbuk kitin dilarutkan dalam larutan NaOH 50% (1:20 w/v) dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 3 jam. Endapan yang terbentuk selanjutnya dicuci dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan pada suhu ruang (25–30 °C) untuk memperoleh serbuk kitosan.

2.3.2 Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$

Sintesis Fe_3O_4 dengan Karbon Aktif ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$) dilakukan dengan metode ko-presipitasi. Pada tahap awal, larutan yang mengandung 0,01 mol $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 0,005 mol $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 150 mL aquades dan diaduk pada suhu kamar selama 10 menit hingga memperoleh larutan berwarna kuning-oranye. Kemudian sebanyak 5 g bubuk karbon aktif ditambahkan ke dalam larutan sambil diaduk terus-menerus yang diikuti dengan penambahan tetes demi tetes larutan NH_4OH 1 M hingga mencapai pH 12 dengan tetap menjaga suhu antara 70°C–80°C. Warna larutan mula-mula berubah dari jingga-kuning menjadi cokelat-hitam dan akhirnya menjadi hitam yang menunjukkan terbentuknya Fe_3O_4 . Campuran yang dihasilkan diinkubasi pada suhu 160°C selama 6 jam tanpa oksigen. Bahan padat disaring, dicuci dengan aquades hingga mencapai pH netral dan dikeringkan pada suhu 100°C untuk memperoleh $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$.

2.3.3 Sintesis Komposit Kitosan@ $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$

Komposit kitosan@ $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$ disintesis melalui metode presipitasi alkali dengan menginkorporasikan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$ ke dalam matriks kitosan. Sebanyak 1,5 g kitosan dilarutkan dalam 50 mL larutan asam asetat 1,5% (v/v) dan diaduk menggunakan magnetic stirrer pada suhu ruang hingga diperoleh larutan homogen. Selanjutnya, serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$ ditambahkan ke dalam larutan kitosan dengan variasi rasio massa kitosan: $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$ sebesar 2:1, 1:1, dan 1:2, yang masing-masing setara dengan penambahan 0,75 g, 1,5 g, dan 3 g $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$. Campuran kemudian diaduk hingga tercapai dispersi yang merata. Larutan homogen tersebut diteteskan secara perlahan ke dalam larutan NaOH 0,5 M untuk menginduksi pembentukan komposit melalui mekanisme pengikatan ionik antara gugus amina kitosan dan ion hidroksida. Endapan komposit yang terbentuk segera dipisahkan, kemudian dicuci berulang kali dengan akuades hingga mencapai pH netral. Selanjutnya, material dikeringkan pada suhu 40 °C selama 5 jam untuk memperoleh produk komposit dalam bentuk serbuk (powder), yang selanjutnya digunakan untuk karakterisasi dan uji adsorpsi.



Gambar 2 Proses preparasi: (a) Komposit Fe₃O₄/AC melalui metode kopresipitasi dan (b) Komposit CS@Fe₃O₄/AC (CFA).

2.4 Prosedur Mekanisme uji adsorpsi

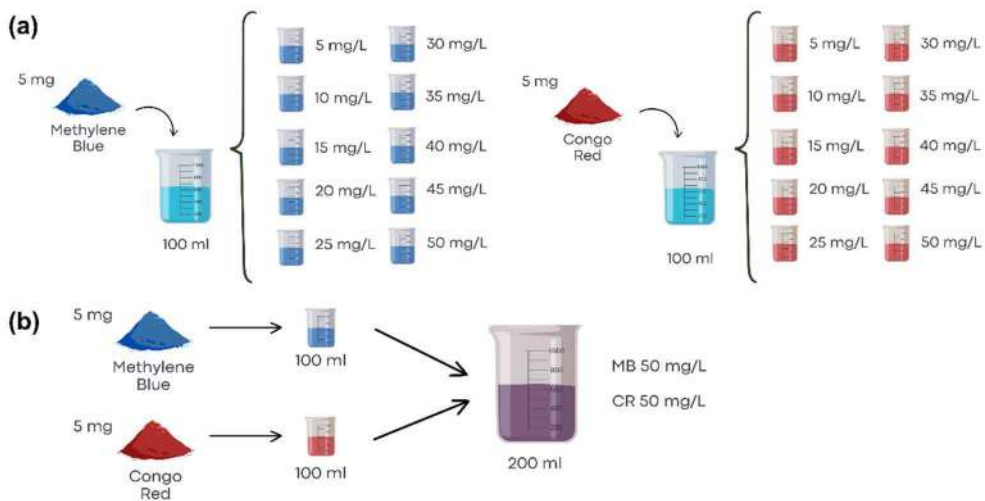
2.4.1 Preparasi Larutan Campuran Pewarna

