ADSORPSI ANION DALAM AIR DENGAN NANOKOMPOSIT MAGNETIK Fe₃O₄/KARBON AKTIF

ANIONS ADSORPTION IN AQUEOUS SOLUTION WITH MAGNETIC NANOCOMPOSITE Fe₃O₄/ACTIVATED CARBON



NIM: 19923019

PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA YOGYAKARTA 2022

ADSORPSI ANION DALAM AIR DENGAN NANOKOMPOSIT MAGNETIK Fe3O4/KARBON AKTIF

ANIONS ADSORPTION IN AQUEOUS SOLUTION WITH MAGNETIC NANOCOMPOSITE Fe₃O₄/ACTIVATED CARBON

TESIS

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Magister Sains (M.Si.) Program Studi Magister Kimia, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta

Diajukan Oleh:

RAHMI AHDIATY NIM: 19923019

PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA YOGYAKARTA 2022

SURAT PERNYATAAN

Nama	:	Rahmi Ahdiaty	
Nomor Induk Mahasiswa	:	19923019	
Konsentrasi	:	Material	
Judul Tesis	:	ADSORPSI ANION DALAM AIR DENGAN NANOKOMPOSIT MAGNETI Fe3O4/KARBON AKTIF	[K

Menyatakan bahwa tesis ini secara keseluruhan adalah hasil penelitian/karya saya sendiri, kecuali pada bagian-bagian yang dirujuk sumbernya. Apabila dikemudian hari terbukti bahwa tesis ini adalah hasil plagiasi, maka saya siap untuk dicabut gelar magister yang dianugerahkan dan mendapatkan sanksi sesuai ketentuan yang berlaku.

Yogyakarta, 12 Januari 2022 METER 8198AJX592887492

Rahmi Ahdiaty

ADSORPSI ANION DALAM AIR DENGAN NANOKOMPOSIT MAGNETIK Fe3O4/KARBON AKTIF

TESIS

Diajukan Oleh: RAHMI AHDIATY NIM: 19923019

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Tesis Program Studi Magister Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Tanggal: 12 Januari 2022

Dewan Penguji

Tanda Tangan

- 1. Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D.
- 2. Prof. Riyanto, Ph.D.
- 3. Prof. Dr.rer.nat. Ir. Agus Taftazani

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Prof. Riyanto, Ph.D.

PERSEMBAHAN

Kupersembahkan untuk kedua orang tuaku dan seluruh keluargaku yang telah memberikan dukungan dan doa, serta selalu mencurahkan kasih sayang dan cinta.

"Hai orang-orang beriman apabila kamu dikatakan kepadamu: "Berlapang-lapanglah dalam majlis", Maka lapangkanlah niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. dan apabila dikatakan: "Berdirilah kamu", Maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. dan Allah Maha mengetahui apa yang kamu kerjakan". QS. Al-Mujadilah/58:11

The more that you read, the more things you will know, the more that you learn, the more places you'll go". Dr. Seus



ABSTRACT

In this study, palm oil shell waste was used as raw material for the manufacture of activated carbon. The iron oxide obtained from the coprecipitation method was added to activated carbon in the synthesis of Fe₃O₄/AC magnetic nanocomposite. Nanocomposites are used for the adsorption process of anion contaminants in water, namely nitrate, nitrite, phosphate and fluoride. The characterization of nanocomposites was carried out using GSA, SEM-EDX, FTIR, XRD and VSM instruments. The surface area of activated carbon is 175,902 m²g⁻¹ and Fe₃O₄/AC nanocomposite BET is 134,666 m²g⁻¹. Characterization of Fe₃O₄/AC nanocomposite with FTIR obtained peaks of O bonding of activated carbon with Fe (Fe-O) at wavelengths of 556.52 cm⁻¹ and 435.90 cm⁻¹. Characterization of Fe₃O₄/AC by XRD showed a characteristic pattern of peaks with an angle of 2θ at 18.43° (111), 30.25 °(220), 31.81 °(221), 35.61 °(311), 43.22 °(400), 45.49 °(410), 57.13°(511), 62.67 °(222) and 83.89 °(640) of the Fe₃O₄ crystalline phase with an average size of 24 nm. The SEM test results of Fe₃O₄/AC revealed that Fe₃O₄ covered most of the surface of Fe₃O₄/AC. Vibrating Sample Magnetometer (VSM) test for Fe₃O₄/AC nanocomposite of 40 emug⁻¹, is superparamagnetic. The effectiveness of the adsorbent was measured at variations in pH, contact time and anion concentration. The maximum adsorption capacity for anions occurs at acidic pH or pH < 7, with a maximum time of 90 minutes. The adsorption process with Fe₃O₄/AC obtained Langmuir isotherms for the four anions. The kinetic model of the adsorption process with Fe₃O₄/AC corresponds to the pseudo-second order with $R^2 > 0.9$. The results of this study indicate that Fe₃O₄/AC nanocomposite can be used as an adsorbent to remove anions in water.

Keywords: palm oil shell, coprecipitation, Fe₃O₄/AC, magnetic, anion, isotherm and adsorption kinetics model

INTISARI

Pada penelitian ini limbah tempurung kelapa sawit digunakan sebagai bahan baku pembuatan karbon aktif. Oksida besi yang diperoleh dari metode kopresipitasi ditambahkan pada karbon aktif dalam sintesis nanokomposit magnetik Fe₃O₄/KA. Nanokomposit digunakan untuk proses adsorpsi cemaran anion dalam air yaitu nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida. Karakterisasi nanokomposit dilakukan dengan instrumen GSA, SEM-EDX, FTIR, XRD dan VSM. Luas permukaan BET karbon aktif yaitu 175,902 m²/g dan nanokomposit Fe₃O₄/KA sebesar 134,666 m²/g. Karakterisasi nanokomposit Fe₃O₄/KA dengan FTIR diperoleh puncak dari ikatan O dari karbon aktif dengan Fe (Fe-O) pada panjang gelombang 556,52 cm⁻¹ dan 435,90 cm⁻¹. Karakterisasi Fe₃O₄/KA dengan XRD menunjukkan pola karakteristik puncak dengan sudut 20 pada 18,43° (111), 30,25 °(220), 31,81 °(221), 35,61 °(311), 43,22 °(400), 45,49 °(410), 57,13°(511), 62,67 °(222) dan 83,89 °(640) dari fase kristal Fe₃O₄ dengan ukuran rata-rata 24 nm. Hasil uji SEM dari Fe₃O₄/KA diketahui Fe₃O₄ menutup sebagian besar permukaan Fe₃O₄/KA. Uji Vibrating Sample Magnetometer (VSM) untuk nanokomposit Fe₃O₄/KA sebesar 40 emu/g, bersifat superparamagnetik. Efektivitas adsorben diukur pada variasi pH, waktu kontak dan konsentrasi anion. Kapasitas adsorpsi maksimum terhadap anion terjadi pada pH asam atau pH < 7, dengan waktu maksimum adalah 90 menit. Proses adsorpsi dengan Fe₃O₄/KA diperoleh isoterm Langmuir untuk keempat anion. Model kinetika pada proses adsorpsi dengan Fe₃O₄/KA sesuai pseudo-orde kedua dengan $R^2 > 0.9$. Dari hasil penelitian ini menunjukkan bahwa nanokomposit Fe₃O₄/KA dapat digunakan sebagai adsorben untuk menghilangkan anion dalam air.

Kata kunci: tempurung kelapa sawit, kopresipitasi, Fe₃O₄/KA, magnetik, anion, isoterm dan model kinetika adsorpsi

KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah SWT Yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, puji syukur atas kehadirat-Nya, yang telah melimpahkan rahmat, hidayah dan inayah-Nya kepada kami, sehingga kami dapat menyelesaikan tesis yang berjudul "ADSORPSI ANION DALAM AIR DENGAN NANOKOMPOSIT MAGNETIK Fe₃O₄/KARBON AKTIF".

Tesis ini telah kami susun dengan maksimal dengan bantuan, bimbingan dan dorongan dari berbagai pihak sehingga dapat memperlancar pembuatan proposal ini. Dengan segala kerendahan dan ketulusan hati, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

- 1. Keluarga penulis, terutama kedua orang tua dan seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan baik secara moral maupun materiil.
- Bapak Prof. Riyanto, Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dan Dewan Penguji 1 yang telah memberikan ilmu, masukan serta saran sehingga tesis ini menjadi lebih baik.
- 3. Bapak Drs. Allwar, M.Si., Ph.D. selaku Ketua Prodi Magister Kimia Universitas Islam Indonesia dan dosen pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu untuk memberikan pengarahan, masukan, diskusi, serta persetujuan sehingga tesis ini dapat diselesaikan dengan baik dan tepat waktu.
- 4. Bapak Prof. Dr.rer.nat. Ir. Agus Taftazani selaku Dewan Penguji 2 yang telah memberikan ilmu, masukan serta saran sehingga tesis ini menjadi lebih baik.
- 5. Seluruh dosen Magister Kimia Universitas Islam Indonesia yang telah mengajar dan berbagi ilmu pengetahuan kepada kami. Semoga menjadi amal jariyah untuk Bapak dan Ibu semua.
- 6. Keluarga besar UPT Laboratorium Lingkungan DLH Kota Yogyakarta (Pak Sutomo, Mbak Wulan, Mbak Dewi, Eka, Pita, Pak Suranto, Mas Yudi, Mas

Doni, Mas Wahyu, Ridwan dan A'isyah) untuk semangat dan dukungannya sehingga penulis bisa menyelesaikan tesis dengan baik.

7. Seluruh teman-teman Magister Kimia UII angkatan 2 (Ade, Amri, Ayu, Nevi, Wiwit) dan seluruh angkatan Magister Kimia UII (Umay, Feby, Rina, Zulfa, Melisa, Tirta, Nadiya, dan teman-teman yang tidak penulis sebutkan satupersatu) terima kasih untuk 2 tahun yang sangat luar biasa.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa masih ada kekurangan baik dari segi susunan kalimat maupun tata bahasa sehingga dengan lapang hati penulis menerima segala saran dan kritik dari pembaca agar kami dapat memperbaiki tesis ini. Akhir kata kami berharap semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menginspirasi pembaca.



DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pernyataan	iii
Halaman Pengesahan	iv
Halaman Persembahan	v
Abstract	vi
Intisari	vii
Kata Pengantar	viii
Daftar Isi	х
Daftar Gambar	xiii
Daftar Tabel	XV
BAB I Pendahuluan	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	5
BAB II Tinjauan Pustaka	6
BAB III Landasan Teori dan Hipotesis	9
III.1 Landasan Teori	9
3.1 Kelapa Sawit	9
3.2 Karbon Aktif	10
3.3 Nanokomposit	13
3.4 Besi Oksida (Fe ₃ O ₄)	17
3.5 Anion	18
3.5.1 Nitrat dan Nitrit	19
3.5.2 Fosfat	20
3.5.3 Fluorida	20
3.6 Kopresipitasi	21

3.7 Hidrotermal	22
3.8 Adsorpsi	24
3.9 Gas Sorption Analyzer (GSA)	29
3.10 Fourier Transform Infra Red (FTIR)	31
3.11 X-Ray Diffraction (XRD)	33
3.12 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)	35
3.13 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)	37
3.14 Kurva Histerisis	38
3.15 Spektrofotometer Uv-Visible	40
III.2 Hipotesis Penelitian	41
BAB IV Metodologi Penelitian	42
IV.1 Bahan dan Alat	42
IV.2 Prosedur Kerja	42
4.2.1 Pembuatan Karbon Aktif	42
4.2.2 Sintesis Fe ₃ O ₄	43
4.2.3 Sintesis Fe ₃ O ₄ /Karbon Aktif	43
4.2.4 Proses Adsorspsi Nitrat	43
4.2.5 Proses Adsorpsi Nitrit	43
4.2.6 Proses Adsorpsi Fosfat	44
4.2.7 Proses Adsorpsi Fluorida	44
BAB V Hasil Dan Pembahasan	45
5.1 Pembuatan Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa Sawit	45
5.2 Pembuatan Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA dengan Metode Hidrotermal	47
5.3 Karakterisasi Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	49
5.3.1 Karakterisasi GSA	49
5.3.2 Karakterisasi FTIR	51
5.3.3 Karakterisasi XRD	53
5.3.4 Karakterisasi SEM-EDX	55

5.3.5 Karakterisasi VSM	57
5.4 Aplikasi Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	59
5.4.1 pH Optimum Aplikasi Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	60
5.4.2 Waktu Optimum Aplikasi Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	62
5.4.3 Konsentrasi Optimum Aplikasi Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	64
5.5 Isoterm Adsorpsi Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	66
5.6 Kinetika Adsorpsi Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	71
5.7 Efektifivitas Adsorpsi Fe ₃ O ₄ /KA Terhadap Anion	74
BAB VI Kesimpulan Dan Saran	77
VI.1 Kesimpulan	77
VI.2 Saran	77
Daftar Pustaka	78
Lampiran	88
Lampiran 1 Data Adsorpsi	88
Lampiran 2 Contoh Perhitungan	95
Lampiran 3 Data Karakterisasi	98
Lampiran 4 Foto Penelitian	103



DAFTAR GAMBAR

Gambar 3.1 Struktur fisika karbon aktif	
Gambar 3.2 Struktur kimia karbon aktif	13
Gambar 3.3 Tipe-tipe serat nanokomposit	16
Gambar 3.4 Nanokomposit partikel dan nanokomposit partikel dari Fe ₃ O ₄ /KA	16
Gambar 3.5 Nanokomposit berlapis	17
Gambar 3.6 Struktur spinel magnetik Fe ₃ O ₄ dan struktur Fe ₃ O ₄	18
Gambar 3.7 Struktur Lewis dari NO3 ⁻ dan NO2 ⁻	19
Gambar 3.8 Struktur dari PO ₄ ³⁻	20
Gambar 3.9 Struktur dari fluorida (F ⁻)	21
Gambar 3.10 Kurva isoterm adsorpsi Langmuir	26
Gambar 3.11 Kurva isoterm adsorpsi Freundlich	26
Gambar 3.12 Kurva adsorpsi isotermis	27
Gambar 3.13 Skema FTIR	32
Gambar 3.14 Skema SEM	36
Gambar 3.15 Skema VSM	38
Gambar 3.16 Kurva histerisis dan kurva histerisis material	
soft magnetic dan hard magnetic	39
Gambar 3.17 Skema spektrofotometer UV-Vis	40
Gambar 5.1 Reaksi lignoselulosa dengan larutan KOH	46
Gambar 5.2 Pelepasan ikatan KOH dari rantai selulosa	46
Gambar 5.3 Nanokomposit Fe ₃ O ₄ /KA	49
Gambar 5.4 Hasil karakterisasi GSA KA dan Fe ₃ O ₄ /KA	49
Gambar 5.5 Hasil karakterisasi FTIR Fe ₃ O ₄ , Fe ₃ O ₄ /KA dan KA	52
Gambar 5.6 Hasil karakterisasi XRD Fe ₃ O ₄ /KA dan KA	54
Gambar 5.7 Struktur spinel kubik magnetik Fe ₃ O ₄	55
Gambar 5.8 Hasil analisis SEM-EDX dari KA dan Fe ₃ O ₄ /KA	56

Gambar 5.9 Hasil analisis VSM Fe ₃ O ₄ /KA	58
Gambar 5.10 Ilustrasi proses adsorpsi anion dengan Fe ₃ O ₄ /KA	60
Gambar 5.11 Efektivitas adsorpsi anion pada berbagai pH	62
Gambar 5.12 Efektivitas adsorpsi anion pada berbagai waktu	64
Gambar 5.13 Efektivitas adsorpsi anion pada berbagai konsentrasi	66
Gambar 5.14 Grafik isoterm adsorpsi Langmuir anion	69
Gambar 5.15 Grafik isoterm adsorpsi Freundlich anion	70
Gambar 5.16 Grafik orde satu	73
Gambar 5.17 Grafik orde dua	73

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Spektra Inframerah	33
Tabel 5.1 Serapan IR pada material	52
Tabel 5.2 Komposisi elemen KA dan Fe ₃ O ₄ /KA	57
Tabel 5.3 Efektivitas pH terhadap adsorpsi anion	61
Tabel 5.4 Efektivitas waktu terhadap adsorpsi anion	63
Tabel 5.5 Efektivitas konsentrasi anion terhadap adsorpsi	65
Tabel 5.6 Data perhitungan isoterm Langmuir	68
Tabel 5.7 Data perhitungan isoterm Freundlich	69
Tabel 5.8 Parameter isoterm Langmuir dan Freundlich	70
Tabel 5.9 Parameter kinetika adsorpsi pseudo orde satu dan pseudo orde dua	74



BAB I PENDAHULUAN

I.1 LATAR BELAKANG

Status mutu air sungai di Kota Yogyakarta berdasarkan laporan kualitas air Dinas Lingkungan Hidup Kota Yk tahun 2020 yang dihitung dengan metode *Canadian Council of Ministers of the Environment* (CCME) menunjukkan bahwa di Sungai Manunggal, Gajahwong, Code dan Winongo adalah cemar berat (https://lingkunganhidup.jogjakota.go.id). Perhitungan parameter kualitas air yang digunakan berdasarkan nilai kualitas air diambil secara *time series* dari Bulan Januari hingga Desember 2020. Penilaian status mutu sungai berdasarkan pada Baku Mutu Air Lampiran Peraturan Gubernur DIY No. 20 Tahun 2008, Klasifikasi Mutu Air Kelas II. Hal ini disebabkan karena kerusakan lingkungan perairan yang sudah tercemar oleh bermacam-macam limbah hasil kegiatan manusia.

Pencemaran air yang menyebabkan kondisi cemar berat di empat sungai tersebut rata-rata diantaranya disebabkan oleh parameter anion nitrat, nitrit dan fosfat juga parameter fluorida yang beberapa pengukuran melebihi baku mutu. Fosfat dan nitrat biasanya dibutuhkan sebagai nutrisi esensial untuk pertumbuhan tumbuhan dan mikroorganisme. Konsentrasi yang berlebihan di dalam air dapat menyebabkan masalah serius bagi alga, ikan, dan kehidupan akuatik lainnya. Fluorida merupakan konstituen penting yang bermanfaat untuk produksi dan pemeliharaan kesehatan tulang dan gigi. Asupan fluoride yang berlebihan menyebabkan fluorosi gigi atau tulang yang merupakan penyakit kronis yang ditunjukkan dengan gejala bintik-bintik gigi pada kasus ringan, pelunakan tulang dan kerusakan neurologis dalam kasus yang parah (Mariati, 2015). Konsentrasi ion nitrat adalah salah satu indeks terpenting pencemaran air limbah dan limbah padat, aplikasi pupuk nitrogen dalam pertanian untuk tujuan kesuburan tanah adalah salah satu sumber terpenting dari polusi nitrat (Mohammadi et al., 2019). Tingginya nilai nitrat dan nitrit di perairan juga menjadi salah satu indikator pencemaran air. Sampah dan limbah yang terdapat di perairan akan terurai dan

terjadi siklus nitrogen. Nitrogen organik akan diuraikan menjadi ammonia, yang dioksidasi menjadi nitrit dan nitrat. Selain dari limbah domestik, tingginya nilai nitrit dan nitrat dapat berasal dari pupuk untuk aktivitas pertanian yang mengandung unsur nitrogen. Kadar nitrogen yang tinggi di perairan menunjukkan terjadinya eutrofikasi.

Berbagai teknologi telah digunakan untuk menghilangkan semua jenis polutan dari sumber air seperti adsorpsi, elektrokimia pengendapan dan pertukaran ion. Salah satu metode yang paling sesuai adalah proses adsorpsi dengan menggunakan bahan berpori tinggi sebagai adsorben. Adsorpsi telah banyak digunakan untuk proses pemisahan dan pemurnian karena kesederhanaannya, biaya operasional rendah dan efektivitas yang tinggi. Beberapa adsorben biasanya digunakan untuk proses adsorpsi yang melibatkan karbon aktif, resin penukar ion, oksida logam, dan oksida logam magnetik.

Karbon aktif terkenal memiliki sifat yang sangat baik seperti luas permukaan yang tinggi, volume pori yang besar dan distribusi ukuran pori yang bervariasi serta kaya akan gugus fungsi. Karbon aktif telah menjadi adsorben yang paling efisien dan umum digunakan dalam pemurnian air di seluruh dunia karena merupakan bahan penyerap yang efektif dengan luas permukaannya yang tinggi, struktur berpori, dan tingkat aktivitas permukaan yang tinggi juga sangat inert, stabil secara termal dan dapat digunakan pada rentang pH yang luas (Lubis et al., 2020). Pengembangan karbon aktif masih diperlukan untuk mendapatkan sifat yang lebih baik antara lain struktur berpori yang tinggi, termostabilitas dan kapasitas adsorpsi yang tinggi (Allwar et al., 2017).

Modifikasi karbon aktif dan nanopartikel magnetik untuk menyerap polutan merupakan cara yang murah, sederhana, cepat untuk berbagai aplikasi praktis, mudah didapat, dan ramah lingkungan (Juang et al., 2018). Beberapa modifikasi aktivasi karbon aktif dilakukan secara penggabungan dengan oksida logam dalam bentuk ion mono atau bi-logam sehingga karbon aktif akan lebih tahan terhadap kondisi termal. Kombinasi karbon aktif dengan nanopartikel magnet juga menarik diteliti untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi. Nanopartikel magnetik menjadi material menarik yang dikembangkan karena sangat potensial dalam aplikasinya dalam berbagai bidang.

Nanopartikel berbasis Fe₃O₄ telah digunakan secara luas karena memiliki struktur kristal yang unik dengan adanya kation besi dengan dua keadaan valensi yaitu Fe²⁺ dan Fe³⁺ di situs tetrahedral dan oktahedral dan memiliki struktur spinel gugus terbalik bersifat paramagnetik sering digunakan dalam ekstraksi fasa padat dan dikembangkan menjadi adsorben logam (Taib & Suharyadi, 2015; Rahmayanti, 2020). Magnetit yang mempunyai struktur spinel, atom-atom oksigen besar akan membentuk struktur kubik, sedangkan atom Fe yang kecil mengisi situs tetrahedral dan oktahedral. Pada situs tetrahedral, atom Fe dikelilingi oleh 4 atom oksigen dan pada situs oktahedral 6 atom oksigen mengelilingi atom Fe. Magnetit dengan rumus kimia Fe₃O₄ atau (FeO.Fe₂O₃) merupakan salah satu senyawa besi oksida dengan nilai ekonomis tinggi yang banyak dikembangkan karena memiliki bebagai potensi aplikasi yang besar di bidang farmasi, biomedis, alutsista, pemisah logam berat untuk keperluan pemurnian air dan lain-lain.