Larutan Methylene Blue (MB) dan Congo Red (CR) disiapkan dengan melarutkan masing-masing zat warna ke dalam akuades hingga diperoleh konsentrasi awal sebesar 50 mg/L. Seluruh uji adsorpsi pendahuluan dan uji adsorpsi lanjutan (RSM-BBD) dilakukan menggunakan sistem biner, di mana larutan MB dan CR dicampurkan dalam satu sistem dengan konsentrasi awal masing-masing zat warna sebesar 50 mg/L. Studi kinetika adsorpsi juga dilakukan pada sistem biner MB–CR untuk mengevaluasi perilaku penyerapan simultan terhadap waktu. Sementara itu, studi isoterm adsorpsi dilakukan pada dua sistem, yaitu sistem tunggal (MB atau CR secara terpisah pada konsentrasi 50 mg/L) dan sistem biner (MB–CR, masing-masing 50 mg/L), guna membandingkan perilaku adsorpsi dalam kondisi tanpa dan dengan kompetisi antarzat warna. Seluruh larutan disiapkan pada suhu ruang, dan nilai pH larutan diatur menggunakan larutan HCl atau NaOH sebelum proses adsorpsi dilakukan.

2.4.2 Preparasi Larutan Standar dan Kurva Kalibrasi UV-Vis

Larutan standar Methylene Blue (MB) dan Congo Red (CR) dipreparasi secara terpisah. Masing-masing larutan stok disiapkan dengan melarutkan 7,5 mg zat warna ke dalam akuades dan menambahkan akuades hingga volume total 150 mL, sehingga diperoleh larutan stok dengan konsentrasi 50 mg/L. Selanjutnya, dari larutan stok tersebut dibuat sepuluh larutan standar dengan konsentrasi bertingkat 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, dan 50 mg/L melalui proses pengenceran bertahap menggunakan akuades. Larutan standar MB dan CR ini kemudian digunakan untuk menyusun kurva

kalibrasi dengan mengukur nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum masing-masing zat warna menggunakan spektrofotometer UV–Vis.



Gambar 3 Tahapan preparasi (a) Larutan standar untuk kurva kalibrasi UV-Vis, dan (b) Larutan campuran pewarna MB dan CR.

2.4.3 Uji Adsorpsi Pendahuluan

Uji adsorpsi pendahuluan dilakukan untuk mengevaluasi kinerja awal berbagai adsorben yang digunakan dalam penelitian ini dan menentukan komposisi komposit yang paling efektif untuk adsorpsi simultan Methylene Blue (MB) dan Congo Red (CR). Uji ini dilakukan menggunakan sistem biner MB–CR, dengan konsentrasi awal masing-masing zat warna sebesar 50 mg/L, waktu kontak 60 menit, pada pH 6. Adsorben yang diuji meliputi kitosan, $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$, serta komposit kitosan/ $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{AC}$ dengan variasi rasio massa kitosan terhadap $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$, yaitu 2:1 (CFA3), 1:1 (CFA2), dan 1:2 (CFA1).

Setiap percobaan dilakukan dengan menambahkan sejumlah adsorben ke dalam larutan pewarna biner dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada kondisi operasi yang sama untuk memastikan perbandingan kinerja yang objektif. Setelah waktu kontak yang ditentukan, adsorben dipisahkan dari larutan menggunakan magnet permanen, dan filtrat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV–Vis untuk menentukan konsentrasi sisa MB dan CR. Kinerja adsorben dievaluasi berdasarkan efisiensi penghilangan (% *removal*) dan kapasitas adsorpsi (q_e). Hasil uji ini digunakan sebagai dasar pemilihan komposisi komposit yang paling optimum untuk digunakan pada tahap optimasi lanjutan.