Beberapa penelitian telah dilakukan dengan nanokomposit Fe₃O₄/KA. Pembuatan karbon aktif dilakukan dengan berbagai bahan dasar seperti cangkang kerang, rumput laut, tongkol jagung dan cangkang kelapa sawit (Foroutan et al., 2019; Bharath et al., 2019). Metode aktivasi karbon dapat dilakukan dengan agen aktivasi asam maupun basa seperti H₃PO₄, HNO₃, KOH dan NaOH yang dibuat secara skala industri atau skala laboratorium. Beberapa penelitian menggunakan nanokomposit Fe₃O₄/KA untuk adsorpsi *methylene blue, methyl orange*, Cr (VI), fenol, tumpahan minyak dengan satu atau dua aplikasi dalam satu penelitian (Li et al., 2020; Raj & Joy, 2015). Pada penelitian yang dilakukan ini adalah sintesis Fe₃O₄/KA dengan menggunakan limbah cangkang kelapa sawit. Aktivasi diakukan dengan KOH dengan suhu 800 °C (Taer et al., 2016) untuk proses pemutusan rantai karbon dari senyawa organik cangkang kelapa sawit yang bersifat keras karena banyak mengandung lignin. Hasil nanokomposit yang diperoleh, digunakan untuk adsorpsi dan membandingkan efektivitas antar anion yang diobservasi dengan isoterm Langmuir, isoterm Freundlich serta model kinetika orde satu dan orde dua.

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dilakukan penelitian tentang sintesis karbon aktif dengan menggunakan aktivator KOH yang dimodifikasi dengan oksida logam Fe₃O₄. Hasil sintesis nanokomposit tersebut dilakukan uji karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) (Bruker D2 Phaset Gen), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (Perkin Elmer Spectrum Version 10.5.1), *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *Gas Surface Analyzer* (GSA) (NOVA-Quantachrome) dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Nanokomposit Fe₃O₄/KA digunakan untuk aplikasi adsorpsi anion dalam air dengan variasi pH (2, 4, 7, 9, 10), variasi waktu (15, 45, 60, 90, 120 menit), dan variasi konsentrasi anion (5, 10, 15, 20, 30 mg/L), kemudian sisa adsorpsi diuji dengan spektrofotometer Uv-Vis (Thermo Scientific).

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan hal-hal tersebut di atas, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

- a. Bagaimana karakterisasi nanokomposit Fe₃O₄/KA yang digunakan untuk adsorpsi anion dalam air?
- Bagaimana hasil adsorpsi anion dengan menggunakan nanokomposit Fe₃O₄/KA dalam air?
- c. Bagaimana efektivitas nanokomposit Fe₃O₄/KA untuk proses adsorpsi anion dalam air berdasarkan variasi pH, waktu, dan konsentrasi anion?

I.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

- a. Mengetahui karakterisasi nanokomposit Fe₃O₄/KA yang digunakan untuk adsorpsi anion dalam air.
- b. Mengetahui hasil adsorpsi anion dengan menggunakan nanokomposit Fe₃O₄/KA dalam air.
- c. Mengetahui efektivitas nanokomposit Fe₃O₄/KA untuk proses adsorpsi anion dalam air berdasarkan variasi pH, waktu, dan konsentrasi anion.

I.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

- a. Memberikan informasi tentang karakterisasi nanokomposit Fe₃O₄/KA yang digunakan untuk adsorpsi anion dalam air.
- Memberikan informasi tentang hasil adsorpsi anion dengan menggunakan nanokomposit Fe₃O₄/KA dalam air.
- c. Memberikan informasi tentang efektivitas nanokomposit Fe₃O₄/KA untuk proses adsorpsi anion dalam air berdasarkan variasi pH, waktu, dan konsentrasi anion.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 TINJAUAN PUSTAKA

Karbon aktif telah menjadi adsorben yang paling efisien dan umum digunakan dalam air pemurnian di seluruh dunia karena merupakan bahan penyerap yang efektif yang mempunyai luas permukaan tinggi, struktur berpori dan tingkat aktivitas permukaan yang tinggi (Sheoran, 2013). Karbon aktif juga sangat inert, stabil secara termal dan dapat digunakan pada rentang pH yang luas. Ada banyak aplikasi untuk karbon aktif di berbagai bidang, termasuk proses pemisahan dan pemurnian gas dan cairan (Tadda et al., 2018), industri makanan dan farmasi juga digunakan sebagai katalis dan dukungan katalis. Efisiensi karbon aktif untuk menghilangkan polutan tertentu bergantung pada kimia permukaan dan kapasitas adsorpsinya (Saleem et al., 2019). Adsorpsi kapasitas karbon aktif biasanya dikaitkan dengan volume pori internal yang mungkin didistribusikan ke seluruh padatan sebagai pori-pori dengan lebar mulai dari pori mikro (Ilomuanya et al., 2017). Ketika ukuran pori karbon aktif berada pada kisaran ukuran polutan, proses adsorpsi dapat ditingkatkan dan menjadi efisien (Moosavi et al., 2020).

Kapasitas adsorpsi pada karbon aktif pada dasarnya tergantung pada jenis metode aktivasi dan pada sifat struktural dari bahan prekursor asli. Prekursor karbon aktif merupakan bahan organik dengan kandungan karbon yang tinggi (Iwanow et al., 2020) seperti batubara, kayu dan tempurung kelapa. Review dari Kristianto, (2017) tentang karbon aktif yang merupakan material karbon berpori, memiliki luas permukaan besar sehingga banyak digunakan untuk berbagai macam aplikasi. Secara umum, pembuatan karbon aktif terdiri atas karbonisasi dan aktivasi secara fisika ataupun kimia. Proses aktivasi kimia dengan pemilihan KOH sebagai agen aktivasi didasarkan pada kemampuan membuka pori-pori karbon. Pembentukan pori-pori pada aktivasi kimia kemudian dilanjutkan dengan aktivasi fisik melalui pemanasan dengan suhu tinggi tanpa adanya oksigen bebas dan menyalurkan gas N₂ ke dalam reaktor selama proses aktivasi, yang berfungsi sebagai gas pendingin (Yuliusman et al., 2017).

(magnetit) Nanopartikel Fe₃O₄ merupakan bahan yang banyak dikembangkan untuk berbagai bidang karena mempunyai bermacam keunggulan karakteristik. Sebagai bahan dengan berbagai sifat magnet, optik, dan katalitik yang unik, magnetit dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, seperti magnetic resonance imaging (MRI) maupun sebagai pemisah logam berat dalam pemurnian air (Lakshmanan, 2013). Sintesis Fe₃O₄ bertujuan untuk mengubah karakteristik dan ukuran partikel/kristal dari magnetit. Metode yang mudah dilakukan untuk memperoleh serbuk Fe₃O₄ dengan biaya yang murah menggunakan variasi pH, temperatur saat reaksi dan laju pengadukan adalah metode sintesis dengan kopresipitasi (Sunaryono, 2015). Material ferimagnetik Fe₃O₄ mempunyai sifat keras, tahan panas, dan tahanan jenis listrik yang tinggi serta dapat termagnetisasi secara spontan pada temperatur Currie dan berubah menjadi paramagnetik di atas temperatur Currie (Lima et al., 2020). Sintesis Fe₃O₄ dengan metode kopresipitasi dilakukan oleh Taib & Suharyadi, (2015), sedangkan Rahmayanti, (2020) melakukan studi komparasi untuk sintesis secara konvensional dan sonokimia yang diperoleh hasil perbedaan tidak terlalu signikfikan. Dewi & Ridwan, (2012) melakukan sintesis Fe₃O₄ untuk adsorpsi Cr (VI). Nanopartikel Fe₃O₄ juga dapat digunakan sebagai penyerap untuk menghilangkan berbagai logam berat dari air limbah seperti yang telah dilakukan oleh Feng et al., (2012).

Nanokomposit Fe₃O₄/KA banyak digunakan dalam berbagai penelitian, seperti yang dilakukan oleh Z. Duan et al., (2020) dengan karbon aktif yang diperoleh dari industri dengan merk Aldrich yang digunakan sebagai adsorpsi fenton. Juang et al., (2018) menggunakan karbon aktif dengan merk Showa Chemical dalam membuat nanokomposit Fe₃O₄/KA untuk adsorpsi *methyl orange*. Penelitian oleh Liu et al., (2019) tentang adsorpsi zat warna menggunakan nanokomposit Fe₃O₄/KA, dengan karbon aktif dari Alfa Aesar. Ganggang kering yang disintesis menjadi karbon aktif dilakukan oleh Foroutan et al., (2019) untuk adsorpsi zat warna. Bharath et al., (2019) melakukan sintesis karbon aktif dari kulit kacang yang dimodifikasi dengan Fe₃O₄ untuk adsorpsi *Cr*(VI). Karbon aktif industri merk Fisher digunakan Li et al., (2020) untuk adsorpsi *methylene blue*. Karbon aktif dari Merck oleh Yegane Badi et al., (2018) digunakan untuk adsorpsi

cetriaxone dalam air. Buhani et al., (2019) melakukan sintesis karbon aktif dari limbah cangkang kelapa dengan zat aktivator H₃PO₄ untuk adsorpsi kristal violet dalam air. Sintesis karbon aktif dari batok kelapa dengan zat aktivator KOH dilakukan oleh Raj & Joy, (2015) untuk adsorpsi tumpahan minyak. Allwar Allwar et al., (2020) mensintesis karbon aktif dari cangkang kelapa sawit dengan aktivator KOH dan dimodifikasi dengan Fe₃O₄ menjadi nanokomposit Fe₃O₄/KA.

Berbagai penelitian tentang nanokomposit karbon aktif dengan logam telah banyak dilakukan yang diaplikasikan untuk adsorpsi. Pembentukan nanopartikel magnetik seperti Fe₃O₄ dan Fe₂O₃ (Xia et al., 2011) dapat memodifikasi sifat magnetik material. Penelitian dari Badi et al., (2018) dalam modifikasi karbon aktif dengan nanopartikel magnetit (PAC-MNPs) yang mampu menghilangkan Ceftriaxone dari dalam air sesuai dengan model isoterm Langmuir dan kinetika adsorpsi orde dua. Kalantary et al., (2016) mensintesis magnetik nanopartikel Fe₃O₄ (MNP) yang dilapisi karbon aktif untuk adsorpsi nitrat dalam air dan diperoleh kesimpulan bahwa adsorpsi nitrat paling cocok dengan isoterm Langmuir dan kinetik orde dua semu model. Mohammadi et al.,(2019) mensintesis dan membuat adsorben kitosan karboksilasi yang dimodifikasi dengan nanopartikel feromagnetik dan aplikasinya untuk menghilangkan fluorida, nitrat dan fosfat dalam air yang hasilnya menunjukkan bahwa proses adsorpsi didasarkan pada model Langmuir.



BAB III LANDASAN TEORI DAN HIPOTESIS

III.1 LANDASAN TEORI

3.1 Kelapa Sawit

Dalam buku statistik kelapa sawit yang diterbitkan oleh Dinas Perkebunan Indonesia (2021) disebutkan bahwa kelapa sawit adalah tumbuhan industri sebagai bahan baku penghasil minyak masak, minyak industri, juga bahan bakar. Perkebunan kelapa sawit menghasilkan keuntungan besar yang mengakibatkan banyak hutan serta perkebunan lama dikonversi menjadi perkebunan kelapa sawit (Purba & Sipayung, 2017). Indonesia adalah penghasil minyak kelapa sawit terbesar di dunia yang penyebarannya mencakup daerah Aceh, pantai timur Sumatra, Jawa, Kalimantan, dan Sulawesi. Beberapa spesies kelapa sawit adalah *E. guineensis Jacq., E. oleifera,* dan *E. odora*. Varietas atau tipe kelapa sawit digolongkan berdasarkan dua karakteristik yaitu ketebalan endokarp yang digolongkan menjadi tiga varietas yaitu *Dura, Pisifera,* dan *Tenera* serta warna buah yang digolongkan menjadi tiga varietas yaitu *Nigrescens, Virescens,* dan *Albescens*. Kelapa sawit terdiri atas beberapa bagian yaitu akar, batang, daun, bunga dan buah.

Tanaman kelapa sawit beserta limbah di Indonesia sangat besar dan melimpah. Limbah tersebut terdiri dari limbah cair, padat dan gas. Limbah cair berasal dari pengukusan dan pembuangan hidrosiklon, limbah padat berupa tandan kelapa sawit (TKS), cangkang dan sludge serta limbah gas dari pembakaran TKS maupun cangkang. Berbagai manfaat limbah tanaman kelapa sawit diantaranya sebagai bahan alternatif dalam pembuatan karbon aktif (Handika et al., 2017).

Limbah tandan kelapa sawit yang mempunyai komponen utama lignoselulosa yang memiliki kemampuan untuk adsorpsi logam berat dengan kandungan gugus aktif –OH dan –COOH (Taer et al., 2016) belum termanfaatkan secara optimal. Penelitian dari Ulfah et al.,(2017) menyatakan bahwa cangkang kelapa sawit mengandung 50.01% karbon dan berpotensi sebagai karbon aktif

meskipun cukup sulit untuk perlakuan awal terhadap cangkang kelapa sawit yang keras karena mengandung lignin tinggi. Sedangkan menurut Osman et al., (2016) tandan kosong kelapa sawit mengandung ligniselulosa sekitar 55-60% berat kering dan kandungan karbon sebesar 54,04%.

Cangkang kelapa sawit adalah bagian paling keras pada komponen kelapa sawit merupakan bahan bakar padat kelas tinggi dan bisa diperbaharui untuk pembakaran, beserta dengan uap batubara atau sebagai biomassa pembangkit listrik yang dicampur menggunakan tingkatan lain dari biomassa, seperti potongan kayu. Cangkang kelapa sawit yang merupakan bahan berlignoselulosa berkadar karbon tinggi dan mempunyai berat jenis lebih tinggi dari kayu mencapai 1,4 gram/cm³, semakin besar berat jenis bahan baku maka daya serap karbon aktif yang dihasilkan akan semakin besar, memungkinkan bahan tersebut baik untuk dijadikan karbon aktif (Rahman et al., 2020).

Penelitian yang dilakukan (Herawan dan Rivani, 2013) diketahui bahwa komponen penyusun TKS (Tandan Kelapa Sawit) terdiri dari spikelet 57,2%, stalk (bunc basis) 21,2%, calyx 9,1%. duri 5,1% dan komponen lain 5% TKS mempunyai kadar air sekitar 60%, kadar minyak 2,5% (maksimum) dan serat 23-25%. Sedangkan dari Erwinsyah et al., (2015) komposisi kimia serat TKS sebagian besar terdiri dari lignin, selulosa, dan hemiselulosa.

3.2 Karbon Aktif

Karbon aktif merupakan bahan berupa karbon *amorf* dengan luas permukaan yang sangat besar, yaitu 200 hingga 2000 m²/g. Salah satu adsorben yang paling sering digunakan untuk proses adsorpsi adalah karbon aktif karena mempunyai daya adsorpsi dan luas permukaan yang lebih baik dibandingkan adsorben lainnya dengan struktur pori-pori sehingga karbon aktif mempunyai kemampuan untuk menyerap (Allwar et al., 2017). Permukaan karbon masih ditutupi oleh deposit hidrokarbon yang menghambat sifat keaktifannya, sedangkan pada karbon aktif mempunyai sifat permukan telah bebas dari deposit dan mampu mengadsorpsi karena permukaan luas dan pori-pori yang telah terbuka (Laos & Selan, 2016). Karbon aktif digunakan sebagai adsorben anion, kation, dan berbagai senyawa organik maupun anorganik, dalam bentuk larutan maupun gas, yang mempunyai sifat penyerapan selektif, yaitu lebih menyukai bahan-bahan non polar dari pada bahan polar (Navia, 2018).

Karbon aktif menurut Martin (2008) diklasifikasikan berdasarkan bentuknya sebagai berikut:

1. Bentuk Serbuk

Karbon aktif bentuk serbuk memiliki ukuran lebih kecil dari 0,18 mm. Biasa digunakan pada industri pengolahan air minum, bahan tambahan makanan, industri farmasi, pemurnian glukosa dan pengolahan zat pewarna kadar tinggi.

2. Bentuk Granular

Karbon aktif dengan bentuk tidak beraturan mempunyai ukuran 0,2–5 mm. Umumnya digunakan dalam aplikasi fasa cair dan gas. Diaplikasikan dalam industri pemurnian emas, pengolahan air, air limbah dan air tanah, pemurni pelarut serta penghilang bau busuk.

3. Bentuk Pellet

Karbon aktif berbentuk pellet dengan diameter 0,8-5 mm. Kegunaan utama sebagai aplikasi fasa gas karena mempunyai tekanan yang rendah, kekuatan mekanik tinggi serta kadar abu rendah. Digunakan untuk pemurnian udara, kontrol emisi, tromol otomotif, penghilangan kotoran dan pengontrol emisi pada gas buang.

Gugus fungsi terbentuk saat dilakukan proses aktivasi, karena adanya interaksi radikal bebas pada permukaan karbon dengan atom-atom seperti oksigen dan nitrogen yang berasal dari proses pengolahan atau atmosfer. Gugus fungsi menyebabkan permukaan karbon aktif menjadi reaktif secara kimiawi dan akan berpengaruh terhadap sifat adsorpsi. Oksidasi permukaan dalam produksi karbon aktif, menghasilkan gugus hidroksi, karbonil dan karboksilat yang memberikan sifat amfoter pada karbon dan karbon aktif menjadi bersifat asam atau basa (Handika et al., 2017).

Menurut Ghafarunnisa et al., (2017) karbon aktif dibuat melalui dua tahap, yaitu karbonasi dan aktivasi. Karbonasi adalah proses pengarangan dalam ruangan tanpa adanya oksigen dan bahan kimia lainnya, sedangkan aktivasi merupakan proses untuk mengubah hasil karbonisasi menjadi adsorben yang memiliki luas permukaan yang besar. Untuk memperbesar pori pada karbon dilakukan proses aktivasi yaitu dengan cara memecahkan ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul permukaan yang menyebabkan karbon mengalami perubahan sifat, baik fisika atau kimia, yaitu luas permukaan yang bertambah besar dan berpengaruh terhadap daya adsorpsi. Berdasarkan ukuran pori, karbon aktif diklasifikasikan menjadi 3, yaitu mikropori (diameter < 2 nm), mesopori (diameter 2–50 nm), dan makropori (diameter > 50 nm) (Lim et al., 2019).

Karbon yang dihasilkan dari pembakaran selulosa pada tandan kelapa sawit yang tidak sempurna seperti pada reaksi berikut:

 $C_xH_yOn + O_2(g) \rightarrow C(s) + CO(g) + H_2O(g)$

akan menghasilkan produk berupa CO, H₂O dan C. Unsur C yang dihasilkan selanjutnya diaktivasi untuk memperbesar pori-pori yang tertutup sehingga memperbesar daya serapnya (Adinata, 2013).

Karbon aktif berbentuk *amorf* tersusun dari plat-plat datar yaitu atom-atom karbon yang terikat secara kovalen dalam kisi heksagonal dan dibuktikan dengan penelitian menggunakan sinar-X yang menunjukkan struktur grafit dengan bentuk-bentuk kristalin yang sangat kecil.



Gambar 3.1 Struktur fisika karbon aktif (Hessler, 1951).

Karbon-karbon *amorf* yang berikatan tiga dimensi dengan atom-atom lain terutama oksigen terdapat dalam rongga antara kristal karbon. Susunan karbon

yang tidak teratur terdapat reaktan-reaktan dan celah merupakan pori dan berbentuk silindris. Karbon aktif mengandung sejumlah kecil hidrogen dan oksigen yang terikat secara kimiawi dalam berbeagai gugus fungsi seperti karbonil, karboksil, fenol, lakton, quinon, dan gugus eter. Gugus fungsional menjadikan permukaan karbon aktif reaktif secara kimiawi dan mempengaruhi sifat adsorpsinya.



Gambar 3.2 Struktur kimia karbon aktif (Hessler, 1951).

Dua cara aktivasi karbon yaitu secara aktivasi kimia dengan hidroksida, logam alkali, garam-garam karbonat, klorida sulfat dari logam alkali dan ZnCl₂, asam-asam organik H₂SO₄, H₃PO₄, basa seperti KOH dan NaOH sedangkan aktivasi fisika merupakan proses pemutusan rantai karbon dari senyawa organik pada temperatur 700 °C hingga 800 °C (Budiman et al., 2019) yang menunjukkan aktivasi dengan suhu tinggi meningkatkan keberadaan senyawa aromatik sebagai penyusun struktur heksagonal pada arang aktif.

3.3 Nanokomposit

Munculnya nanokomposit sebagai klasifikasi bahan yang berbeda dimulai selama pertengahan abad ke-20 dengan pembuatan yang sengaja dirancang dan nanokomposit multifase yang direkayasa seperti polimer yang diperkuat fiberglass. Meskipun bahan multifase, seperti kayu, batu bata yang terbuat dari tulangan jerami tanah liat, kulit kerang, dan bahkan paduan seperti baja telah dikenal selama ribuan tahun, diakui konsep baru ini menggabungkan bersama bahan yang berbeda selama manufaktur mengarah pada identifikasi nanokomposit sebagai kelas baru yang terpisah dari logam, keramik, dan polimer yang sudah dikenal, konsep nanokomposit multifase memberikan peluang menarik untuk mendesain variasi bahan yang sangat banyak dengan kombinasi properti yang tidak bisa dapat dipenuhi oleh salah satu paduan logam konvensional monolitik, keramik, dan bahan polimer (Lee & Yoo, 2016).

Material Nanokomposit terdiri dari dua penyusun utama yaitu *filler* (bahan pengisi) dan matrik yaitu:

1. *Filler*, merupakan bahan pengisi yang digunakan dalam pembuatan nanokomposit, berupa serat atau serbuk. Serat yang sering digunakan dalam antara lain serat E-Glass, Boron dan Carbon. Serat alam juga dapat digunakan seperti rami, cantula, kenaf, jute, dan lain sebagainya.

2. Matriks merupakan struktur nanokomposit yang dapat berasal dari bahan polimer, logam, maupun keramik. Matriks secara umum berfungsi sebagai pengikat serat menjadi satu struktur nanokomposit dan memiliki fungsi sebagai berikut:

- Mengikat serat menjadi satu kesatuan struktur.
- Melindungi serat dari kerusakan akibat kondisi lingkungan.
- Menstransfer dan mendistribusikan beban ke serat.
- Menghasilkan beberapa sifat seperti, kekakuan, ketangguhan dan tahanan listrik (Callister, 2009).

Berdasarkan matriks yang digunakan, nanokomposit dikelompokkan menjadi:

- 1. *MMC (Metal Matriks Composite)*, adalah jenis nanokomposit yang mempunyai matriks logam. MMC mempunyai beberapa kelebihan jika dibandingkan dengan PMC, yaitu :
 - 1) Mempunyai transfer tegangan dan regangan yang baik.
 - 2) Mempunyai ketahanan yang tinggi terhadap temperatur
 - 3) Tidak mudah menyerap kelembapan.
 - 4) Tidak mudah terbakar.
 - 5) Memiliki kekuatan tekan dan geser yang baik.

6) Memiliki ketahanan aus dan muai termal yang lebih baik dari PMC Adapun matrik pada MMC:

1) Memiliki keuletan yang tinggi.

2) Mempunyai titik lebur yang rendah.

3) Mempunyai densitas yang rendah.

2. *CMC (Ceramic Matriks Composite)*, merupakan nanokomposit dengan material dua fasa yaitu sebagai penguat dan sebagai matriks yang terbuat dari keramik.

3. *PMC (Polymer Matriks Composite)*, adalah jenis nanokomposit umum yang digunakan pada material nanokomposit yaitu polimer yang mempunyai sifat lebih tahan korosi dan lebih ringan. Matriks polimer terbagi dua yaitu, termoplastik yang dapat didaur ulang seperti polypropylene (PP), polystryene (PS), polyethylene (PE), dan lain sebagainya serta termoset yang tidak dapat didaur ulang.

Berdasarkan bentuk komponen utama strukturnya, terdapat tiga jenis nanokomposit yaitu:

1. Nanokomposit serat (*Fibricus Composite*), dibuat secara fabrikasi terdiri dari satu alumina atau satu lapisan dengan menggunakan penguat berupa serat.

Beberapa tipe serat pada nanokomposit berdasarkan penempatannya adalah sebagai berikut:

a. *Continous Fibre Composite*, dengan tipe serat dengan susunannya yang panjang dan lurus, membentuk lamina diantara matriksnya, serta mempunyai kelemahan yaitu pemisahan antar lapisan.

b. *Woven Fibre Composite (bi-directional)*, yaitu nanokomposit yang tidak mudah dipengaruhi pemisahan antar lapisan karena susunan serat yang mengikat antar lapisan, memanjang namun tidak begitu lurus mengakibatkan kekuatan dan kekakuan melemah.

c. Discontinous Fibre Composite, merupakan tipe nanokomposit dengan serat pendek yaitu, yang dibedakan menjadi 3 tipe yaitu; Aligned discontinous fibre, Off-axis aligned discontinous fibre dan Randomly oriented discontinous fibre.

d. *Hybrid Fiber Composite*, adalah gabungan tipe serat lurus dan acak , yang dapat meminimalkan kekurangan sifat dari kedua tipe dan dapat menggabungkan kelebihannya.



Gambar 3.3 Tipe-tipe serat nanokomposit (Junus, 2011)

2. Nanokomposit partikel (*Particulate Composite Materials*), merupakan nanokomposit dengan menggunakan partikel sebagai filler (pengisi) yang dapat berupa logam maupun non logam.



Gambar 3.4 (a) Nanokomposit partikel (Junus, 2011) dan

(b) nanokomposit partikel dari Fe₃O₄/karbon aktif

Beberapa keuntungan dari komposit yang disusun oleh *reinforcement* berbentuk partikel yaitu:

- a) Memilik kekuatan yang lebih seragam di berbagai arah.
- b) Untuk meningkatkan kekuatan dan meningkatkan kekerasan material.
- c) Menghalangi adanya pergerakan dislokasi sehingga dapat meningkatkan kekuatan dan pengerasan oleh partikulat.

Adapun panjang partikel dibedakan menjadi dua, yaitu:

1) Large particle

Komposit yang disusun oleh *reinforcement* berbentuk partikel, dengan adanya interaksi antara partikel dengan matrik yang terjadi bukan dalam skala atomik atau molekular. Partikel berukuran kecil akan terdistribusi merata. Contoh *large particle* adalah cemet dengan sand atau gravel, dengan cemet sebagai matriks dan sand sebagai partikel, gavrel sebagai partikel dan cemet sebagai matriks, *Sphereodite steel* (cementite sebagai partikulat), *Oxide-Base Cemet* (oksida logam sebagai partikulat).

2) Dispersion strengthened particle

- a) Mempunyai fraksi partikulat sangat kecil, kurang dari 3%.
- b) Mempunyai ukuran sekitar 10-250 nm.

3. Nanokomposit berlapis (*Structural Composite Materials*), yaitu dua material yang berbeda yang direkatkan menjadi satu.



Gambar 3.5 Nanokomposit berlapis (Junus, 2011)

3.4 Besi Oksida (Fe₃O₄)

Pasir besi (Fe₃O₄) dengan ukuran nano memiliki sifat ferimagnetik dengan peluang aplikasi luas, merupakan alternatif untuk memenuhi kebutuhan bahan baku industri di bidang elektronik dengan kebutuhannya semakin meningkat. Aplikasi Fe₃O₄ yang berukuran nano pada bidang industri antara lain seperti keramik, katalis, *energy storage, magnetic data storage*, ferofluida, maupun untuk diagnosis medis. Sintesis partikel nano Fe₃O₄ dengan metode kopresipitasi, dengan perbandingan/rasio antara ion ferrous (Fe²⁺) dan ion ferric (Fe³⁺) dalam media basa (alkali) berpengaruh terhadap hasil akhir sintesis. Efek yang diperoleh terdiri dari rentang diameter ukuran partikel dan sifat magnetik yang dihasilkan. Valensi garam logam yang digunakan dalam sintesis berperan penting dalam menentukan ukuran partikel. Ukuran partikel nano Fe₃O₄ pada variasi prosentase molar ion ferrous terhadap jumlah total ion besi diperoleh dalam rentang ~9 nm sampai ~40 nm (Merdekani, 2013).

Fe₃O₄ merupakan material ferimagnetik dengan spin magnetik sederhana yang dapat direpresentasikan pada Gambar 3.6 berikut:



Gambar 3.6 (a) Struktur spinel kubik magnetik Fe₃O₄ (Sholihah, 2010) dan (b) struktur Fe₃O₄

Magnetit dengan struktur spinel, mempunyai atom-atom oksigen yang besar membentuk struktur kubik dan atom Fe berukuran lebih kecil mengisi situs tetrahedral serta oktahedral. Atom Fe dikelilingi 4 atom oksigen pada situs tetrahedral, sedangkan situs oktahedral atom Fe dikelilingi oleh 6 atom oksigen. Material ferimagnetik mampu menghantarkan listrik seperti logam pada umumnya, sehingga berinteraksi kuat dengan medan magnet dan medan listrik (Christiansen et al., 2019).

3.5 Anion

Anion adalah ion dengan muatan negatif, yaitu memiliki lebih banyak elektron daripada proton. Anion terbentuk ketika sebuah atom memperoleh satu atau lebih elektron, perolehan elektron bermuatan negatif menghasilkan muatan negatif secara keseluruhan. Anion yang paling sederhana, baik dari segi struktur maupun muatannya, adalah ion halida seperti fluorida, klorida, bromida, dan iodida yang semuanya bulat dan memiliki satu muatan negatif. Halida juga dapat menjadi inti dari spesies anion yang lebih kompleks seperti: klorat, perklorat, dan periodat. Anion dengan muatan negatif yang lebih tinggi cenderung untuk bertukar dan ganti yang dengan muatan lebih rendah di interlayer. Kemampuan pertukaran ion dari anion biasa adalah sebagai berikut : $CO_3^{2-} > HPO_4^{2-} > SO_4^{2-} > OH^- > F^- > Cl^- > Br^- > NO_3^- > I^-$ (Duan et al., 2017).

3.5.1 Nitrat dan Nitrit

Pencemaran air oleh berbagai macam bahan organik dapat menyebabkan kadar amonia dan hidrogen sulfida meningkat. Amonia yang larut di dalam air akan membentuk senyawa ammonium dan cenderung mengikat oksigen. Adanya mikroba nitrosomonas dapat menyebabkan senyawa amonium dan oksigen membentuk senyawa nitrit NO₂, sedangkan mikroba nitrobakter akan membentuk senyawa nitrit sangat berbahaya bagi tubuh terutama pada bayi di bawah umur 3 bulan, karena dapat menyebabkan methaemoglobinemia dimana nitrit mengikat haemoglobin (Hb) dalam darah dan menghalangi ikatan dengan oksigen. Nitrat (NO₃) dan nitrit (NO₂) merupakan ion anorganik alami, merupakan bagian siklus nitrogen. Aktifitas mikroba dalam tanah atau air menguraikan sampah yang di dalamnya terkandung nitrogen organik. Nitrogen menjadi ammonia kemudian dioksidasi menjadi nitrit dan nitrat. Nitrit sangat mudah dioksidasi menjadi nitrat, sehingga nitrat merupakan senyawa yang paling sering ditemukan di dalam air bawah tanah maupun air yang terdapat di permukaan (Amanati, 2016).



Gambar 3.7 (a) Struktur Lewis dari NO₃⁻ dan (b) NO₂⁻

Reaksi antara nitrit dan amina sekunder atau tersier dapat menyebabkan pembentukan senyawa N-nitroso karsinogenik, mutagenik dan teratogenik (Nnitrosoamines) yang dapat menyebabkan kanker pencernaan. Pada orang dewasa, nitrat dalam jumlah tinggi dapat menyebabkan perut nyeri, darah dalam tinja dan urin, kelemahan, depresi mental, dispepsia, sakit kepala, diare, muntah, diabetes, hipertensi, saluran pernapasan infeksi dan perubahan sistem kekebalan (Pugen et al., 2011). Kadar tinggi nitrat dalam air menyebabkan fenomena yang dikenal sebagai "eutrofikasi", yang berarti pertumbuhan yang berlebihan dari alga dalam air yang mengkonsumsi gas oksigen terlarut dalam air sehingga menyebabkan kematian ikan (Neşe & T. Ennil, 2008).

3.5.2 Fosfat

Fosfat terdapat dalam air dapat berupa senyawa ortofosfat, polifosfat dan fosfat organis. Senyawa fosfat dapat terikat di dalam sel organisme dalam air ataupun terdapat dalam bentuk terlarut dan tersuspensi (Xu et al., 2016). Ortofosfat adalah salah satu bentuk fosfor (P) yang terlarut dalam air. Ortofosfat dapat dimanfaatkan langsung oleh organisme nabati (fitoplankton dan tumbuhan air). Larutan yang besifat asam, ortofosfat akan bereaksi dengan ammonium molybdate membentuk senyawa kompleks ammonium phosphomolybdate. Dengan pereaksi reduksi, molybdenum dalam senyawa kompleks dapat tereduksi menjadi senyawa yang berwarna biru.



Gambar 3.8 Struktur dari PO₄³⁻

Persaman reaksi yang terjadi sebagai berikut:

1. Reaksi pembentukan senyawa kompleks dari asam molibdofosfat (Mo-P)

 $H_3PO_4 + 12 MoO_3 \rightarrow H_3PMO_{12}O_{40}$

2. Reduksi Mo dalam senyawa kompleks Mo-P oleh Sn²⁺

 $Mo_6^+ - P + Sn^{2+} - Mo_4^+ - P + Sn^{4+}$

Intensitas warna biru yang dihasilkan akan bertambah seiring besarnya kadar fosfat yang terlarut sehingga konsentrasi ortofosfat dalam air semakin tinggi dan dapat diukur menggunakan prinsip spektrofotomerik (Ngibad, 2019).

3.5.3 Fluorida

Fluorida merupakan unsur halogen yang sangat reaktif, di alam terdapat dalam bentuk senyawa. Fluorida anorganik mempunyai sifat yang lebih toksik dan lebih irritan dibandingkan dengan organik. Keracunan kronis akan mengakibatkan orang menjadi kurus, pertumbuhan tubuh yang terganggu, terjadi fluorosis pada gigi serta kerangka dan gangguan pencernaan dengan disertai dehidrasi. Kasus keracunan berat akan menyebabkan terjadinya cacat tulang, kelumpuhan dan kematian. Berdasarkan penelitian tentang senyawa fluorida pada tikus memperlihatkan terdapat hubungan antara fluorida dengan kanker tulang. Konsentrasi lebih kecil dari 1,5 ppm sangat bermanfaat bagi kesehatan gigi. Sedangkan konsentrasi lebih besar dari 2 ppm menyebabkan kerusakan gigi. Fluoride pada konsentrasi 3-6 ppm menyebabkan kerusakan pada struktur tulang (Triwuri & Hazimah, 2018).



SL:F:

Metode pengujian fluorida dengan menggunkan SPADNS (Sodium-2 (parasulfophenylazo)-dihydroxy-3,6-napthalene disulfonate) yang berwarna merah cerah ketika dicampur larutan tidak berwarna membentuk senyawa kompleks Zr-SPDNS berwarna merah gelap. Senyawa kompleks Zr-SPDNS ditambahkan ke air yang mengandung fluorida, ion fluorida akan bereaksi dengan ikatan kompleks tersebut dan akan berikatan dengan zirconium. Konsentrasi kompleks akan semakin menurun yang sebanding dengan konsentrasi fluorida dan warna reagen-campuran menjadi lebih cerah.

 $Zr-SPDNS + 6 F^- \rightarrow ZrF_6^{2-} + SPADNS$ (Astriningrum & Suryadi, 2010)

3.6 Kopresipitasi

Kopresipitasi adalah presipitasi simultan berasal dari komponen yang larut dengan komponen makro dari larutan yang sama dengan pembentukan kristal campuran, dengan adsorpsi, oklusi, atau jebakan mekanis. Kopresipitasi merupakan metode sintesis *bottom up* untuk memperoleh partikel yang berukuran nanometric, yaitu partikel yang terbentuk mengalami suatu proses pertumbuhan butir (*grain growth*) (Sau & Rogach, 2013). Metode kopresipitasi digunakan untuk menghasilkan material berbentuk padatan (*solid*) dari presipitatnya yang berupa cairan (Bader et al., 2014). Metode kopresipitasi tersebut sangat sesuai jika diterapkan pada proses sintesis material logam seperti besi (Fe) dan tembaga (Cu) (Farinha et al., 2021).
Mekanisme kopresipitasi dapat dibagi menjadi tiga proses, yaitu inklusi ialah proses ketika impuritas menyusup ke dalam kisi kristal tanpa mengubah struktur dari kristal aslinya. Jumlah kristal yang tercampur bergantung pada jumlah impuritasnya. Okluasi yaitu terjadinya penyerapan impuritas dalam kristal yang sedang tumbuh sehingga muncul ketidaksempurnaan kristal. Dalam keadaan tersebut absorpsi merupakan faktor penentu dari jumlah okluasi. Terakhir adalah absorpsi permukaan oleh presipitat setelah terbentuk yang terjadi jika presipitat mempunyai luas permukaan yang lebih besar. Permukaan presipitat bersifat aktif, dengan ion-ion pada permukaan kristal yang belum stabil sehingga akan mempengaruhi ion lain yang berlawanan dalam larutan. Presipitat dengan sifat kristal mikroskopik, jumlah kopresipitasi bukan disebabkan oleh absorpsi permukaan (Peternele et al., 2014). Beberapa keunggulan dari metode kopresipitasi antara lain dapat menghasilkan produk dengan tingkat kemurnian yang tinggi, proses pengendapan yang sangat sederhana, waktu sintesis lebih cepat dengan biaya yang murah dan memungkinkan diperoleh hasil serbuk dengan ukuran kristal berskala nanometrik (Sunaryono, 2015).

3.7 Hidrotermal

Hidrotermal berasal dari dua suku kata hidro yaitu air dan termal yang berarti panas. Teknik hidrotermal melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) menggunakan air yang berfungsi untuk meningkatkan tekanan dan air tetap sebagai cairan. Kondisi hidrotermal merupakan kondisi dimana tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer. Sintesis hidrotermal merupakan metode sintesis kristal atau pertumbuhan kristal pada temperatur dan tekanan tinggi.

Sintesis hidrotermal digunakan dalam pembuatan oksida. Sintesis oksida logam pada kondisi hidrotermal dapat terjadi dengan dua tahap yaitu tahap hidrolisis dari larutan garam yang menghasilkan logam hidroksida, dan tahap hidroksida yang akan terhidrasi menghasilkan oksida logam yang diinginkan. Laju reaksinya adalah sebagai fungsi temperatur, konstanta dielektrik pelarut. Penggunaan air sangat efektif untuk mendapatkan oksida logam yang berbentuk powder atau bubuk yang bagus dalam sintesis hidrotermal. Air berperan sebagai medium transmisi tekanan dan sebagai pelarut untuk prekursor. *Autoclave* digunakan dalam sintesis material dengan teknik hidrotermal, tekanan dipertahankan pada rentang 10–150 kilobar bergantung pemilihan temperatur air (373 K). Bubuk yang dihasilkan dari sintesis hidrotermal dapat berupa *amorf* atau kristal tergantung pada kondisi hidrotermal (Ningsih, 2016).

Menurut Putri et al., (2018) metode hidrotermal dengan suhu rendah mempunyai kelebihan, yaitu:

- 1. Temperatur yang relatif rendah untuk reaksi.
- 2. Menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi.
- 3. Kemurnian tinggi.
- 4. Distribusi ukuran partikel yang homogen.

Metode hidrotermal merupakan metode yang menggunakan suhu rendah dan bertekanan tinggi sehingga tidak merusak material. Metode hidrotermal pada prinsipnya memproduksi karbon dengan cara perubahan kelarutan, melelehkan bagian kristalin, dan mempercepat interaksi fitokimia, perantara reaksi asam, basa atau ionik dan pengendapan material karbon. Metode ini dibagi dalam dua daerah suhu, yaitu pada suhu 300-800 °C untuk membentuk karbon nanotube, material grafit, dan karbon aktif, suhu kurang dari 300 °C membentuk material karbon fungsional akibat dari proses polimerasi dan dehidrasi. Berdasarkan penelitian dari Hu et al., (2010) metode ini memiliki keunggulan:

- 1. Variabel reaksi (suhu, waktu, dan konsentrasi reaktan) menentukan ukuran karbon.
- 2. Permukaan karbon yang lebih halus.
- 3. Ramah lingkungan serta murah dalam karbon yang berbasis biomassa.
- Dapat digunakan untuk memperoleh produk oksida, halida, zeolit, sulfida, material berpori, dan senyawa anorganik (oksida fungsional dan nanomaterial non oksida).
- 5. Bahan baku dan proses sintesis yang aman, instrumentasi serta teknik yang sederhana dan murah.

3.8 Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses penyerapan suatu substansi pada permukaan zat padat dimana terjadi gaya tarik-menarik antar substansi terserap dan penyerapnya. Dalam sistem adsorpsi, terdapat adorbat yang merupakan fasa teradsorpsi dalam *solid* yang merupakan adsorben. Proses adsorpsi dapat terjadi oleh adanya gaya tarik atom atau molekul pada permukaan padatan yang tidak seimbang yang menyebabkan padatan cenderung menarik molekul-molekul ion yang bersentuhan dengan permukaan padatan, baik fasa gas atau fasa larutan ke dalam permukaannya. Konsentrasi molekul pada permukaan akan menjadi lebih besar dibandingkan dalam fasa gas zat terlarut dalam larutan. Proses adsorpsi hanya terjadi pada permukaan, tidak masuk dalam fasa *bulk* atau ruah.

Terdapat dua (2) jenis adsorpsi berdasarkan interaksi molekular antara permukaan adsorben dengan adsorbat, menurut (S. Liu, 2015) dibedakan menjadi adsorpsi fisika dan adsropsi kimia.

1. Adsorpsi fisika bersifat reversibel sehingga dalam kondisi operasi yang diubah, membentuk kesetimbangan baru. Proses adsorpsi fisika terjadi tanpa adanya energi aktivasi. Ikatan yang terbentuk dalam adsorpsi fisika dapat diputus dengan mudah yaitu dengan pemanasan pada temperatur sekitar 150–200°C selama 2-3 jam. Adsorpsi fisika terjadi karena adanya gaya Van der Waals yaitu gaya tarikmenarik yang lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben. Adsorbat tidak terikat kuat pada adsorben menyebabkan adsorbat bergerak dari suatu bagian permukaan adsorben ke bagian permukaan adsorben lainnya, sedangkan pada permukaan yang ditinggalkan oleh adsorbat tersebut akan digantikan oleh adsorbat lain.

2. Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang terjadi dengan terbentuknya ikatan kimia antar molekul-molekul adsorbat dengan adsorben. Ikatan yang terbentuk merupakan ikatan kuat sehingga membentuk lapisan monolayer. Pada adsorpsi ini yang penting adalah spesifikasi dan kepastian pembentukan monolayer dengan menentukan kondisi reaksi. Adsorpsi kimia tidak bersifat reversibel dan terjadi pada suhu tinggi diatas suhu kritis adsorbat. Proses desorpsi dibutuhkan energi tinggi untuk memutuskan ikatan yang terjadi antara adsorben dengan adsorbat. Mekanisme penyerapan adsorben menurut Supraptiah et al., (2019) terhadap zat terlarut terbagi menjadi 4 tahap yaitu:

- 1. Transfer antar molekul pada zat terlarut yang teradsorpsi menuju lapisan film yang mengelilingi adsorben.
- 2. Difusi dari zat terlarut yang teradsorpsi melalui lapisan film yang mengelilingi adsorben.
- 3. Difusi dari zat terlarut yang teradsorpsi melalui kapiler atau pori dalam adsorben.
- 4. Adsorpsi zat terlarut yang teradsorpsi pada dinding pori atau permukaan adsorben.