2.4.4. Uji Adsorpsi Lanjutan dan Optimasi RSM-BBD

Uji adsorpsi lanjutan dilakukan sebagai tahap optimasi kondisi operasi adsorpsi dengan menggunakan komposisi adsorben terpilih berdasarkan hasil uji pendahuluan, yaitu komposit CFA1. Tahapan ini dirancang untuk memperoleh kondisi operasi yang paling optimal sekaligus memahami pengaruh dan interaksi antarvariabel proses terhadap kinerja adsorpsi dalam sistem biner Methylene Blue (MB) dan Congo Red (CR), sebagaimana telah diuraikan pada landasan teoretis di Bab I. Mengingat proses adsorpsi dipengaruhi secara simultan oleh beberapa parameter dan cenderung menunjukkan hubungan nonlinier, pendekatan *Response Surface Methodology* (RSM) dipilih sebagai kerangka pemodelan dan optimasi yang mampu merepresentasikan efek utama maupun interaksi antarvariabel secara komprehensif.

Pada penelitian ini, RSM diterapkan menggunakan desain eksperimen *Box–Behnken Design* (BBD), yang dipilih karena kesesuaiannya dalam memodelkan sistem multivariat dengan jumlah percobaan yang terstruktur dan efisien. Tiga variabel operasi utama ditetapkan sebagai variabel bebas, yaitu pH larutan, waktu kontak, dan dosis adsorben, yang masing-masing divariasikan pada tiga tingkat (rendah, tengah, dan tinggi). Rentang variasi setiap variabel ditentukan berdasarkan hasil uji pendahuluan dan pertimbangan stabilitas sistem adsorpsi, sehingga ruang desain yang dianalisis tetap relevan dan representatif. Matriks desain *Box–Behnken* yang terdiri atas 14 *run* eksperimen disusun menggunakan perangkat lunak Minitab® versi 22.1.

Setiap *run* eksperimen dilakukan sesuai dengan kombinasi kondisi operasi yang ditetapkan dalam matriks desain. Setelah proses adsorpsi berlangsung, adsorben dipisahkan dari larutan, kemudian konsentrasi sisa MB dan CR dalam filtrat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV–Vis pada panjang gelombang karakteristik masing-masing zat warna. Data eksperimen yang diperoleh selanjutnya diolah secara kuantitatif untuk menghitung efisiensi penghilangan dan kapasitas adsorpsi kesetimbangan (q_e).