Proses adsorpsi pada permukaan zat dijelaskan melalui penentuan isoterm adsorpsi yaitu isoterm Langmuir dan Freundlich. Beberapa asumsi yang menjadi dasar dari terjadinya isoterm Langmuir yaitu adsorpsi yang hanya terjadi pada lapisan tunggal (monolayer), panas adsorpsi tidak tergantung pada penutupan permukaan, semua situs dan permukaannya. Isoterm Langmuir berdasarkan pada asumsi bahwa laju adsorpsi bergantung pada ukuran dan struktur molekul adsorbat, sifat pelarut dan porositas adsorben, tapak permukaan homogen dan adsorpsi terjadi secara monolayer. Permukaan adsorben terdapat sejumlah situs aktif sebanding dengan luas permukaan dimana setiap situs aktif memiliki satu molekul yang dapat teradsorpsi yaitu ikatan antara zat yang teradsorpsi dan adsorben dapat terjadi secara fisik atau kimiawi. Bagian penting dalam proses adsorpsi adalah sisi yang dimiliki adsorben pada permukaan, tetapi jumlah sisi akan berkurang jika permukaan yang tertutup meningkat (Sanjaya & Agustine, 2015). Persamaan isoterm Langmuir dapat ditulis sebagai berikut :

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{kl.\,q_m} \frac{1}{C_e} + \frac{1}{q_m}$$
(1)

Dengan qe merupakan jumlah adsorbat yang terserap, qm adalah penyerapan maksimum pada permukaan padatan, kl merupakan konstanta Langmuir, dan Ce merupakan konsentrasi pada kesetimbangan (Muslimah et al., 2015).



Gambar 3.10 Kurva isoterm adsorpsi Langmuir (Keenan, 1990)

Isoterm Freundlich berdasarkan terbentuknya lapisan multilayer dari molekul-molekul adsorbat pada permukaan adsorben. Isoterm Freundlich menjelaskan bahwa proses adsorpsi yang terjadi pada permukaan bersifat heterogen, yaitu tidak semua permukaan adsorben memiliki daya adsorpsi. Isoterm Freundlich menunjukkan bahwa lapisan adsorbat yang terbentuk bersifat multilayer sesuai dengan sifat fisik adsorpsi, yaitu adsorpsi dapat terjadi pada banyak lapisan (multilayer) (Apriyanti et al., 2018). Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dapat ditulis secagai berikut.

$$\log q_e = \log k_f + \frac{1}{n} \log C_e \tag{2}$$

Dimana qe adalah jumlah zat terlarut yang teradsorpsi, kf merupakan konstanta Freundlich, dengan n adalah konstanta adsorben dan Ce adalah konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam fase larutan., Isoterm Freundlich tidak akan berlaku jika konsentrasi atau tekanan dari zat yang teradsorpsi terlalu tinggi (Keenan, 1990).



Gambar 3.11 Kurva isoterm adsorpsi Freundlich (Keenan, 1990)



Gambar 3.12 Kurva adsorpsi isotermis (Yurdakal et al., 2019)

Enam tipe kurva adsorpsi isotermis menurut Yurdakal et al., (2019) yaitu:

- Tipe I disebut sebagai isoterm Langmuir yang menggambarkan adsorpsi monolayer. Isoterm Langmuir sesuai dengan adsorpsi fisik pada padatan yang biasanya diperoleh dari adsorben mikropori dengan luas eksternal sangat sedikit, seperti karbon aktif, silika gel, zeolit, dan bentofit.
- Tipe II diperoleh dari percobaan Brauner, Emmet dan Teller. Kurva ini dapat ditemukan pada adsorben berpori atau padatan makropori..
- Tipe III menunjukkan kuantitas adsorben yang semakin tinggi saat tekanan bertambah.
- Tipe IV sering ditemukan pada padatan berpori, relatif terjadi pada tekanan rendah sampai menengah, dengan volume terbesar adsorbat yang teradsorpsi dapat dihitung dari kondensasi kapiler yang sempurna mengisi pori. Kurva ini dihasikan pada padatan adsorben yang berukuran mesopori.
- Tipe V merupakan jenis yang hampir sama dengan tipe III, dihasilkan dari interaksi yang rendah antar adsoben dengan adsorbat.
- Tipe VI menunjukkan adanya interaksi antara adsorbat dengan permukaan yang homogen berinteraksi dengan adsorben seperti argon dan metan.

Adapun faktor-faktor yang mempengaruhi daya adsorpsi suatu adsorben menurut Treybal (1980) adalah sebagai berikut:

1. Jenis Adsorbat

a. Ukuran molekul adsorbat adalah hal penting harus diperhatikan sehingga proses adsorpsi berjalan dengan baik. Ukuran molekul adsorbat berpengaruh terhadap ukuran pori dari adsorben yang digunakan. Molekul adsorbat yang dapat diadsorpsi adalah molekul yang memiliki diameter lebih kecil dari diameter pori adsorben.

b. Kepolaran zat, sifat kepolaran dari adsorbat dan adsorben berpengaruh terhadap proses adsorpsi. Seperti halnya karbon aktif yang mempunyai sifat adsorpsi lebih kuat terjadi pada molekul polar dibandingkan dengan molekul nonpolar pada kondisi diameter yang sama.

2. Karakteristik Adsorben

a. Kemurnian Adsorben yang digunakan untuk adsorpsi, maka adsorben dengan kemurnian tinggi memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik.

b. Luas permukaan dan volume pori adsorben, bertambahnya luas permukaan dan volume pori adsorben, jumlah molekul adsorbat yang teradsorpsi akan meningkat.

3. Temperatur, pada prinsip *Le Chatelier*, proses adsorpsi yang merupakan proses eksotermis dengan meningkatnya temperatur pada tekanan tetap akan mengurangi jumlah senyawa yang teradsorpsi.

4. Tekanan adsorbat, tekanan adsorbat akan mempengaruhi jumlah molekul adsorbat untuk setiap jenis adsorpsi berdasarkan pada interaksi molekular yang terjadi. Pada adsorpsi fisika, tekanan adsorbat meningkat sehingga mengakibatkan jumlah molekul adsorbat bertambah. Namun pada adsorpsi kimia, jumlah molekul adsorbat akan berkurang apabila tekanan adsorbat meningkat.

Hal-hal yang dapat diperhatikan dari kurva isoterm yaitu:

a. Kurva isoterm yang cenderung datar menunjukkan bahwa isoterm digunakan untuk penyerapan pada kapasitas konstan melebihi daerah kesetimbangan.

b. Kurva isoterm yang curam menunujukkan kapasitas adsorpsi meningkat seiring meningkatnya konsentrasi kesetimbangan.

Kinetika adsorpsi adalah laju adsorpsi suatu fluida oleh adsorben dalam jangka waktu tertentu. Kinetika adsorpsi dari suatu zat dapat ditentukan dengan

mengukur perubahan konsentrasi zat yang teradsorpsi dan menganalisis nilai k berupa intersep (untuk pseudo orde dua) dan k sebagai kemiringan (untuk orde satu semu) dan kemudian di plotting menjadi grafik persamaan linier (Rizki & Sanjaya, 2015).

Lagergren mengusulkan model adsorpsi kinetik pseudo-first-order (Uğurlu et al., 2007; Ho, 2004; Y.S. Ho & G.McKay, 1999) . Bentuk integral dari model ini adalah:

$$\log (q_e - q_t) = \log q_e - \frac{k_1 t}{2.303}$$
(3)

Adsorpsi juga dapat dijelaskan dengan model kinetik orde dua semu. Bentuk integral linier dari model ini adalah adalah :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t$$
(4)

3.9 Gas Sorption Analyzer (GSA)

Gas Sorption Analyzer (GSA) adalah instrument untuk menentukan luas permukaan suatu partikel dan penentuan distribusi ukuran pori partikel. Prinsip kerja GSA berdasarkan siklus adsorpsi dan desorpsi isotermis gas nitrogen oleh sampel serbuk pada suhu nitrogen cair. Setiap siklus menghasilkan variasi data tekanan proses dengan hukum gas ideal PV = nRT sebagai fungsi volume gas. Sejumlah volume gas nitrogen yang diketahui dimasukkan kedalam tabung sampel, sehingga sensor tekanan akan memberikan data tekanan proses yang bervariasi. Data volume gas yang dimasukkan telah diketahui jumlahnya dan data hasil perubahan tekanan dapat dihitung sebagai persamaan BET. Hasil analisa BET surface area memberikan informasi luasan permukaan spesifik dan volume porositas (Marsyahyo, 2009). Pengukuran fisik terhadap suatu material, meliputi luas permukaan, volume pori, jari-jari pori, distribusi pori, dan lain-lain yang bertujuan untuk karakterisasi suatu material. Syarat material untuk dapat dikarakterisasi dengan GSA adalah padatan berpori, seperti karbon aktif, pengemban katalis, material organik, zeolit, alumina, lumpur silika, keramik, semen, paper, serbuk logam, tulang, dan lain-lain (Agus, et al., 2012).

Prinsip kerja GSA berdasarkan mekanisme adsorpsi gas pada permukaan suatu bahan padat pada berbagai kondisi temperatur dan tekanan konstan (isoterm). Gas yang digunakan adalah helium untuk mikropori (< 20 Å), nitrogen untuk mesopori (20-500 Å), dan argon untuk makropori (> 500 Å). GSA hanya mengukur volume gas yang diserap oleh pori atau permukaan padatan pada kondisi isoterm tersebut. Volume gas yang diperoleh pada berbagai tekanan kemudian diplotkan pada grafik volume gas (v) vs tekanan relative (P/P₀). Data yang diperoleh dapat diolah menggunakan berbagai pilihan teori dan model perhitungan yang dikembangkan menjadi data luas permukaan, volume pori, dan jari-jari pori.

Dari hasil isoterm adsorpsi, dapat ditentukan luas permukaan spesifik, volume total, dan rerata jejari pori menggunakan metode BET yang dikembangkan oleh Brunauer, Emmett dan Teller untuk menjelaskan adsorpsi fisik molekul gas pada permukaan padatan (*solid*) atau distribusi pori dari padatan dan berfungsi sebagai dasar untuk suatu teknik analisis luas permukaan spesifik suatu material. Untuk menentukan luas permukaan pada pori menggunakan metode BET pada model adsorpsi secara multilayer. Luas permukaan total dapat diturunkan sebagai berikut:

$$S_A = \frac{W_m \times N \times C_{SA}}{M \ gas} \tag{5}$$

Dengan SA adalah luas permukaan total (satuan luas), N adalah bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ partikel/mol), Wm adalah berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer pada permukaan zat padat, CSA adalah *Cross section area* ($0,162 \times 10^{-18}$ m²) dan M gas adalah berat gas nitrogen (g/mol). Alat GSA terdiri dari dua bagian utama yaitu *Degasser* dan *Analyzer* dimana *Degasser* berfungsi memberikan perlakuan awal pada padatan sebelum dianalisis. Proses *degasser* dilakukan dengan dua cara yaitu kondisi flow dimana gas dialirkan dalam sampel sel sehingga mendesak zat-zat pengotor yang ada serta kondisi vakum, dengan mengurangi tekanan sehingga bahan-bahan pengotor yang ada terlepas. Proses *analyzer* dilakukan dengan mengalirkan gas nitrogen melalui *port* gas kedalam tabung sampel sesuai dengan tekanan tertentu yang sudah diatur.

Semakin tinggi tekanan, maka semakin banyak gas nitrogen yang akan diadsorpsi oleh padatan (Luebke, 2014). Selama proses *degassing* dan *analyzer* terjadi proses adsorpsi dan desorpsi pada sampel yang berpori. Proses adsorpsi yaitu gejala pengumpulan molekul-molekul suatu zat pada permukaan zat lain, akibat ketidakjenuhan.

3.10 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Fourier Transform Infrared Red (FTIR) melibatkan penyerapan radiasi elektromagnetik di wilayah inframerah spektrum yang menghasilkan perubahan energi getaran molekul, biasanya semua molekul akan mengalami getaran dalam bentuk peregangan, pembengkokan, dll., yang terserap energi akan digunakan untuk mengubah tingkat energi yang terkait dengannya. Merupakan alat yang tangguh dalam mengidentifikasi senyawa organik yang memiliki ikatan kimia polar (seperti OH, NH, CH, dll.) dengan pemisahan muatan yang baik (dipol kuat) (Sulistyani & Huda, 2018). FTIR awalnya dirancang sebagai spektrofotometer berkas ganda yang terdiri Sumber IR (bahan keramik panas merah), monokromator kisi, detektor termokopel, sel terbuat dari bahan natrium klorida atau kalium bromida, dll. Dalam proses ini cahaya disebarkan oleh monokromator. Teknik ini menggunakan satu berkas cahaya yang tidak tersebar dan memiliki komponen instrumen mirip dengan yang sebelumnya.

Dalam FTIR, sinar yang tidak terdispersi dilewatkan melalui sampel dan absorbansi panjang gelombang diterima di detektor secara bersamaan. Matematika terkomputerisasi manipulasi (dikenal sebagai "*Transformasi Fourier*") dilakukan pada data ini, untuk mendapatkan penyerapan data untuk setiap panjang gelombang. Untuk melakukan jenis interferensi perhitungan cahaya pola diperlukan dimana instrumentasi FTIR berisi dua cermin, satu cermin tetap dan satu dapat dipindahkan dengan pemecah berkas di antara mereka. Sebelum memindai sampel referensi atau pemindaian kosong diperlukan.

Daerah spektrum inframerah dibagi menjadi dua yaitu:

1. Daerah Frekuensi Gugus Fungsional

Terletak pada radiasi 4000-1500 cm⁻¹, daerah ini menunjukkan absorpsi yang timbul karena adanya ikatan dan gugus fungsi. Puncak absorpsi dalam

daerah spektrum ini dengan mudah dikenal karena berasal dari gugus fungsional yang khas.

2. Daerah Sidik Jari (*Fingerprint*)

Terletak pada radiasi 1500-1000 cm⁻¹, pita-pita absorpsi pada daerah ini berhubungan dengan vibrasi molekul sehingga setiap atom dalam molekul saling mempengaruhi yang akan menghasilkan pita-pita absorpsi yang khas untuk setiap model dan spesifik untuk setiap senyawa organik.



Gambar 3.13 Skema FTIR

Mekanisme pada FTIR yaitu sinar datang dari sumber sinar yang kemudian diteruskan ke interferometer menyebabkan fluktuasi sinar yang sampai pada detektor menghasilkan sinyal pada detektor yang terdapat pada interferometer, yang berfungsi sebagai pengatur intensitas sumber sinar inframerah dengan mengubah dari posisi cermin pemantul yang memantulkan sinar dari sumber sinar ke sampel. Sinar memasuki kompartemen sampel, kemudian diteruskan melalui cermin dari permukaan sampel. Sinar akan lolos ke detektor untuk pengukuran akhir. Detektor yang digunakan dirancang khusus untuk mengukur sinar interfrogram. Sinyal yang diukur secara digital dan dikirim ke komputer untuk diolah menjadi hasil spektrum. Prinsip kerja FTIR menggunakan sistem optik dengan laser berfungsi sebagai sumber radiasi, kemudian diinterferensikan oleh radiasi inframerah sehingga sinyal radiasi yang diterima oleh detektor memiliki kualitas yang baik dan bersifat utuh. Inframerah yang melewati celah ke sampel, berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel. Sebagian inframerah akan diserap oleh sampel dan sebagian lain ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar inframerah lolos ke detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer (Thermo, 2001).

Ikatan	Tipe Senyawa	Daerah
		Frekuensi (cm ⁻¹)
C - H	Alkana	2850 - 2970
		1340 - 1470
C - H	Alkena	3010 - 3095
		675 - 995
C - H	Alkuna	3300
C - H	Cincin aromatik	3010 - 3100
		690 - 900
	Fenol, monomer alkohol, alkohol	3590 - 3650
O - H	ikatan hidrogen	3200 - 3600
	Monomer asam karboksilat, Ikatan	3500 - 3650
	hidrogen asam karboksilat	2500 - 2700
N - H	Amina, amida	3300 - 3500
$\mathbf{C} = \mathbf{C}$	Alkena	1610 - 1680
$\mathbf{C} = \mathbf{C}$	Cincin aromatik	1500 - 1600
$\mathbf{C} \equiv \mathbf{C}$	Alkuna	2100 - 2260
$\mathbf{C} - \mathbf{N}$	Amina, Amida	1180 - 1360
$\mathbf{C} \equiv \mathbf{N}$	Nitril	2210 - 2280
C - O	Alkohol, Eter, Asam karboksilat,	1050 - 1300
	Ester	
$\mathbf{C} = \mathbf{O}$	Aldehid, Keton, Asam karboksilat,	1690 - 1760
	Ester	
NO_2	Senyawa nitro	1500 - 1570
	·	1300 - 1370

Tabel 3.1 Spektra inframerah

Sumber : Skoog, 1998.

3.11 X-Ray Diffraction (XRD)

Dalam teknik dipelajari ini sinar-X primer dibuat untuk jatuh ke bahan sampel. Karena sifat gelombangnya, seperti gelombang cahaya, ia terdifraksi ke sudut tertentu. Sudut difraksi ini, yang berbeda dari balok datang, akan menghasilkan informasi mengenai sifat kristal zat. Panjang gelombang sinar-X bisa divariasikan untuk aplikasi dengan menggunakan pelat kisi. Difraksi sinar-X adalah alat yang baik untuk mempelajari sifat kristal zat. Dalam kristal, ion atau molekul tersusun dalam posisi yang jelas di bidang dalam tiga dimensi. Sinar-X yang menimpa dipantulkan oleh setiap bidang kristal. Sejak jarak antara atom dan karena itu bidang tidak bisa sama atau identik untuk dua bidang zat kimia, teknik ini memberikan informasi penting mengenai pengaturan atom dan jarak antar atom serta untuk mengetahui komposisi kimianya zat kristal. Sampel yang diteliti dapat berupa lapisan kristal tipis atau dalam bentuk bubuk. Karena, kekuatan balok yang terdifraksi bergantung pada kuantitas zat kristal yang sesuai, juga memungkinkan untuk melakukan penentuan kuantitatif.

Sinar-X yang merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5-2,5 Å (0,05-2,5 nm) akan mendekati jarak antar atom kristal (Hansen & Chan, 1992). XRD digunakan dalam penentuan sistem kristal, parameter kisi, derajat kristalinitas dan fasa yang terdapat dalam sampel, selain itu XRD dapat memberikan informasi secara kuantitatif maupun kualitatif tentang komposisi fasa-fasa (Bunaciu et al., 2015). Prinsip dari XRD yaitu difraksi gelombang sinar-X yang mengalami *scattering* setelah terjadi tumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merupakan representasi dari struktur kristal, identifikasi kristalin. Berkas sinar-X dengan panjang gelombang yang diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut datang (θ), maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang atom kristal dan menghasilkan puncak-puncak yang disebut dengan difraksi dan diamati dengan difraktor (Hafner, 2007).

Berkas sinar yang dihamburkan oleh atom, apabila sefasa akan terjadi interferensi yang saling menguatkan (interferensi konstruktif), namun bila tidak sefasa akan saling meniadakan. Prinsip difraksi pada sinar-X yaitu terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Jika sinar-X dengan panjang gelombang diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut tertentu, maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bilangan atom kristal dan menghasilkan puncak difraksi.

Hubungan jarak antar bidang dalam kristal dengan sudut difraksi di dalam kristal menurut Bragg adalah sebagai berikut:

$n\lambda = 2d \sin \theta$

(6)

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X, d adalah jarak antar bidang, dan θ adalah sudut difraksi. Dikenal sebagai hukum Bragg yang hasilnya digunakan untuk menentukan parameter sel yang akurat dan tipe struktural kristal. Metode untuk menganalisa struktur kristal adalah metode *Scherrer*. Ukuran kristalin yang ditentukan berdasakan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Jika satu partikel mengandung sejumlah kristalit yang kecil, maka metode *Scherrer* dapat memberikan informasi ukuran kristalit tersebut. Untuk partikel dengan ukuran nanometer yang hanya mengandung satu kristalit. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang dapat diprediksi menggunakan metode *Scherrer* juga merupakan ukuran partikel (Ingham & Toney, 2013). Bidang kristal semakin banyak yang terdapat dalam sampel, mengakibatkan semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Puncak yang muncul pada pola XRD memiliki satu bidang kristal yang memiliki orientasi sesuai pada sumbu tiga dimensi. Puncak yang didapat dari data pengukuran dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk semua jenis material yang disebut dengan JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standar*).

3.12 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang berfungsi untuk mengetahui permukaan morfologi suatu sampel uji mikro dari suatu material. Pemindaian yang dilakukan menggunakan SEM menggunakan pancaran tinggi elektron (Rajarathnam, 2006), elektron yang berinteraksi dengan atom membentuk sampel menghasilkan sinyal berisi informasi tentang sampel dari permukaan (topografi), komposisi dan sifat lainnya seperti daya konduksi listrik. Hasil karakterisasi SEM berupa pencitraan topografi material yang memiliki perbedaan bentuk dan warna. Scanning Electron Microscope (SEM) dengan mikroskop optik dapat digunakan untuk mempelajari tekstur, topografi dan sifat permukaan bubuk atau padatan karena ketajaman fokus dari alat SEM yang menghasilkan gambar dengan kualitas tiga dimensi yang pasti (Zainul, 2021).

Prinsip kerja dari SEM yaitu dengan sampel ditembak dengan sinar elektron berenergi tinggi yang berasal dari elektron gun, biasanya dengan energi 1-20 keV, secara kontinu yang dipercepat di dalam kumparan elektromagnetik yang dihubungkan dengan tabung sinar katoda. Deteksi elektron yang dihamburkan oleh sampel memberikan informasi mengenai keadaan permukaan suatu sampel senyawa. Sinar elektron yang ditembakkan melewati sampel kemudian mendeteksi "secondary electron" dan backscattered electron yang dikeluarkan. Secondary electron berasal dari 5-15 nm dari permukaan sampel memberikan informasi berupa topografi dan tingkat yang kurang pada variasi unsur dalam sampel. *Backscattered electron* yang terlepas dari daerah sampel yang lebih dalam menghasilkan informasi terutama pada jumlah atom rata-rata dari sampel. *Backscattered electron* dari sampel dideteksi dan dikuatkan oleh tabung multiplier untuk ditransmisikan ke *scanner* lalu ke TV, sehingga bentuk dan ukuran sampel terlihat dalam bentuk sinaran (*imaging beam*). SEM sendiri tidak dapat menganalisis kandungan unsur total yang terdapat pada suatu material. Untuk itu SEM pasti dilengkapi dengan alat khusus untuk melihat kandungan unsur pada suatu material yaitu *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui komposisi elemen-elemen pada sampel yang dianalisis. Detektor dalam SEM berguna untuk mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas. Lokasi permukaan benda yang ditembaki berkas kemudian di *scan* ke seluruh area pengamatan.



Gambar 3.14 Skema SEM (Agus, et al., 2012)

Pada permukaan spesimen dapat dilakukan dengan menganalisis komposisi unsur dengan menangkap dan mengolah sinyal dari fluoresensi sinar-X yang dikeluarkan oleh suatu volume kecil dari permukaan spesimen. Teknik yang dipakai adalah *Energy Dispersive X Ray* (EDX atau EDS) yang menghasilkan kandungan unsur secara kualitatif maupun kuantitatif pada suatu daerah kecil dari permukaan spesimen. SEM yang dilengkapi dengan EDX dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang dimiliki oleh fasa yang terlihat pada suatu

gambar mikrostruktur serta menginformasikan jumlah/proporsi dari tiap-tiap jenis mineral atau unsur yang diperoleh tersebut.

3.13 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Semua bahan pasti mempunyai momen magnetik jika ditempatkan pada suatu medan magnetik dengan momen magnetik per satuan volume yang disebut sebagai magnetisasi. Terdapat dua metoda yang dapat digunakan untuk mengukur besar magnetisasi, yaitu metoda induksi (induction method) dengan magnetisasi diukur dari sinyal yang ditimbulkan/diinduksikan oleh cuplikan yang bergetar dalam lingkungan medan magnet pada sepasang kumparan dan metoda gaya (force method) yang dilakukan pada besarnya gaya yang ditimbulkan pada cuplikan yang ada dalam gradien medan magnet. Vibrating Sample Magnetometer (VSM) merupakan alat ukur magnetisasi yang didasarkan pada metoda induksi dengan cara cuplikan yang akan diukur magnetisasinya dipasang pada ujung bawah batang kaku yang bergetar secara vertikal dalam lingkungan medan magnet luar H. Jika cuplikan termagnetisasi, secara permanen maupun sebagai respon adanya medan magnet luar, maka getaran tersebut mengakibatkan perubahan garis gaya magnetik yang akan menginduksikan/menimbulkan sinyal tegangan AC pada kumparan pengambil (*pick-up coil atau sense coil*) yang ditempatkan secara tepat dalam sistem medan magnet (Ibrahim, 2019). Berdasarkan hukum Biot-Savart untuk sistem medan dipol, tegangan induksi dituliskan sebagai berikut:

 $V\infty$ Afm G(x,y,z)

(7)

dengan

A : amplitudo getaran cuplikan,

f : frekuensi getaran cuplikan,

m : momen magnetik,

G(x,y;z) : fungsi sensitivitas, yang menunjukkan adanya kebergantungan sinyal pada posisi cuplikan dalam sistem kumparan.



Gambar 3.15 Skema VSM (Ibrahim, 2019)

Sinyal AC akan terbaca oleh *pre-amp* dan *lock-in amplifier*. Frekuensi dari *lock-in amplifier* diset sama dengan frekuensi getaran sinyal referensi dari pengontrol getaran cuplikan yang akan membaca sinyal tegangan dari kumparan yang sefasa dengan sinyal referensi. Kumparan pengambil dirangkai secara berpasangan dengan kondisi arah lilitan yang berlawanan untuk menghindari terbacanya sinyal yang berasal dari selain cuplikan. Dalam proses pengukuran, medan magnet luar yang diberikan, suhu cuplikan, sudut dan interval waktu pengukuran divariasikan melalui komputer (Mujamilah et al., 2000).

3.14 Kurva Histeresis

Material magnetik secara umum dikelompokkan menjadi 2 jenis, yaitu magnet keras (*hard magnetic material*) dan magnet lunak (*soft magnetic material*). Magnet keras mempunyai sifat magnet yang permanen (tidak mudah dimagnetisasi), sedangkan magnet lunak mudah dimagnetisasi dan didemagnetisasi. Saat arus listrik dialirkan melalui suatu kumparan, akan menimbulkan medan magnet di sekitar kumparan tersebut. Jika arus tersebut dinaikkan maka medan magnet akan semakin meningkat sampai pada titik konstan, hal tersebut menunjukkan bahwa inti bahan feromagnetik telah mencapai titik jenuh dan rapat fluks maksimal.

Jika bahan magnetik dikenai medan magnet bolak-balik, polarisasi magnetiknya akan menelusuri loop yang disebut loop histeresis, yang bergantung pada keberadaan domain magnetik dalam material. Umumnya pada bahan yang tidak termagnetisasi, medan magnet selalu nol. Tetapi dengan meningkatkan gaya magnetisasi (H) dari nol, kerapatan fluks dalam material juga akan meningkat dari nol. Kerapatan fluks muncul hingga tidak ada peningkatan lebih lanjut, titik ini dikenal sebagai saturasi magnetik. Ketika gaya magnetisasi berkurang menjadi nol, kerapatan fluks tidak mengendur kembali ke magnetisasi nol. Jumlah magnetisme yang diperoleh dari gaya magnetisasi (H) yang diterapkan dalam kurva histeresis ini dikenal sebagai magnet sisa. Peningkatan lebih lanjut dalam gaya magnetisasi (H) akan menyebabkan kejenuhan material dalam arah yang berlawanan (Ibrahim, 2019). Ketika arus diputus, fluks magnet tidak akan hilang sepenuhnya. Hal tersebut disebabkan oleh inti bahan ferromagnetik yang masih mempertahankan sifat kemagnetannya yang biasa disebut juga dengan *retentivity*, sedangkan jumlah fluks magnetik mencapai titik maksimal (titik jenuh) dan arus listrik diturunkan, menyebabkan terjadinya pelebaran nilai H (*coersive force*) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.16



Gambar 3.16 (a) Kurva histerisis, kurva histerisis material *soft magnetic* dan(b) *hard magnetic* ("electronicstutorials.ws", 2011)

Material yang tergolong sebagai *hard magnetic* mempunyai retentivity yang tinggi, dan material *soft magnetic* mempunyai retentivity yang rendah.

Gambar 3.16 menunjukkan perbedaan kurva histerisis material *soft magnetic* dengan material *hard magnetic*.

3.15 Spektrofotometer Uv-Visible

Instrumen UV-Vis melibatkan penyerapan radiasi elektromagnetik oleh zat di daerah ultraviolet dan daerah spektrum yang terlihat. Ini akan mengakibatkan perubahan elektronik struktur ion dan molekul melalui eksitasi elektron terikat dan tidak terikat. Terdiri dari sumber cahaya ganda yaitu, lampu tungsten untuk jarak terlihat dan lampu deuterium untuk daerah ultraviolet, kisi monokromator, detektor foto, cermin dan kaca atau sel kuarsa (Rajarathnam, 2006). Teknik yang paling banyak digunakan untuk analisis molekuler kuantitatif, untuk hukum Lambert-Beer ini diterapkan. UV-Vis juga digunakan bersama dengan teknik lain seperti NMR, IR, dll., dalam identifikasi dan analisis struktur senyawa organik. Untuk analisis kualitatif memberikan informasi berharga melalui spektrum penyerapan yang unik untuk senyawa tertentu.



Gambar 3.17 Skema spektrofotometer UV-Vis (Sirodjudin ,2015)

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis yaitu cahaya yang berasal dari dari sumber sinar (lampu deuterium maupun wolfram) yang bersifat polikromatis akan diteruskan melalui lensa menuju monokromator yang mengubah cahaya polikromatis menjadi monokromatis. Banyaknya cahaya yang diteruskan maupun diserap oleh sampel di dalam kuvet akan dibaca oleh detektor. Detektor akan menghitung cahaya yang diterima dan diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap akan diteruskan ke layar untuk dibaca sebagai hasil pengukuran. Hasil pengukuran sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel (Sirodjudin ,2015).

III.2 HIPOTESIS PENELITIAN

Berdasarkan hal-hal tersebut di atas, hipotesis penelitian dapat dirumuskan sebagai berikut:

- Nanokomposit Fe₃O₄/KA mempunyai sifat superparamagnetik dengan uji karakteristik menggunakan VSM.
- b. Nanokomposit Fe₃O₄/KA dapat digunakan sebagai adsorben anion fosfat, fluorida, nitrat, dan nitrit dalam air.
- c. Adsorpsi maksimum pada anion terjadi pada pH asam, waktu yang relatif cepat, dan konsentrasi anion rendah.
- d. Proses adsorpsi anion fosfat, fluorida, nitrat, dan nitrit dalam air dengan nanokomposit Fe₃O₄/KA sesuai dengan isoterm Langmuir dengan Pseudo orde dua.



BAB IV METODOLOGI PENELITIAN

IV.1 BAHAN DAN ALAT

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tempurung kelapa sawit, FeCl₃.6H₂O, FeCl₂.4H₂O, NaOH, etanol, Sodium-2 (parasulfophenylazo)dihydroxy-3,6-napthalene disulfonate (SPANDS), N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NEDA), Sulfanilamida, HCl, asam askorbat, Ammonium Molibdat, Kalium Antimonil Tartrat, H₂SO₄, KOH, gas N₂, HNO₃, *Standard References Materials* (SRM) 1000 mg/L Nitrat, Nitrit, Fosfat and Fluorida, semua merupakan reagen *pro analyst* dari Merck.

Alat yang digunakan adalah alat *hotplate stirrer* (Lab Companion), neraca analitik, furnace (Wisetherm), oven (Memmert), *X-Ray Diffraction* (XRD) (Bruker D2 Phaset Gen), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (Perkin Elmer Spectrum Version 10.5.1), *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *Gas Surface Analyzer* (GSA) (NOVA-Quantachrome), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) (Tipe Oxford VSM1.2H), UV-Vis (Thermo Scientific) serta proses hidrothermal dengan grafit furnace (Nabertherm).

IV.2 PROSEDUR KERJA

4.2.1 Pembuatan Karbon Aktif

Sampel limbah tempurung kelapa sawit dicuci dengan aquabides hingga tiga (3) kali, dikeringkan dalam oven selama 24 jam, kemudian dihaluskan dengan ukuran 100 mesh. Sampel diimpregnasi dengan larutan 50% KOH pada suhu 85 °C selama 48 jam. Setelah dingin dicuci dengan aquabides untuk mengurangi sifat basa dan dimasukkan dalam reaktor kemudian dipirolisis dalam furnace pada suhu 800 °C selama 3 jam dalam atmosfer N₂. Didinginkan dan dicuci dengan HNO₃ 2 M selama 4 jam pada suhu 70 °C dan dibiarkan semalam, kemudian dicuci hingga pH netral dan dikeringkan pada suhu 110 °C selama 3 jam. Karbon aktif yang diperoleh dikarakterisasi dengan GSA, FTIR, XRD dan SEM-EDX.

4.2.2 Sintesis Fe₃O₄

Sebanyak 0,1 mol (27,033 gr) FeCl₃.6H₂O dan 0,05 mol (9,9415 gr) FeCl₂.4H₂O ditambahkan aquabides hingga volume 50 mL, dengan perlahanlahan ditambah 3 M NaOH hingga pH 11 sambil diaduk dengan stirrer dengan suhu dipertahankan pada 50 °C. Endapan disaring dan dicuci dengan etanol, kemudian dipanaskan pada suhu 105 °C selama 4 jam. Hasil dikarakterisasi dengan FTIR.

4.2.3 Sintesis Fe₃O₄/ KA

Sebanyak 15 gr karbon aktif dan 15 gr Fe₃O₄, dimasukkan ke dalam gelas beaker dan diaduk hingga homogen. Setelah homogen, dimasukkan ke dalam gelas pyrex dan ditambahkan aquabides hingga terendam. Gelas pyrex yang berisi campuran tersebut dimasukkan ke dalam wadah reaktor, dipanaskan dengan furnace pada suhu 450 °C selama 3 jam, hasilnya dikarakterisasi dengan GSA, FTIR, XRD dan VSM dan SEM-EDX.

4.2.4 Proses Adsorpsi Nitrat

Sebanyak 0,1 gr Fe₃O₄/KA dimasukkan ke dalam 60 mL larutan yang mengandung nitrat dengan konsentrasi masing-masing 10 mg/L. Dilakukan uji adsorpsi dengan variasi pH 2, 4, 7, 9, dan 10, variasi waktu 15, 45, 60, 90, dan 120 serta variasi konsentrasi nitrat 5, 10, 15, 20, dan 30 ppm pada pH dan waktu optimum yang telah diperoleh. Filtrat yang telah dilakukan uji adsorpsi dianalisis dengan Uv-Vis sesuai APHA 2017 4500-NO₃- B untuk uji nitrat.

4.2.5 Proses Adsorpsi Nitrit

Sebanyak 0,1 gr Fe₃O₄/KA dimasukkan ke dalam 60 mL larutan yang mengandung nitrit dengan konsentrasi masing-masing 10 mg/L. Dilakukan uji adsorpsi dengan variasi pH 2, 4, 7, 9, dan 10, variasi waktu 15, 45, 60, 90, dan 120 serta variasi konsentrasi nitrit 5, 10, 15, 20, dan 30 ppm pada pH dan waktu optimum yang telah diperoleh. Filtrat yang telah dilakukan uji adsorpsi dianalisis dengan Uv-Vis sesuai SNI No. 06-6989.9-2004 untuk uji nitrit.

4.2.6 Proses Adsorpsi Fosfat

Sebanyak 0,1 gr Fe₃O₄/KA dimasukkan ke dalam 60 mL larutan yang mengandung fosfat dengan konsentrasi masing-masing 10 mg/L. Dilakukan uji adsorpsi dengan variasi pH 2, 4, 7, 9, dan 10, variasi waktu 15, 45, 60, 90, dan 120 serta variasi konsentrasi fosfat 5, 10, 15, 20, dan 30 ppm pada pH dan waktu optimum yang telah diperoleh. Filtrat yang telah dilakukan uji adsorpsi dianalisis dengan Uv-Vis sesuai SNI No. 06-6989.31-2005 untuk uji fosfat.

4.2.7 Proses Adsorpsi Fluorida

Sebanyak 0,1 gr Fe₃O₄/KA dimasukkan ke dalam 60 mL larutan yang mengandung fluorida dengan konsentrasi masing-masing 10 mg/L. Dilakukan uji adsorpsi dengan variasi pH 2, 4, 7, 9, dan 10, variasi waktu 15, 45, 60, 90, dan 120 serta variasi konsentrasi fluorida 5, 10, 15, 20, dan 30 ppm pada pH dan waktu optimum yang telah diperoleh. Filtrat yang telah dilakukan uji adsorpsi dianalisis dengan Uv-Vis sesuai SNI No. 06-6989.29-2005 untuk uji fluorida.



BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dibahas tentang pembuatan nanokomposit Fe₃O₄/KA dengan karakterisasi serta aplikasinya sebagai adsorben anion anorganik nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida dalam air. Sintesis nanokomposit Fe₃O₄/KA dilakukan dengan metode hidrotermal yang mempunyai keunggulan yaitu lebih aman untuk lingkungan, mudah diaplikasikan dan biaya sintesis lebih murah. Untuk pembuatan karbon aktif digunakan KOH yang bersifat sebagai katalis yang mendorong reaksi oksidasi biomassa pada proses karbonasi juga sebagai aktivator dan menghambat pembentukan tar. Karakterisasi material dilakukan dengan beberapa instrumen, yaitu XRD, SEM, GSA dan VSM. Hasil dari sintesis Fe₃O₄/KA pada penelitian ini diaplikasikan sebagai adsorben anion yang diukur konsentrasinya sebelum dan setelah proses adsorpsi dengan spektrofotometer UV-Vis double beam.

5.1 Pembuatan Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa Sawit

Karbon aktif merupakan senyawa *amorf* dapat dibuat dari material yang banyak mengandung karbon dengan perlakuan khusus untuk mendapatkan daya adsorpsi tinggi. Pada penelitian ini, karbon aktif berasal dari tempurung kelapa sawit yang diaktivasi secara fisika dan kimia. Metode aktivasi secara fisika yang dilakukan dengan menggunakan gas N₂ sedangkan aktivasi secara kimia dilakukan dengan penambahan KOH. Proses aktivasi kimia dengan menggunakan agen aktivasi KOH yang berfungsi menginhibisi pembentukan tar, serta mendorong terjadinya aromatisasi sehingga menghasilkan produk karbon aktif yang berpori. Rasio KOH terhadap biomassa dan temperatur karbonisasi merupakan variabel yang berpengaruh terhadap luas permukaan karbon aktif yang diperoleh, sementara waktu karbonisasi cenderung tidak berpengaruh. KOH juga bersifat sebagai katalis yang mendorong reaksi oksidasi biomassa pada proses karbonisasi.

Tempurung kelapa sawit (TKS) yang telah dikeringkan di bawah sinar matahari untuk menghilangkan kandungan air yang terikat dalam TKS kemudian dicuci, dikeringkan dalam oven selama 24 jam, dihaluskan dengan ukuran 100 mesh. Sampel diimpregnasi dengan larutan 50% KOH pada suhu 85 °C selama 48 jam untuk menghilangkan kadar lignin yang terkandung dalam TKS dan untuk membuka pori sehingga akan memperbesar luas permukaan dan daya serap karbon menjadi semakin baik.



Gambar 5.1 Reaksi lignoselulosa dengan larutan KOH (Veptiyan et al., 2019)

Setelah dingin kemudian dicuci untuk mengurangi sifat basa dan dimasukkan dalam reaktor kemudian dipirolisis dalam furnace pada suhu 800 °C selama 3 jam dalam atmosfer N₂.



Gambar 5.2 Pelepasan ikatan KOH dari rantai selulosa

Aktivasi dengan menggunakan gas N₂ mampu mengembangkan struktur rongga pada karbon sehingga akan memperluas permukaannya dan menghilangkan konstituen yang mudah menguap serta membuang produksi tar maupun hidrokarbon pengotor yang terdapat pada karbon, sehingga memperbesar pori-pori permukaan karbon (Lan et al., 2019; Lubis et al., 2020). Didinginkan dan dicuci dengan HNO₃ 2 M selama 4 jam pada suhu 70 °C, kemudian dibiarkan semalam untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik dan pengotor yang menempel pada pori-pori karbon aktif, kemudian dicuci hingga pH netral dan di furnace pada suhu 110 °C selama 3 jam untuk menghilangkan kadar air pada karbon aktif.

Berat karbon aktif yang diperoleh, dapat dihitung dengan :

$$\% berat = \frac{(Wo - We)}{Wo} \times 100\%$$
(8)

dimana Wo = berat awal = 250 gr

We = berat akhir = 170 gr

Diperoleh % berat = $\frac{(250-170)}{250}$ x 100% = 32 %

Proses aktivasi pada suhu tinggi menyebabkan kandungan karbon terikat, dan jauh lebih besar dibandingkan dengan bahan bakunya berupa arang hidro dari tempurung sawit yang dihasilkan melalui proses karbonisasi hidrotermal dengan suhu rendah. Hal ini terjadi karena terjadi penguraian bahan organik yang meninggalkan lebih banyak unsur karbon. Selain itu, juga terbentuk pori berukuran mesopori ataupun makropori. Berkurangnya berat akhir dari berat awal, disebabkan oleh terjadinya pemutusan rantai karbon dari cangkang kelapa sawit juga kandungan air yang ada di dalamnya selama proses aktivasi, sehingga membentuk pori yang membuat berat karbon aktif lebih ringan.

5.2 Pembuatan Nanokomposit Fe₃O₄/KA dengan Metode Hidrotermal

Nanokomposit merupakan kombinasi antara 2 atau lebih material yang berbeda bentuk, komposisi kimia, yang tidak saling melarutkan satu sama lain (sebagai penguat dan lainnya sebagai pengikat untuk menjaga kesatuan unsurunsurnya) dan terdiri dari dua buah penyusun yaitu *filler* sebagai bahan pengisi yang digunakan dalam pembuatan nanokomposit berupa serat atau serbuk dan matriks sebagai bahan pengikat karbon menjadi satu struktur nanokomposit. Pada nanokomposit ini menggunakan Fe₃O₄ sebagai *filler* dan karbon aktif sebagai matriks. Nanokomposit *large particle* merupakan jenis nanokomposit yang memiliki *filler* logam maupun campuran logam oksida dengan matriks karbon aktif dibuat menggunakan metode hidrotermal yang merupakan proses pembentukan nanokomposit pada pemanasan pada suhu rendah dengan bertekanan tinggi secara basah yang dibantu dengan *wetting agent* (agen pembasah, seperti aquabides atau etanol) untuk mencampurkan material-material tersebut hingga berukuran kecil.

Fe₃O₄ disintesis dengan proses kopresipitasi dari FeCl₃.6H₂O dan FeCl₂.4H₂O yang dilarutkan ke dalam aquabides dengan perlahan-lahan ditambah 3 M NaOH untuk mempercepat pengendapan hingga pH 11 sambil diaduk dengan stirrer dengan panas dipertahankan pada suhu 50 °C. Endapan disaring dan dicuci dengan etanol, kemudian dipanaskan pada suhu 105 °C selama 4 jam dengan persamaan reaksi sebagai berikut:

 $2Fe^{3+} + Fe^{2+} + 8OH^{-} \rightarrow FeO.Fe_2O_{3(s)} + 4H_2O \rightarrow Fe_3O_{4(s)} + 4H_2O$

Ion Fe^{3+} akan segera diendapkan pada pH 3 pada peningkatan pH yang cepat dalam bentuk ferrihidrit yang sangat larut kemudian bereaksi dengan ion Fe^{2+} yang ada dalam larutan membentuk magnetit. Pembentukan endapan Fe_3O_4 terjadi dengan melibatkan proses pelarutan dan rekristalisasi, ion Fe^{2+} teradsorpsi ke dalam besi hidroksida kemudian terjadi penataan ulang struktural dengan adanya transfer elektron Fe^{2+} dan Fe^{3+} melalui tumpang tindih d-orbital.

Menurut Darminto dkk., (2011) ukuran partikel akan semakin menurun seiring dengan meningkatnya pH larutan yang disebabkan oleh beberapa faktor yaitu adanya pengaruh dari tegangan antar muka dan kekuatan ionik saat proses pelarutan dan rekristalisasi yang mengarah pada penurunan spesifik luas permukaan maupun peningkatan pertumbuhan partikel. Adanya ion berlebih dalam larutan menyebabkan pertumbuhan partikel yang lambat karena tegangan antar muka yang semakin menurun.