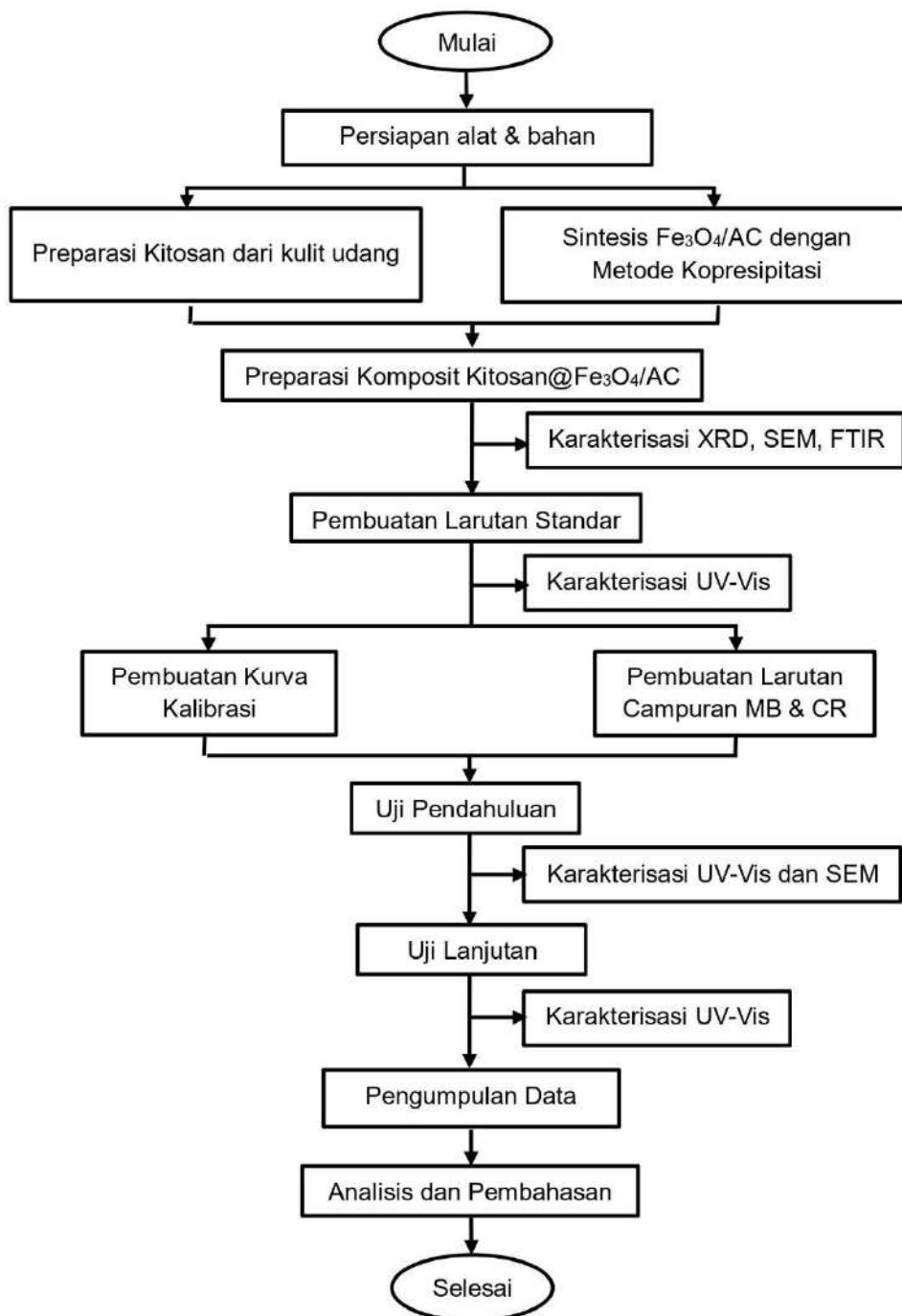
Hasil perhitungan tersebut digunakan untuk menyusun model empiris berbasis RSM serta mengevaluasi pengaruh individual dan kecenderungan interaksi antarvariabel proses terhadap respons adsorpsi. Analisis kemudian dilakukan untuk mengidentifikasi variabel yang paling dominan serta menentukan kondisi operasi optimum bagi adsorpsi simultan MB dan CR.

2.5 Karakterisasi Material

Karakterisasi material dilakukan menggunakan beberapa teknik analisis utama. Spektrofotometer UV–Vis Shimadzu UV-1800 digunakan untuk mengukur konsentrasi

awal dan sisa Methylene Blue dan Congo Red pada panjang gelombang masing-masing 664 nm dan 498 nm. *X-Ray Diffraction* (XRD) Shimadzu XRD-7000 digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal komposit dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,15405 \text{ nm}$) pada kisaran sudut $20^\circ \leq 2\theta \leq 70^\circ$, guna mengetahui fase kristalin dan karakteristik kristalinitas material. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) Shimadzu IR Prestige-21 digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada komposit dalam rentang bilangan gelombang $500\text{--}4000 \text{ cm}^{-1}$, serta untuk mengamati kemungkinan perubahan pita serapan sebelum dan sesudah proses adsorpsi. Selain itu, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dan struktur pori komposit, termasuk distribusi partikel Fe_3O_4 dalam matriks kitosan/karbon aktif, yang berperan penting dalam menentukan luas permukaan efektif dan ketersediaan situs aktif adsorpsi.

2.6 Bagan Alir Penelitian



Gambar 4 Bagan Alir Penelitian