Proses pembuatan nanokomposit dilakukan dengan mencampurkan karbon aktif dengan Fe₃O₄ dengan metode hidrotermal. Tujuan impregnasi logam oksida Fe ke permukaan nanokomposit akan meningkatkan sisi aktif karbon. Pembuatan nanokomposit Fe₃O₄/KA dibuat dengan perbandingan komposisi 1 : 1 yang dimasukkan ke dalam wadah reaktor, kemudian ditambahkan aquabides hingga terendam, lalu dipanaskan dengan furnace pada suhu 450 °C selama 3 jam, dengan tujuan untuk mengikat logam oksida Fe pada karbon aktif sehingga dapat ternanokomposit dengan baik. Metode hidrotermal memiliki keunggulan, yaitu menghasilkan produk kristal yang homogen pada temperatur rendah, hemat energi, proses yang sederhana, bebas polusi karena dilakukan pada sistem tertutup, dan biaya yang cukup efisien. Air merupakan pelarut yang cocok melarutkan untuk senyawa ionik. Air (aquabides) dalam metode hidrotermal mampu melarutkan senyawa ionik pada tekanan dan suhu yang tinggi. Penggunaan air sangat efektif untuk mendapatkan oksida logam yang berbentuk powder atau bubuk yang bagus karena air berperan sebagai medium transmisi tekanan maupun sebagai pelarut untuk prekursor dalam metode hidrotermal.



Gambar 5.3 Nanokomposit Fe₃O₄/KA

5.3 Karakterisasi Nanokomposit Fe₃O₄/KA

5.3.1 Karakterisasi GSA

Karakterisasi dengan GSA adalah untuk mengetahui luas permukaan dari karbon aktif sehingga dapat diketahui kemampuan adsorpsi dari nanokomposit. Luas permukaan ditentukan dengan menggunakan metode *Barret Emmet Teller* (BET) yang dapat dilihat dari Gambar 5.4.





Gambar 5.4 (a) Hasil karakterisasi GSA karbon aktif dan (b) Fe₃O₄/KA

Gambar 5.4 menunjukkan data isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen untuk mengukur luas permukaan karbon aktif dan nanokomposit. Sebelum dianalisis, karbon aktif didegassing pada suhu 350 °C selama 8 jam. Proses adsorpsi fisik dilakukan dengan nitrogen murni sebagai adsorbat dan nitrogen cair sebagai pendingin. Penentuan luas permukaan dilakukan dengan data isoterm desorpsi adsorpsi. Luas permukaan yang diperoleh pada karbon aktif yaitu 175,902 m²/g dengan rata-rata ukuran pori 1,409 nm. Nanokomposit Fe₃O₄/KA diperoleh luas permukaan 134,666 m²/g dan rata-rata ukuran pori 1,2459 nm. Dengan penambahan oksida logam pada karbon aktif, menyebabkan luas pada area permukaan lebih kecil. Data isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen diperoleh dari berbagai tekanan relatif. Plot isoterm menunjukkan Tipe I dan IV yang menunjukkan adanya struktur mikro dan mesopori. Plot adsorpsi meningkat tajam pada tekanan relatif rendah dan cenderung mendatar pada tekanan relatif lebih tinggi yang terkait dengan struktur mikropori. Namun, plot desorpsi yang memiliki loop histeresis jelas menunjukkan multilayer dengan kondensasi kapiler yang menunjukkan adanya mesopori. Hasil ini menunjukkan bahwa material tersebut memiliki kombinasi struktur mikropori dan mesopori. Plot adsorpsi dan desorpsi menunjukkan bentuk ujung terbuka pada tekanan relatif rendah yang terjadi karena pembakaran yang tidak sempurna yang dapat menyebabkan dinding pori pecah atau penyusutan pori selama proses desorpsi.

Plot pada garis linier identik dengan plot grafik sampel adalah karakteristik dari bentuk padatan nonpori. Plot grafik horizontal terhadap plot garis linier merupakan ciri dari padatan mikropori, plot grafik vertikal terhadap plot garis linier adalah ciri dari padatan mesopori. Kombinasi plot horizontal dan vertikal menunjukkan ada 2 tipe pori dalam sampel yaitu mikro dan mesopori. Sehingga dapat dikatakan bahwa dalam karbon aktif dan nanokomposit terdapat pori ukuran meso dan mikro atau ukuran pori yang tidak seragam.

5.3.2 Karakterisasi FTIR

Karakterisasi dengan FTIR bersifat kualitatif untuk mengetahui gugus fungsi sehingga dapat membandingkan gugus fungsi yang terdapat pada karbon aktif dan nanokomposit Fe₃O₄/KA.



Gambar 5.5 Hasil karakterisasi FTIR (a) Fe₃O₄, (b) Fe₃O₄/KA dan (c) KA

Berdasarkan hasil karakterisasi, diperoleh spektrum gugus fungsi dalam karbon aktif, Fe₃O₄ dan nanokomposit Fe₃O₄/KA seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.5.

Tabel 5.1 Serapan IR pada material				
Ikatan	Panjang gelombang (cm ⁻¹)			
IKatan	Fe ₃ O ₄	Fe ₃ O ₄ /KA	KA	
О-Н	3395,36	3443,37	3436,98	
C-H		30 0 1 X -		
C-0	1335,55		1382,98	
	1062,55	DIC	1114,32	
C=C	1515,21	-	1627,51	
Fe-O	893,53	-	-	
	765,19	-	-	
	590,15	556,52	-	
		435,90		

Karakterisasi FTIR nanopartikel Fe₃O₄ dilakukan pada interval bilangan gelombang 500 cm⁻¹- 4000 cm⁻¹. Data berupa puncak serapan yang tajam pada bilangan gelombang tertentu yang dihasilkan dari getaran gugus fungsi tertentu. Pita lebar berpusat pada 3395,36 cm⁻¹ menunjukkan adanya peregangan dan pembengkokan O-H dari air. Pada bilangan gelombang 1062,55 cm⁻¹ dan 1335,55 cm⁻¹ menunjukkan adanya getaran C-O dengan kation logam, sedangkan pada 1515,21 cm⁻¹ teridentifikasi terjadinya getaran pada kelompok C=C (Malega et al., 2018). Getaran gugus fungsi Fe-O terjadi untuk absorpsi bilangan gelombang infra merah pada rentang 893,53 cm⁻¹, 765,19 cm⁻¹ dan 590,15 cm⁻¹.

Spektrum FTIR dari nanokomposit Fe₃O₄/KA pita lebar berpusat pada 3443,37 cm⁻¹ menunjukkan adanya peregangan dan pembengkokan O-H dari air dan serapan dalam spektrum inframerah pada frekuensi rendah di 556,52 cm⁻¹ dan 435,90 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya getaran gugus fungsi Fe-O (Hariani et al., 2018). Spektrum dari KA pita lebar berpusat pada 3436,98 cm⁻¹ menunjukkan adanya peregangan dan pembengkokan O-H dari air serta getaran pada kelompok C=C pada 1627,21 cm⁻¹ dan adanya peregangan C-O pada 1382,98 dan 1114,32 cm⁻¹.

Terjadi pergeseran puncak dari getaran gugus fungsi Fe-O pada Fe₃O₄ dengan rentang 893,53 cm⁻¹, 765,19 cm⁻¹ dan 590,15 cm⁻¹ dan Fe₃O₄/KA pada rentang 556,52 cm⁻¹ dan 435,90 cm⁻¹. Juga gugus fungsi yang berpusat pada 3395,36 cm⁻¹ (O-H), 1062,55 cm⁻¹ dan 1335,55 cm⁻¹ dari C-O dan 1515,21 cm⁻¹ (C=C), yang tidak muncul pada nanokomposit disebabkan adanya logam yang tersebar pada permukaan karbon aktif.

5.3.3 Karakterisasi XRD

Karakterisasi dengan difraktometer sinar-X untuk mengetahui jenis struktur dan kristalinitas dalam nanokomposit Fe₃O₄/KA, serta jenis material yang terkandung di dalamnya. Jenis material yang terkandung dalam nanokomposit dapat ditentukan dengan cara membandingkan nilai 2 θ yang muncul dalam difraktogram dengan data JCPDS (*Joint Crystal Powder Diffraction Standars*). Difraktogram hasil karakterisasi ditunjukkan pada Gambar 5.6.



Gambar 5.6 Hasil karakterisasi XRD (a) Fe₃O₄/KA dan (b) KA

Hasil karakterisasi XRD Hasil XRD dari KA, ditemukan puncak dengan difraksi yang luas dan tidak teratur dengan tidak adanya puncak yang tajam pada 28,24 °(002) dan 43,18 °(100) menunjukkan struktur *amorf* dari KA. Karakterisasi Fe₃O₄/KA dengan XRD menunjukkan pola karakteristik puncak pada 18,43° (111), 30,25 °(220), 31,81 °(221), 35,61 °(311), 43,22 °(400), 45,49 °(410), 57,13°(511), 62,67 °(222) dan 83,89 °(640) yang menunjukkan bahwa Fe₃O₄ mempunyai struktur spinel kubik sesuai dengan JCPDS Card No. 19-0629, seperti hasil dari penelitian Hariani et al., (2018) dan Esrafili et al., (2019). Dengan menggunakan persamaan *Scherrer* diperoleh ukuran rata-rata kristal Fe₃O₄/KA



Gambar 5.7 Struktur spinel kubik magnetik Fe₃O₄ (Friák et al., 2007)

Gambar 5.7a menunjukkan struktur spinel kubik yang berpusat dari muka magnetit. Gambar 5.7b menggambarkan perbesaran satu tetrahedron dan satu oktahedron yang berdekatan dengan berbagi atom oksigen. Bola besar yang diberi label Fe^{tet} dan Fe^{okt} mewakili atom besi pada sub kisi yang terkoordinasi secara tetrahedral dan oktahedral. Atom oksigen ditampilkan sebagai bola kecil. Kesimetrisan lebih rendah yang mengarah pada perbedaan antara sumbu O aksial dan atom O ekuator. Panah menunjukkan arah pergeseran atom oksigen dari posisi idealnya.

5.3.4 Karakterisasi SEM-EDX

Karbon aktif dan nanokomposit Fe₃O₄/KA dikarakterisasi dengan menggunakan SEM-EDX yang bertujuan untuk melihat struktur morfologi dari nanokomposit yang dihasilkan. Pencitraan SEM-EDX ditunjukkan pada Gambar 5.8.



Gambar 5.8a Hasil analisis SEM-EDX KA

Gambar 5.8a menunjukkan morfologi mikro SEM-EDX karbon aktif pada citra 5000x dengan ukuran sepanjang 10 μ m. Karbon aktif mempunyai persentase konsentrasi tertinggi adalah unsur C (69,33%) dan O (29,28%). Gambar 5.8b menunjukkan struktur mikro SEM-EDX nanokomposit Fe₃O₄/KA dengan ukuran sepanjang 10 μ m pada perbesaran 5000x, dapat dilihat bahwa Fe₃O₄ terembankan pada permukaan karbon aktif. Pada nanokomposit, unsur yang mempunyai konsentrasi paling tinggi adalah Fe (65,39%) dan O (21,73%), sedangkan unsur dari C turun menjadi 4,54%.



Gambar 5.8b Hasil analisis SEM-EDX dari Fe₃O₄/KA

Simbol	Nama	% Konsentrasi berat elemen KA	% Konsentrasi berat elemen Fe ₃ O _{4/} KA
С	Karbon	69,33	4,54
0	Oksigen	29,28	21,73
Ν	Nitrogen	0,91	-
Si	Silikon	0,26	0,43
Fe	Besi	0,11	65,39
Al	Aluminium	0,11	0,14
Cl	Klorin	-	5,42
Na	Natrium	A- 1 1	2,37
Тс	otal	100	100

Tabel 5.2 Komposisi elemen KA dan Fe₃O₄/KA

Komposisi dari KA dan Fe₃O₄/KA dapat dilihat pada Tabel 5.2 yang menunjukkan pada karbon aktif mengandung karbon dan oksigen yang tinggi dari ikatan selulosa dalam karbon. Dalam elemen karbon aktif terdapat logam Fe dan Al dalam jumlah kecil dari pengotor yang tidak hilang selama proses sintesis. Fe dalam jumlah besar pada permukaan nanokomposit Fe₃O₄/KA menunjukkan bahwa Fe telah terembankan pada karbon aktif. Adanya klorin dalam Fe₃O₄/KA diduga dari bahan kimia FeCl₃ dan FeCl₂ dalam pembuatan Fe₃O₄, dan natrium berasal dari penambahan natrium hidroksida yang digunakan untuk mempercepat proses pengendapan yang tidak hilang selama proses pencucian.

5.3.5 Analisis VSM

Besi (Fe) merupakan bahan ferromagnetik yang mempunyai resultan medan magnetis atomis besar dan sangat baik sebagai magnet permanen dengan adanya momen magnetik spin elektron. Bahan ferromagnetik memiliki banyak spin elektron yang tidak berpasangan dimana spin elektron yang tidak berpasangan ini akan memberikan medan magnetik, sehingga total medan magnetik yang dihasilkan oleh suatu atom lebih besar. Oleh karena itu, nanokomposit Fe₃O₄/KA dikarakterisasi dengan menggunakan VSM yang bertujuan untuk mengetahui nilai saturasi magnetik material, dengan hasil yang ditunjukkan pada Gambar 5.9.


Gambar 5.9 Hasil analisis VSM Fe₃O₄/KA

Bahan ferromagnetik menahan gaya magnet ketika medan magnet eksternal dihilangkan atau dikurangi. Efek ini adalah hasil dari interaksi kuat antara momen magnet atom-atomnya atau elektron dalam substansi magnetik yang menghasilkan momen magnet sejajar satu terhadap yang lain. Bahan ini jika diberi medan dari luar kemudian medan dikurangi hingga menjadi nol akan menunjukkan kurva histerisis. Bahan ferromagnetik terdiri atas atom-atom yang memiliki momen magnetik yang berdekatan dan saling berinteraksi, sehingga menghasilkan magnetisasi yang besar. Suatu respon khusus dari ferromagnetik ditemukan dalam kelompok bahan yang dikenal sebagai antiferromagnetik dimana momen magnetik tersusun sejajar tetapi dengan arah yang berlawanan sehingga tidak ada momen magnetik total pada saat medan magnetik luar dihilangkan dikenal sebagai ferrimagnetik yang mempunyai momen magnetik yang sejajar dan berlawanan arah tersebut mempunyai kekuatan yang tidak sama, Termasuk ke dalam kelompok ferrimagnetik adalah *Magnetite* dan *ferrites* (Tebriani, 2019).

Pengukuran magnetisasi Fe₃O₄/KA dilakukan pada suhu kamar dengan menggunakan VSM pada rentang medan 0 hingga 1 T. Gambar 5.9 menunjukkan data magnetisasi versus medan magnet dari Fe₃O₄/KA yang diperoleh nilai

magnetik saturasi (Ms) adalah 40 emu/g. Nanokomposit memiliki histeresis yang jelas pada suhu kamar dengan medan koersif sekitar 0,01 Tesla yang menunjukkan bahwa nanokomposit tersebut adalah magnet lunak karena untuk magnetisasi memerlukan energi yang sangat kecil, dengan nilai Hc dari yang mendekati 0 mengindikasikan bahwa nanokomposit mempunyai sifat superparamagnetik. Semakin tinggi nilai saturasi magnetik, menunjukkan semakin banyak gugus fungsi yang terdapat pada nanokomposit Fe_3O_4/KA dari Fe^{2+} ataupun Fe^{3+} .

5.4 Aplikasi Nanokomposit Fe₃O₄/KA

Aplikasi nanokomposit Fe₃O₄/KA dilakukan untuk mengetahui tingkat daya adsorpsi terhadap anion nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida berdasarkan pH optimum. waktu optimum dan konsentrasi optimum. Pemilihan optimum untuk variasi aplikasi, diperoleh dari nilai % adsorpsi tertinggi untuk setiap aplikasi nanokomposit dengan rumus yang digunakan untuk adalah sebagai berikut :

$$\% adsorpsi = \frac{(Co - Ce)}{Co} \times 100\%$$
(9)

Dengan :

Co = Konsentrasi awal larutan (mg/L)

Ce = Konsentrasi larutan pada kesetimbangan (mg/L)

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi anion dengan metode uji sesuai APHA 2017 4500-NO₃- B untuk nitrat, SNI No. 06-6989.9-2004 untuk nitrit, SNI No. 06-6989.31-2005 untuk fosfat dan SNI No. 06-6989.29-2005 untuk fluorida.



Gambar 5.10 Ilustrasi proses adsorpsi anion dengan Fe₃O₄/KA

Adanya efek sinergis dengan spin yang berasal dari Fe²⁺ dan Fe³⁺ dalam nanokompsit seperti yang dilaporkan oleh J. Liu et al., (2019), menunjukkan bahwa besi ada dalam koeksistensi kovalen dan trivalen. Proses adsorpsi dapat diinterpretasikan dengan kombinasi adsorben pada tingkat tiga dimensi yang memberikan karakteristik pada nanopartikel. Menunjukkan bahwa nanopartikel akan lebih menyebar di ruang tiga dimensi yang merupakan keunggulan sebagai adsorben dalam proses adsorpsi. Kombinasi nanokomposit ini memungkinkan gugus fungsi memberikan efsiensi yang baik dimana adsorben bermuatan positif diharapkan menunjukkan lebih banyak afinitas terhadap anion (Mohammadi et al., 2019). Penghapusan anion oleh nanokomposit dapat terjadi melalui beberapa proses simultan seperti elektrostatik adsorpsi (didorong oleh muatan permukaan partikel), pertukaran ion, dan pengendapan permukaan. Dalam sistem yang kompleks dengan kondisi pH asam atau basa, menjadi dasar mekanisme penghilangan yang berpengaruh sehingga mengubah kapasitas penghilangan anion secara keseluruhan (Bhattacharjee et al., 2020).

5.4.1 pH Optimum Aplikasi Nanokomposit Fe₃O₄/KA

Variasi pH dilakukan untuk mengetahui pengaruh ikatan kimia, kinerja logam oksida, daya adsorpsi dalam suasana asam atau basa terhadap nanokomposit Fe₃O₄/KA sebagai adsorben anion. Konsentrasi anion awal adalah 10 ppm dengan volume 60 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer ditambahkan adsorben 0,1 gr, waktu kontak 60 menit pada suhu kamar 25 ± 3 °C dan variasi pH yang digunakan yaitu 2, 4, 7, 9, dan 10 yang mewakili suasana asam, basa dan netral. Hasil pengaruh pH terhadap adsorpsi anion dapat dilihat pada Tabel 5.3 dan Gambar 5.11.

Nit	trat	N	itrit	Fost	fat	Flu	orida
рН	%ads	pH	%ads	pН	%ads	рН	%ads
2,12	30,55	2,21	29,07	2,19	59,94	1,97	52,59
3,89	50,80	4,19	40,18	4,26	57,63	4,08	54,20
6,81	47,33	6,87	28,01	7,14	51,95	7,12	46,97
9,11	20,94	8,79	11,04	9,11	50,27	9,21	42,75
10,24	19,52	9,91	9,85	10,23	48,63	10,11	38,85

Tabel 5.3 Efektivitas pH terhadap adsorpsi anion

Dapat dilihat dari tabel 5.3 bahwa kondisi maksimum adsorpsi anion secara umum dicapai pada kondisi asam. Adsorpsi maksimum nitrat dicapai pada pH 4 dengan penyerapan sebesar 50,80%, nitrit terjadi pada pH 4 dengan kapasitas adsorpsi 40,18%, kapasitas adsorpsi maksimum anion fosfat terjadi pada pH 2 sebesar 59,94% dan untuk fluorida terjadi pada pH 4 dengan penyerapan maksimum sebesar 54,20%. Berdasarkan variasi pH, diketahui bahwa fosfat mampu mencapai kapasitas adsorpsi paling tinggi diikuti oleh fluorida, nitrat dan yang paling rendah adalah nitrit ($PO_4^{3^-} > F^- > NO_3^- > NO_2^-$). Pada pH asam, jumlah H⁺ akan semakin meningkat dan proton-proton tersebut menginduksi muatan positif ke permukaan adsorben. Muatan dari anion nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida adalah negatif, gravitasi elektrostatik dihasilkan antara adsorben dan anion, sehingga adsorpsi anion oleh adsorben terjadi dalam lingkungan asam. Dalam lingkungan basa, muatan negatif (OH⁻) dari dekat permukaan adsorben yang menghasilkan tolakan elektrostatik antara anion menyebabkan efisiensi adsorpsi menurun.



Gambar 5.11 Efektivitas adsorpsi anion pada berbagai pH

Pengaruh pH anion terhadap kapasitas adsorpsi Fe₃O₄/KA dianalisis pada variasi pH 2, 4, 7, 9 dan 10. Kondisi percobaan diatur pada suhu kamar ± 3 °C, konsentrasi (10 mg/L), volume (60 mL) dengan waktu kontak (60 menit). Gambar 5.11 menunjukkan plot adsorpsi anion pada Fe₃O₄ /KA yang dipengaruhi oleh pH larutan. Kapasitas adsorpsi anion optimum diperoleh pada kondisi asam. Kurva nitrat, nitrit dan fluorida meningkat pada pH awal larutan dari 2 menjadi 4 sebagai adsorpsi optimum dan kemudian terus menurun seiring peningkatan pH larutan menjadi 10. Namun, kurva fosfat menurun dari pH 2 menjadi 4 dan perlahan menurun hingga pH larutan 10. Dalam larutan asam, mekanisme adsorpsi anion ke Fe₃O₄/KA menunjukkan gaya tarik elektrostatik antara muatan positif Fe₃O₄ /KA dan anion dengan berkurangnya jumlah muatan positif adsorben.

5.4.2 Waktu Optimum Aplikasi Nanokomposit Fe₃O₄/KA

Variasi waktu dilakukan untuk mengetahui waktu optimum dan tingkat kejenuhan terhadap daya adsorpsi anion. Konsentrasi anion yang digunakan yaitu

10 ppm dengan volume 60 ml dimasukkan ke dalam erlenmeyer ditambahkan adsorben 0,1 gr pada suhu kamar 25 ± 3 °C dengan optimum pH masing-masing anion yaitu nitrat dengan pH 4, nitrit pada pH 4, fosfat pada pH 2 serta fluorida pada pH 4 dengan variasi waktu 15, 45, 60, 90 dan 120 menit. Hasil pengaruh waktu kontak diperlihatkan pada Tabel 5.4 dan Gambar 5.12 sebagai berikut :

Nit	rat	Nit	trit	Fost	fat	Flue	orida
waktu	%ads	waktu	%ads	waktu	%ads	waktu	%ads
15	28,44	15	20,18	15	37,61	15	37,67
45	36,39	45	32,45	45	39,75	45	47,25
60	41,35	60	44,50	60	58,54	60	54,09
90	51,74	90	38,96	90	59,14	90	48,97
120	40,50	120	37,58	120	51,68	120	37,02

Tabel 5.4 Efektivitas waktu terhadap adsorpsi anion

Tabel 5.4 menunjukkan bahwa diperoleh waktu maksimum yang berbeda pada anion. Adsorpsi maksimum nitrat dicapai pada menit ke 90 dengan penyerapan sebesar 51,74%, nitrit terjadi pada menit ke 60 dengan kapasitas adsorpsi 44,50%, kapasitas adsorpsi maksimum anion fosfat terjadi pada menit ke 90 sebesar 59,14% dan untuk fluorida terjadi pada menit ke 60 dengan penyerapan maksimum sebesar 54,09%. Dengan variasi waktu, diperoleh kapasitas adsorpsi tertinggi adalah fosfat, kemudian fluorida, nitrat dan nitrit ($PO_4^{3-} > F^- > NO_3^- >$ NO_2^-). Proses adsorpsi terjadi cukup cepat untuk nanokomposit dan anion dengan mencapai keseimbangan dalam waktu kurang dari 90 menit. Akumulasi anion di situs adsorpsi menyebabkan laju adsorpsi menurun dengan bartambahnya waktu kontak.



Gambar 5.12 Efektivitas adsorpsi anion pada berbagai waktu

Pengaruh waktu kontak terhadap penghilangan nitrat, nitrit, fosfat, dan fluorida pada Fe₃O₄/KA ditunjukkan pada Gambar 5.12. Plot adsorpsi pada Fe₃O₄/KA meningkat dengan bertambahnya waktu kontak dan akhirnya mencapai kesetimbangan adsorpsi nitrat pada 90 menit, nitrit pada 60 menit, fosfat pada 90 menit dan fluorida pada 60 menit. Plot cenderung mendatar atau sedikit menurun setelah tercapai kondisi kesetimbangan. Kondisi ini terjadi bahwa semakin lama waktu kontak, semakin banyak interaksi anion dan Fe₃O₄/KA akan menghasilkan gaya tarik menarik yang kuat di antara keduanya. Penurunan kapasitas adsorpsi setelah mencapai kesetimbangan dapat terjadi melalui proses tolakan akibat gaya tarik elektrostatik jenuh atau terisi penuhnya pori antara nanopartikel Fe₃O₄/KA dengan anion.

5.4.3 Konsentrasi Optimum Aplikasi Nanokomposit Fe3O4/KA

Variasi konsentrasi diketahui sebagai kapasitas maksimum maksimum nanokomposit Fe₃O₄/KA terhadap anion. Konsentrasi anion yang digunakan dengan variasi 5, 10, 15, 20 dan 30 ppm dengan volume 60 mL, dimasukkan ke

dalam erlenmeyer ditambahkan adsorben 0,1 gr pada suhu kamar 25 ± 3 °C dengan optimum pH dan waktu masing-masing anion yaitu nitrat dengan pH 4 selama 60 menit, nitrit pada pH 4 selama 60 menit, fosfat pada pH 2 selama 90 menit serta fluorida pada pH 4 selama 60 menit. Hasil pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi anion dapat dilihat pada Tabel 5.5 dan Gambar 5.12 sebagai berikut:

Nit	rat	Ni	trit	Fos	fat	Flue	orida
kons	%ads	kons	%ads	kons	%ads	kons	%ads
5,03	51,82	4,85	43,10	5,03	57,88	5,06	41,44
10,17	52,66	9,13	44,56	9,47	55,35	9,76	39,61
15,35	44,27	13,14	41,73	14,35	52,51	14,46	31,05
20,54	34,35	18,92	34,56	20,36	49,34	18,86	28,26
30,92	26,99	29,11	20,86	30,41	35,46	28,42	22,91

Tabel 5.5 Efektivitas konsentrasi anion terhadap adsorpsi

Tabel 5.5 menunjukkan hasil yang diperoleh untuk kapasitas adsorpsi maksimum pada konsentrasi berbeda tiap anion. Adsorpsi maksimum nitrat dicapai pada konsentrasi 10 mg/L sebesar 52,66%, pada nitrit dicapai pada konsentrasi di skitar 10 mg/L dengan kapasitas adsorspsi sebesar 44,56%, sedangkan fosfat pada konsentrasi 5 mg/L terjadi penyerapan maksimum sebesar 57,88% dan fluorida terjadi pada konsentrasi sekitar 5 mg/L dengan penyerapan maksimum sebesar 41,44%. Dapat diketahui kapasitas adsorpsi tertinggi dengan variasi konsentrasi adalah fosfat, diikuti oleh nitrat, nitrit dan fluorida (PO4³⁻ > NO3⁻ > NO2⁻ > F⁻). Pada variasi konsentrasi adsorpsi menurun karena kurangnya permukaan yang cukup. Kapasitas adsorpsi meningkat dengan meningkatnya konsentrasi awal, yang dapat dikaitkan dengan situs aktif yang lebih rendah.



Gambar 5.13 Efektivitas adsorpsi anion pada berbagai konsentrasi

Gambar 5.13 menunjukkan pengaruh penghilangan nitrat, nitrit, fosfat, dan fluorida ke Fe₃O₄/KA pada variasi konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 30 mg/L. Percobaan dilakukan pada suhu kamar 25 ± 3 °C menggunakan pH optimum dan waktu kontak masing-masing anion. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kecenderungan penghilangan anion ke Fe₃O₄/KA menurun seiring dengan peningkatan konsentrasi awal. Kapasitas adsorpsi tertinggi nitrat (52,66%) dan nitrit (44,56%) dicapai pada konsentrasi 10 mg/L. Selanjutnya kapasitas adsorpsi fosfat (57,88%) dan fluorida tertinggi (41,44%) diperoleh pada konsentrasi awal 5 mg/L. Hal tersebut terjadi karena bahwa peningkatan konsentrasi awal dapat mengurangi situs pertukaran antara anion dan nanokomposit. Situs aktivasi nanokomposit menjadi jenuh dan diikuti penurunan persentase penyisihan. Hasil tersebut menunjukkan bahwa Fe₃O₄/KA memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi terhadap anion.

5.5 Isoterm Adsorpsi Nanokomposit Fe₃O₄/KA

Isoterm adsorpsi digunakan untuk mengetahui mekanisme dari suatu adsorben dalam menyerap adsorbat Isoterm adsorpsi ditentukan dari variasi konsentrasi yang bertujuan untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi yang teradsorpsi terhadap variasi konsentrasi. Isoterm adsorpsi yang sering digunakan adalah isoterm Freundlich dan Langmuir.

Beberapa asumsi yang menjadi dasar dari terjadinya Isoterm Langmuir yaitu adsorpsi hanya terjadi pada lapisan tunggal (monolayer), panas adsorpsi tidak tergantung pada penutupan permukaan, semua situs dan permukaannya. Isoterm Langmuir didasarkan pada asumsi bahwa laju adsorpsi akan bergantung pada ukuran dan struktur molekul adsorbat, sifat pelarut dan porositas adsorben, tapak pada permukaan homogen dan adsorpsi terjadi monolayer. Permukaan adsorben terdapat sejumlah situs aktif yang sebanding dengan luas permukaan dimana setiap situs aktif hanya memiliki satu molekul yang dapat teradsorbsi dimana ikatan antara zat yang teradsorpsi dan adsorben dapat terjadi secara fisik atau kimiawi. Bagian penting dalam proses adsorpsi adalah sisi yang dimiliki adsorben pada permukaan, tetapi jumlah sisi akan berkurang jika permukaan tertutup meningkat (Sanjaya & Agustine, 2015). Persamaan isoterm Langmuir dapat ditulis sebagai berikut :

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{kl.\,q_m} \frac{1}{C_e} + \frac{1}{q_m} \tag{10}$$

Dengan :

qe = Banyaknya zat terlarut yang teradsorpsi (mg/g),

qm = Kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g),

 $k_1 = Konstanta Langmuir,$

Ce = Konsentrasi setimbang adsorbat dalam fase larutan (mg/L).

Isoterm Freundlich berdasarkan terbentuknya lapisan multilayer dari molekul-molekul adsorbat pada permukaan adsorben. Isoterm Freundlich menjelaskan bahwa proses adsorpsi pada permukaan bersifat heterogen, dimana tidak semua permukaan adsorben memiliki daya adsorpsi. Isoterm Freundlich menunjukkan bahwa lapisan adsorbat yang terbentuk pada permukaan adsorben bersifat multilayer sesuai dengan sifat fisik adsorpsi yaitu adsorpsi dapat terjadi pada banyak lapisan (*multilayer*) (Apriyanti et al., 2018). Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dapat ditulis sebagai berikut:

$$\log q_e = \log k_f + \frac{1}{n} \log C_e \tag{11}$$

Dengan :

qe = Banyaknya zat terlarut yang teradsorpsi (mg/g),

 k_f = Konstanta Freundlich,

n = Konstanta adsorben,

Ce = Konsentrasi setimbang adsorbat dalam fase larutan (mg/L).

Beberapa faktor yang berpengaruh terhadap daya serap adsorpsi menurut Keenan (1990). yaitu :

- Sifat serapan, dengan banyak senyawa yang dapat diadsorpsi oleh karbon aktif namun kemampuan untuk mengadsorpsi berbeda untuk masing-masing senyawa. Adsorpsi akan meningkat sesuai dengan meningkatnya luas permukaan juga dipengaruhi oleh gugus fungsi, ikatan rangkap dan struktur rantai dari senyawa serapan.
- pH (derajat keasaman), adsorpsi akan meningkat bila pH diturunkan, yaitu dengan penambahan asam-asam mineral karena dapat mengurangi ionisasi asam organik. Jika pH asam organik dinaikkan dengan penambahan alkali, adsorpsi akan berkurang akibat terbentuknya garam.
- 3. Waktu singgung, dalam proses pengadukan memberi kesempatan pada partikel karbon aktif untuk bersinggungan dengan senyawa serapan.

Nit	rat	Nit	trit	Fos	sfat	Fluo	orida
1/Ce	1/qe	1/Ce	1/qe	1/Ce	1/qe	1/Ce	1/qe
0,4126	0,6395	0,3625	0,7974	0,4721	0,5727	0,3378	0,7955
0,2078	0,3112	0,1977	0,4099	0,2366	0,3181	0,1696	0,4310
0,1169	0,2452	0,1307	0,3040	0,1468	0,2212	0,1003	0,3714
0,0742	0,2362	0,0807	0,2548	0,0970	0,1659	0,0739	0,3128
0,0443	0,1997	0,0434	0,2744	0,0509	0,1546	0,0456	0,2560

Tabel 5.6 Data perhitungan isoterm Langmuir

Tabel 5.6 dan Gambar 5.14 merupakan tabel dan grafik dari plot 1/Ce vs 1/qe sehingga diperoleh isoterm Langmuir dari adsorpsi anion oleh Fe₃O₄/KA Diperoleh regresi linier dari nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida adalah 0,9565; 0,9356; 0,9928 dan 0,9846.



Gambar 5.14 Grafik isoterm adsorpsi Langmuir

Nit	trat	Nit	trit	Fost	fat	Fluo	rida
log Ce	log qe						
0,3845	0,1942	0,4408	0,0983	0,3259	0,2420	0,4713	0,0993
0,6824	0,5069	0,7041	0,3873	0,6259	0,4974	0,7706	0,3655
0,9323	0,6105	0,8839	0,5171	0,8334	0,6552	0,9986	0,4302
1,1298	0,6266	1,0929	0,5937	1,0134	0,7801	1,1312	0,5047
1,3537	0,6997	1,3624	0,5616	1,2929	0,8109	1,3406	0,5917

Tabel 5.7 Data perhitungan isoterm Freundlich

Tabel 5.7 dan Gambar 5.15 yang merupakan tabel dan grafik dari plot log Ce vs log qe untuk memperoleh Isoterm Freundlich dari adsorpsi oleh Fe₃O₄/KA. Diperoleh regresi linier dari nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida adalah 0,8664; 0,7743; 0,929 dan 0,9568.



Gambar 5.15 Grafik isoterm adsorpsi Freundlich

Parameter	Nitrat	Nitrit	Fosfat	Fluorida					
Langmuir									
R ²	0,9565	0,9356	0,9928	0,9846					
k _l	0,1045	0,0718	0,0769	0,0946					
$q_m (mg/g)$	8,0775	8,0128	12,5945	5,8548					
		Freundlich							
\mathbb{R}^2	0,8664	0,7743	0,9290	0,9568					
\mathbf{k}_{f}	1,2286	0,9561	0,2494	0,1028					
n	2,0462	1,9881	1,6353	1,8292					

Tabel 5.8 Parameter isoterm Langmuir dan Freundlich

Dari Tabel 5.8 dapat dilihat beberapa parameter model isoterm adsorpsi Freundlich dan Langmuir untuk isoterm adsorpsi nanokomposit Fe_3O_4/KA . Konstanta k_f dan n dalam model isoterm adsorpsi Freundlich adalah positif. Hal ini menunjukkan keseimbangan antara konsentrasi larutan, jumlah adsorben dan waktu kontak yang digunakan dalam proses penyerapan. Nilai k_f menunjukkan kapasitas adsorpsi permukaan adsorben. Semakin besar nilai k_f maka semakin tinggi pula laju penyisihan adsorbat. Nilai n merupakan proses penyerapan dari interaksi antara adsorben dan adsorbat. Semakin kecil nilai n, semakin tinggi kekuatan antara adsorben dan adsorbat. Nilai n < 1 menunjukkan adsorpsi kimia, sebaliknya jika n > 1 menunjukkan adsorpsi fisik. Nilai konstanta k adalah tingkat afinitas antara larutan dengan permukaan karbon aktif, jika nilai $k_1 > 1$ maka tingkat afinitas terhadap nanokomposit cukup kuat. Nilai K_L yang diperoleh untuk $k_1 < 1$ menunjukkan tingkat afinitas karbon aktif yang lemah terhadap adsorbat. Nilai qm (mg/g) yang diperoleh pada proses adsorpsi nitrat adalah 8,0775, nitrit sebesar 8,0128, fosfat sebesar 12,5945 dan fluorida yaitu 5,8548. Nilai qm tersebut mewakili ikatan antara nanokomposit dan anion, yang dapat membentuk sejumlah besar lapisan monolayer.

5.6 Kinetika Adsorpsi Nanokomposit Fe₃O₄/KA

Kinetika adsorpsi dapat digunakan untuk menentukan parameter kecepatan reaksi dan kemungkinan keadaan kesetimbangan akan tercapai sehingga proses adsorpsi dapat dilakukan secara efektif dan efisiensi dengan menggunakan persamaan sistem pseudo orde pertama Lagergen dan mekanisme pseudo orde kedua. Kinetika adsorpsi merupakan laju penyerapan suatu fluida oleh adsorben dalam suatu jangka waktu tertentu, dengan kinetika adsorpsi maka suatu zat dapat diketahui dengan mengukur perubahan konsentrasi zat yang teradsorpsi dan menghitung nilai k yang berupa *intercept* (untuk pseudo orde dua) dan k berupa *slope* (untuk pseudo orde satu) kemudian diplotkan menjadi suatu grafik persamaan linier. Kinetika adsorpsi dipengaruhi oleh kecepatan adsorpsi sehingga dapat didefinisikan sebagai banyaknya zat yang teradsorpsi per satuan waktu Model Lagergen pseudo orde satu dinyatakan sebagai berikut:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1 \left(q_e - q_t \right) \tag{12}$$

Dengan qt (mg/g) adalah jumlah adsorbat yang teradsorpsi oleh berat adsorben (g) pada waktu (t) dan k adalah tetapan laju reaksi pseudo orde satu Lagergen. Persamaan diatas jika diintegral antara t = 0 sampai t = t dan qt = 0 sampai $qt = qt_e$ akan menjadi:

$$\ln\left(q_e - q_t\right) = \ln q_e - k_1 t \tag{13}$$

Persamaan tersebut dapat diturunkan menjadi:

$$\log (q_e - q_t) = \log q_e - \frac{k1}{2,303}t$$
(14)

Kelinieran kurva t vs log (qe - qt) menyatakan bahwa suatu proses mengikuti model ini. Nilai qe yang dibutuhkan dalam persamaan tersebut harus diperoleh pada saat t mendekati tak hingga atau pada saat kesetimbangan tercapai yang membutuhkan waktu yang lebih lama.

Model pseudo orde dua (model difusi adsorpsi) didasarkan pada asumsi bahwa adsorpsi mengikuti mekanisme orde dua yang dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2 (q_e - q_t)^2$$
(15)

Dengan k adalah tetapan laju reaksi adsorpsi orde dua. Persamaan tersebut yang jika diintegral antara t = 0 sampai t = t dan qt = qe akan menjadi:

$$\frac{1}{q_e - q_t} = \frac{1}{q_e} = k_4 t \tag{16}$$

Yang jika disusun ulang akan menjadi:

$$q_t = \frac{t}{\frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e}}$$
(17)

Atau dalam bentuk liniernya adalah:

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t$$
(18)

Nilai qe dan k₂ dapat dihitung dari kemiringan dan *intercept* suatu grafik t vs t/qt. Jadi nilai qe dapat diperkirakan tanpa menunggu kesetimbangan tercapai terlebih dahulu.



Dari gambar 5.16 diperoleh nilai regresi linier R^2 untuk nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida adalah 0,5774; 0,8096; 0,8298 dan 0,5548. Sedangkan dari gambar 5.17 diperoleh nilai regresi linier R^2 untuk nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida adalah 0,9404; 0,9619; 0,9450 dan 0,9376.



Gambar 5.17 Grafik orde dua

Parameter	Nitrat	Nitrit	Fosfat	Fluorida				
Pseudo Orde 1								
\mathbb{R}^2	0,5774	0,8096	0,8298	0,5548				
qe (mg/g)	0,8124	0,1449	0,6014	0,9279				
k ₁ (1/min)	0,0076	0,0237	0,0143	0,0018				
		Pseudo Orde 2						
\mathbb{R}^2	0,9404	0,9619	0,9450	0,9376				
qe (mg/g)	2,8531	2,4143	3,4165	2,7435				
k ₂ (g/mg.min)	0,0426	0,0368	0,0314	0,0431				

Tabel 5.9 Parameter kinetika adsorpsi pseudo orde satu dan pseudo orde dua

Gambar 5.17 dan Tabel 5.9 menunjukkan hasil interpolasi data adsorpsi nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida yang diperoleh dari plot linier t/qt versus t (model kinetik). Data adsorpsi nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida tidak mengikuti kinetika reaksi adsorpsi orde satu semu karena nilai koefisien korelasi (\mathbb{R}^2) jauh dari satu, sehingga hasil ini dapat diasumsikan kinetika adsorpsi menunjukkan model yang kurang baik untuk orde satu semu. Data dari adsorpsi nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida menunjukkan parameter adsorpsi terbaik dengan plot linieritas koefisien korelasi (\mathbb{R}^2) mendekati satu $\mathbb{R}^2 > 0,9$ untuk orde kedua semu sehingga dapat dinyatakan bahwa penelitian ini menunjukkan untuk model kinetika adsorpsi untuk Fe₃O₄/KA adalah orde kedua semu.

5.7 Efektifivitas Adsorpsi Fe₃O₄/KA Terhadap Anion

Hasil uji aplikasi adsorpsi Fe₃O₄/KA terhadap anion nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida, dengan variasi pH, waktu dan konsentrasi menunjukkan bahwa proses adsorpsi antara nanokomposit dengan anion terjadi pada suasana asam, hal tersebut terjadi karena dalam larutan asam, mekanisme adsorpsi anion ke nanokomposit menunjukkan gaya tarik elektrostatik dengan adanya kelebihan proton dalam larutan pada pH rendah meningkatkan jumlah situs bermuatan positif pada permukaan adsorben, yang mendukung adsorpsi anion antara muatan positif dari nanokoposit dan muatan negatif anion. Setelah kondisi optimum, kapasitas adsorpsi menurun akibat interaksi tolakan antara nanokomposit dan anion dengan berkurangnya jumlah muatan positif adsorben, karena gaya tarik elektrostatik. Interaksi asam basa antara anion dan asam pada permukaan adsorben juga mendukung terjadinya adsorpsi. Dengan menurunkan pH, jumlah H⁺ semakin meningkat dan proton-proton ini menginduksi muatan positif ke permukaan adsorben. Karena muatan nitrat, nitrit, fosfat dan fluorida negatif, gravitasi elektrostatik dihasilkan antara adsorben dan anion, yang menyebabkan lebih banyak adsorpsi anion oleh adsorben dalam lingkungan asam. Di sisi lain, dalam lingkungan basa, muatan negatif (OH-) dari dekat permukaan adsorben menghasilkan tolakan elektrostatik antara anion dan akibatnya menurunkan efisiensi adsorpsi. Oleh peningkatan pH, ion hidroksil bersaing dengan anion polutan dan meskipun menempati situs adsorpsi, membuat muatan permukaan negatif dan mengurangi efisiensi adsorpsi.

Waktu kontak merupakan parameter penting untuk mengetahui penggunaan yang tepat dari adsorben dalam aplikasi adsorpsi yang diterapkan dan menunjukkan tingkat adsorpsi di antara parameter yang sesuai. Hasil menunjukkan bahwa adsorpsi cukup cepat untuk nanokomposit dan anion mencapai keseimbangan dalam waktu kurang dari 90 menit. Karena akumulasi anion di situs adsorpsi, laju adsorpsi menurun dengan bartambahnya waktu kontak. Sedangkan pada variasi konsentrasi anion, diperoleh hasil dengan bertambahnya konsentrasi polutan, efisiensi adsorpsi menurun karena kurangnya permukaan yang cukup. Umumnya, kapasitas adsorpsi meningkat dengan meningkatnya konsentrasi awal, yang dapat dikaitkan dengan situs aktif yang lebih rendah.

Beradasarkan variasi pH diketahui bahwa fosfat mencapai kapasitas adsorpsi sebesar 59.94%, tertinggi dibandingkan dengan ketiga anion lain diikuti oleh fluorida 54,20%, nitrat 50,80% dan nitrit 40,18%. Pada variasi waktu diketahui bahwa fosfat dengan kapasitas adsorpsi tertinggi 59,14%, kemudian fluorida 54,09%, nitrat 51,74% dan nitrit 44,50%. Dengan variasi konsentrasi, diketahui untuk fosfat mencapai kapasitas adsorpsi tertinggi 57,88%, diikuti nitrat 52,66%, nitrit 44,56% dan fluorida 41,44%. Dengan ketiga variasi, dapat diketahui bahwa nanokomposit Fe₃O₄/KA bisa digunakan sebagai adsorben anion dengan kapasitas adsorpsi diatas 40%.

Isoterm pada aplikasi nanokomposit terhadap anion adalah isoterm Langmuir yang menunjukkan bahwa adsorpsi akan meningkat dengan

75

meningkatnya konsentrasi anion sampai titik jenuh, di mana semua situs ditempati. Setiap peningkatan lebih lanjut dalam konsentrasi anion tidak akan meningkatkan jumlah anion yang teradsorpsi pada adsorben. Model kinetika pseudo orde dua menunjukkan bahwa mekanisme adsorpsi dengan laju langkah pengendalian adalah kemisorpsi dan daya tarik yang kuat terjadi antara anion dengan permukaan nanokomposit dimodifikasi. Hal ini menunjukkan pada bahwa keseluruhan laju proses adsorpsi dikendalikan oleh pertukaran elektron antara sorben dan sorbat atau kemisorpsi.

Hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Mohammadi et al., (2019) yang menggunakan adsorben dari kitosan karboksilasi dengan nanopartikel feromagnetik dan aplikasinya untuk menghilangkan fluorida, nitrat dan fosfat dalam air, yang diperoleh grafik isoterm dan koefisien regresi linier menunjukkan hasil proses adsorpsi didasarkan pada model Langmuir dengan analisis kinetika menunjukkan bahwa mekanisme adsorpsi orde dua yang dominan dan adsorpsi anion yang dipelajari sesuai dengan proses kemisorpsi.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

- Hasil karakterisasi nanokomposit Fe₃O₄/KA menunjukkan bahwa Fe₃O₄ telah berhasil terembankan dengan karbon aktif sehingga terbentuk menjadi nanokomposit Fe₃O₄/KA. Sesuai dengan JCPDS No. Card No. 19-0629, bahwa Fe3O4 mempunyai struktur kristal spinel kubik. Nanokomposit Fe₃O₄/KA bersifat superparamagnetik dengan nilai saturasi magnetik 40 emu/g.
- Nanokomposit Fe₃O₄/KA dapat digunakan sebagai adsorben anion nitrat, nitrit, fosfat, dan fluorida dalam air dengan kapasitas adsorpsi lebih dari 40%.
- Efektivitas nanokomposit Fe₃O₄/KA dapat dilihat dari berbgai variasi pH, waktu, dan konsentrasi anion yang diperoleh untuk isoterm adsorpsi adalah Langmuir. Model kinetik untuk adsorpsi anion dengan nanokomposit Fe₃O₄/KA adalah pseudo-orde-dua.

VI.2 SARAN

Dengan penelitian ini, diharapkan untuk dapat dikembangkan sebagai alternatif dalam pengolahan limbah cair yang terkontaminasi anion, maupun dapat dikembangkan sebagai adsorben pencemar selain anion dalam air dengan penelitian lebih lanjut.

DAFTAR PUSTAKA

- Allwar, A., Winarsi, R., Fitriyani, N., & Merdekawati, K. (2017). Characterization and Application of Activated Carbon from Oil Palm Shell Prepared By Physical Activation and Nitric Acid for the Removal of Phenol and 2-Chlorophenol. *Chemistry*, 6(2), 1528–1534.
- Allwar, Allwar, Apriliani, G. D., Wokas, F. M., & Saputri, E. Y. (2020). Potential-Magnetic Composite of Fe₃O₄/Activated Carbon from Palm Oil Shell. *Applied Mechanics and Materials*, 897, 68–72. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amm.897.68.
- Amanati, L. (2016). Uji Nitrit Pada Produk Air Minum Dalam Kemasan (Amdk) Yang Beredar Di Pasaran. Jurnal Teknologi Proses Dan Inovasi Industri, 1(2). https://doi.org/10.36048/jtpii.v1i2.1916.
- Apriyanti, H., Candra, I. N., & Elvinawati. (2018). Karakteristik Isoterm Adsorpsi dari Ion Logam Besi (Fe) Pada Tanah di Kota Bengkulu. ALOTROP Jurnal Pendidikan Dan Ilmu Kimia, 2(1), 14–19.
- Astriningrum, Y., & Suryadi, H. (2010). Analisis Kandungan Ion Fluorida Pada Sampel Air Tanah Dan Air Pam Secara Spektrofotometri. *Majalah Ilmu Kefarmasiah*, 7(3), 46–57. http://psr.ui.ac.id/index.php/journal/article/download/3475/553.
- Bader, N. R., Edbey, K., & Telgheder, U. (2014). Cloud point extraction as a sample preparation technique for trace element analysis: An overview. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(2), 496–501.
- Bharath, G., Rambabu, K., Banat, F., Hai, A., Arangadi, A. F., & Ponpandian, N. (2019). Enhanced electrochemical performances of peanut shell derived activated carbon and its Fe3O4 nanocomposites for capacitive deionization of Cr(VI) ions. *Science of the Total Environment*, 691, 713–726. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.07.069.
- Bhattacharjee, S., Darwish, N., & Shanableh, A. (2020). Phosphate removal using nanoscale zerovalent iron: Impact of chitosan and humic acid Sourjya. *Biochemical Pharmacology*, 104131. https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104131.
- Budiman, I., Hermawan, D., Febrianto, F., & Pari, G. (2019). Optimasi Aktivasi Arang Aktif dari Arang Hidro Tempurung Buah Kelapa Sawit Menggunakan Metodologi Permukaan Respon (Optimization of Activated Carbon from Oil Palm Shell Hydrochar Using Response Surface Methodology). J. Ilmu Teknol. Kayu Tropis, 17(1).

Buhani, Suharso, Luziana, F., Rilyanti, M., & Sumadi. (2019). Production of

adsorbent from activated carbon of palm oil shells coated by fe3 o4 particle to remove crystal violet in water. *Desalination and Water Treatment*, *171*, 281–293. https://doi.org/10.5004/dwt.2019.24776.

- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, & Aboul-Enein, H. Y. (2015). X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289–299. https://doi.org/10.1080/10408347.2014.949616.
- Callister Jr, William D, 2009, Materials Science And Engineering An Introduction, 8th Edition, New Jersey : John Wiley & Sons, Inc, Hoboken.
- Christiansen, M. G., Senko, A. W., & Anikeeva, P. (2019). Magnetic Strategies for Nervous System Control. *Annual Review of Neuroscience*, 42, 271–293. https://doi.org/10.1146/annurev-neuro-070918-050241.
- Departemen Pertanian, Direktorat Jenderal Perkebunan, 2021, Statistik Perkebunan Indonesia 2019-2021: Kelapa Sawit (*Oil Palm*), Sekretariat Direktorat Jenderal Perkebunan, Jakarta.

Dinas Lingkungan Hidup Kota Yogyakata https://lingkunganhidup.jogjakota.go.id.

- Dewi, S. H., & Ridwan. (2012). Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe3O4 Magnetik untuk Adsorpsi Kromium Heksavalen. Jurnal Sains Materi Indonesia, 13(2), 136–140.
- Duan, X., Lu, J., Evans, D. G., Wei, X., & Chen, J. S. (2017). Functional Host-Guest Materials. In *Modern Inorganic Synthetic Chemistry: Second Edition*. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63591-4.00018-5.
- Duan, Z., Zhang, W., Lu, M., Shao, Z., Huang, W., Li, J., Li, Y., Mo, J., Li, Y., & Chen, C. (2020). Magnetic Fe3O4/activated carbon for combined adsorption and Fenton oxidation of 4-chlorophenol. *Carbon*, 167, 351–363. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2020.05.106.
- El-Hamouz, A., Hilal, H. S., Nassar, N., & Mardawi, Z. (2007). Solid olive waste in environmental cleanup: Oil recovery and carbon production for water purification. *Journal of Environmental Management*, 84(1), 83–92. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2006.05.003.

"electronicstutorials.ws" http://www.electronicstutorials.ws/electromagnetism/electromagneticinduction.html.

Erwinsyah, Afriani, A., & Kardiansyah, T. (2015). Potensi Dan Peluang Tandan Kosong Sawit Sebagai Bahan Baku Pulp Dan Kertas: Studi Kasus Di Indonesia. *Jurnal Selulosa*, 5(02), 79–88. https://doi.org/10.25269/jsel.v5i02.79.

- Esrafili, A., Bagheri, S., Kermani, M., Gholami, M., & Moslemzadeh, M. (2019). Simultaneous adsorption of heavy metal ions (Cu²⁺ and Cd²⁺) from aqueous solutions by magnetic silica nanoparticles (Fe₃O₄@SiO₂) modified using edta. *Desalination and Water Treatment*, 158, 207–215. https://doi.org/10.5004/dwt.2019.24274.
- Farinha, P., Coelho, M. P., & Reis, C. P. (2021). A Comprehensive Updated Review on Magnetic Nanoparticles in Diagnostics.
- Feng, L., Cao, M., Ma, X., Zhu, Y., & Hu, C. (2012). Superparamagnetic highsurface-area Fe₃O₄ nanoparticles as adsorbents for arsenic removal. *Journal* of *Hazardous Materials*, 217–218, 439–446. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2012.03.073.
- Foroutan, R., Mohammadi, R., Razeghi, J., & Ramavandi, B. (2019). Performance of algal activated carbon/Fe₃O₄ magnetic composite for cationic dyes removal from aqueous solutions. *Algal Research*, 40(January), 101509. https://doi.org/10.1016/j.algal.2019.101509.
- Friák, M., Schindlmayr, A., & Scheffler, M. (2007). Ab initio study of the halfmetal to metal transition in strained magnetite . *New Journal of Physics*, 9(1), 5–5. https://doi.org/10.1088/1367-2630/9/1/005.
- Ghafarunnisa, D., Rauf, A., & Rukmana, B. T. S. (2017). Pemanfaatan Batubara Menjadi Karbon Aktif dengan Proses Karbonisasi dan Aktivasi Menggunakan Reagen Asam Fosfat (H₃PO₄) dan Ammonium Bikarbonat (NH₄HCO₃). Proseding Seminar Nasional XII, 1(1), 36–41.
- Hafner, B., 2007, *Characterization Facility*, University of Minnesota, Twin Cities, Pp 1-29.
- Handika, G., Maulina, S., & Mentari, V. A. (2017). Karakteristik Karbon Aktif dari Pemanfaatan Limbah Tanaman Kelapa Sawit dengan Penambahan Aktivator Natrium Karbonat (Na₂CO₃) dan Natrium Klorida (NaCl). Jurnal Teknik Kimia USU, 6(4), 41–44.
- Hariani, P. L., Faizal, M., Ridwan, Marsi, & Setiabudidaya, D. (2018). Removal of Procion Red MX-5B from songket's industrial wastewater in South Sumatra Indonesia using activated carbon-Fe₃O₄ composite. Sustainable Environment Research, 28(4), 158–164. https://doi.org/10.1016/j.serj.2018.01.004.
- Hessler, J.W., 1951, Active Carbon. Chemical Publishing Co Inc., Boston (MA).
- Ho, Y.S., & G.McKay. (1999). Pseudo-second order model for sorption processes. Process Biochemistry, 34, 451–465. https://doi.org/10.1016/S0032-

9592(98)00112-5.

- Ho, Yuh Shan. (2004). Citation review of Lagergren kinetic rate equation on adsorption reactions. *Scientometrics*, *59*(1), 171–177. https://doi.org/10.1023/B:SCIE.0000013305.99473.cf.
- Hu, C. Y., Lo, S. L., Liou, Y. H., Hsu, Y. W., Shih, K., & Lin, C. J. (2010). Hexavalent chromium removal from near natural water by copper-iron bimetallic particles. *Water Research*, 44(10), 3101–3108. https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.02.037.
- Ibrahim, J. F. M. (2019). In Pure And Applied Sciences Enhancement Of Structural And Magnetic Properties Of Eu And Fe Department of Metallurgical and Materials Thesis Supervisor. June. https://doi.org/10.13140/RG.2.2.32693.32486.
- Ilomuanya, M., Nashiru, B., Ifudu, N., & Igwilo, C. (2017). Effect of pore size and morphology of activated charcoal prepared from midribs of Elaeis guineensis on adsorption of poisons using metronidazole and Escherichia coli O157:H7 as a case study. *Journal of Microscopy and Ultrastructure*, 5(1), 32. https://doi.org/10.1016/j.jmau.2016.05.001.
- Ingham, B., & Toney, M. F. (2013). X-ray diffraction for characterizing metallic films. In *Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications: Structure, Processing and Properties.* https://doi.org/10.1533/9780857096296.1.3.
- Iwanow, M., Gärtner, T., Sieber, V., & König, B. (2020). Activated carbon as catalyst support: Precursors, preparation, modification and characterization. *Beilstein Journal of Organic Chemistry*, 16, 1188–1202. https://doi.org/10.3762/bjoc.16.104.
- Juang, R. S., Yei, Y. C., Liao, C. S., Lin, K. S., Lu, H. C., Wang, S. F., & Sun, A. C. (2018). Synthesis of magnetic Fe3O4/activated carbon nanocomposites with high surface area as recoverable adsorbents. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 90, 51–60. https://doi.org/10.1016/j.jtice.2017.12.005.
- Junus, S., 2011, Komposit Proses, Fabrikasi dan Aplikasi, Jember University Press, Jember.

Keenan, W., Charles, 1992, Kimia Untuk Universitas Jilid 1, Erlangga, Jakarta.

Kristianto, H. (2017). Review: Sintesis Karbon Aktif Dengan Menggunakan Aktivasi Kimia ZnCl₂. *Jurnal Integrasi Proses*, 6(3). https://doi.org/10.36055/jip.v6i3.1031.

- Lan, X., Jiang, X., Song, Y., Jing, X., & Xing, X. (2019). The effect of activation temperature on structure and properties of blue coke-based activated carbon by CO₂ activation. *Green Processing and Synthesis*, 8(1), 837–845. https://doi.org/10.1515/gps-2019-0054.
- Laos, L. E., & Selan, A. (2016). Pemanfaatan Kulit Singkong sebagai Bahan Baku Karbon Aktif. *Jurnal Ilmu Pendidikan Fisika*, 1(2), 32–36. https://doi.org/10.29103/jtku.v4i2.69.
- Lee, D. W., & Yoo, B. R. (2016). Advanced silica/polymer composites: Materials and applications. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, *38*, 1–12. https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.04.016.
- Li, Y., Zimmerman, A. R., He, F., Chen, J., Han, L., Chen, H., Hu, X., & Gao, B. (2020). Solvent-free synthesis of magnetic biochar and activated carbon through ball-mill extrusion with Fe₃O₄ nanoparticles for enhancing adsorption of methylene blue. *Science of the Total Environment*, 722, 137972. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.137972.
- Lim, S. T., Kim, J. H., Lee, C. Y., Koo, S., Jerng, D. W., Wongwises, S., & Ahn, H. S. (2019). Mesoporous graphene adsorbents for the removal of toluene and xylene at various concentrations and its reusability. *Scientific Reports*, 9(1), 1–12. https://doi.org/10.1038/s41598-019-47100-z.
- Lima, A. C., Pereira, N., Martins, P., & Lanceros-Mendez, S. (2020). Magnetic materials for magnetoelectric coupling: An unexpected journey. *Handbook of Magnetic Materials*, 29, 57–110. https://doi.org/10.1016/bs.hmm.2020.09.002.
- Liu, J., Cui, J., Zhao, T., Fan, S., Zhang, C., Hu, Q., & Hou, X. (2019). Fe 3 O 4 -CeO 2 loaded on modified activated carbon as efficient heterogeneous catalyst. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 565, 59–69. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.12.052.
- Liu, S. (2015). Cooperative adsorption on solid surfaces. *Journal of Colloid and Interface Science*, 450, 224–238. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2015.03.013.
- Liu, X., Tian, J., Li, Y., Sun, N., Mi, S., Xie, Y., & Chen, Z. (2019). Enhanced dyes adsorption from wastewater via Fe3O4 nanoparticles functionalized activated carbon. *Journal of Hazardous Materials*, 373, 397–407. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.03.103.
- Lubis, R. A. F., Nasution, H. I., & Zubir, M. (2020). Production of Activated Carbon from Natural Sources for Water Purification. *Indonesian Journal of Chemical Science and Technology (IJCST)*, 3(2), 67. https://doi.org/10.24114/ijcst.v3i2.19531.

- Malega, F., Indrayana, I. P. T., & Suharyadi, E. (2018). Synthesis and Characterization of the Microstructure and Functional Group Bond of Fe304 Nanoparticles from Natural Iron Sand in Tobelo North Halmahera. Jurnal Ilmiah Pendidikan Fisika Al-Biruni, 7(2), 129. https://doi.org/10.24042/jipfalbiruni.v7i2.2913.
- Mariati, N. W. (2015). Penanganan Fluorosis Gigi Dengan Menggunakan Teknik Mikroabrasi. *Jurnal E-GiGi*, *3*(1), 149–154. https://doi.org/10.15562/jdmfs.v6i1.136.
- Marsyahyo, E. (2009). Analisis Brunnaeur Emmet Teller (Bet) Topografi Permukaan Serat Rami (Boehmeria Nivea) Untuk Media. 2, 33–41.
- Martin, A., 2008, Farmasi Fisika Dasar-Dasar Farmasi Fisik dalam Ilmu Farmasetik. Edisi Ketiga jilid 2. UI Press, Jakarta.
- Merdekani, S. (2013). Sintesis Partikel Nanokomposit Fe3O4/SiO2 Dengan Metode Kopresipitasi. Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi Nuklir PTNBR-BATAN, 472–477.
- Mohammadi, E., Daraei, H., Ghanbari, R., Dehestani Athar, S., Zandsalimi, Y., Ziaee, A., Maleki, A., & Yetilmezsoy, K. (2019). Synthesis of carboxylated chitosan modified with ferromagnetic nanoparticles for adsorptive removal of fluoride, nitrate, and phosphate anions from aqueous solutions. *Journal of Molecular Liquids*, *273*, 116–124. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.10.019.
- Moosavi, S., Lai, C. W., Gan, S., Zamiri, G., Akbarzadeh Pivehzhani, O., & Johan, M. R. (2020). Application of efficient magnetic particles and activated carbon for dye removal from wastewater. ACS Omega, 5(33), 20684–20697. https://doi.org/10.1021/acsomega.0c01905.
- Mujamilah, Ridwan, Muslich, M. R., Purwanto, S., Febri, M. I. M., Yohannes A.M, Santoso, E., & Mugirahardjo, H. (2000). Vibrating sample magnetometer (VSM) tipe oxford vsm1.2h. *Prosiding Seminar Nasional Bahan Magnet I, di*, 77–81.
- Muslimah, Destiarti, L., & Zaharah, T. A. (2015). Prekonsentrasi Timbal (II) Pada Air Sungai Kapuas Menggunakan Kitosan Terimobilisasi Ditizon. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 4(3), 22–27.
- Navia, Z., I. Fitriani, V. Mardina. (2018). Pemberdayaan Masyarakat melalui Pembuatan Karbon Aktif Tempurung Kelapa sebagai Filter dalam Gravity-Fed Filtering System. *Jurnal*, 4(1), 75–80.
- Neșe, Ö., & T. Ennil, K. (2008). A kinetic study of nitrite adsorption onto

sepiolite and powdered activated carbon. *Desalination*, 223(1–3), 174–179. https://doi.org/10.1016/j.desal.2007.01.209.

- Ngibad, K. (2019). Analisis Kadar Fosfat Dalam Air Sungai Ngelom Kabupaten Sidoarjo Jawa Timur. *Pijar MIPA*, *14*, 197–201. https://doi.org/10.29303/jpm.v14i3.1158.
- Ningsih, S. K. W. (2016). Sintesis Anorganik. In Sintesis Anorganik.
- Osman, N. B., Shamsuddin, N., & Uemura, Y. (2016). Activated Carbon of Oil Palm Empty Fruit Bunch (EFB); Core and Shaggy. *Procedia Engineering*, *148*, 758–764. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.06.610.
- Peternele, W. S., Monge Fuentes, V., Fascineli, M. L., Rodrigues Da Silva, J., Silva, R. C., Lucci, C. M., & Bentes De Azevedo, R. (2014). Experimental investigation of the coprecipitation method: An approach to obtain magnetite and maghemite nanoparticles with improved properties. *Journal of Nanomaterials*, 2014(1), 1–11. https://doi.org/10.1155/2014/682985.
- Pugen, Y., Haiou, Q., Cuili, L., & Zhiyong, T. (2011). Determination of Nitrogen Oxides with Rhodamine B by Fluorescence Quenching Method. *International Journal of Spectroscopy*, 2011, 1–4. https://doi.org/10.1155/2011/281931.
- Purba, J. H. V, & Sipayung, T. (2017). Perkebunan Kelapa Sawit Indonesia dalam Perspektif Pembangunan Berkelanjutan. Jurnal Ilmu-Ilmu Sosial Indonesia, 43(1),81–94. http://jmi.ipsk.lipi.go.id/index.php/jmiipsk/article/view/717/521.
- Putri, D. F., Ritonga, H. M., Murdiati, V., & Zainul, R. (2018). a Review What Is Hydrothermal? https://doi.org/10.31227/osf.io/dm56c.
- Rahman, A., Aziz, R., Indrawati, A., Usman, B., Rahman, M., Indrawati, A., & Usman, M. (2020). Pemanfaatan Beberapa Jenis Arang Aktif Sebagai Bahan Absorben Logam Berat Cadmiun (Cd) pada Tanah Sedimen Drainase Kota Medan Sebagai Media Tanam. Jurnal Agroteknologi Dan Ilmu Pertanian, 1(1), 42–54.
- Rahmayanti, M. (2020). Sintesis dan Karakterisasi Magnetit (Fe3O4): Studi Komparasi Metode Konvensional dan Metode Sonokimia. Al Ulum Sains Dan Teknologi, 6(1), 26–31.
- Raj, K. G., & Joy, P. A. (2015). Coconut shell based activated carbon-iron oxide magnetic nanocomposite for fast and efficient removal of oil spills. *Journal* of Environmental Chemical Engineering, 3(3), 2068–2075. https://doi.org/10.1016/j.jece.2015.04.028.

- Rajarathnam, 2006. Instrumental Chemical Analysis: Basic Principlesand Techniques. Singapore: national University of Singapore.
- Rezaei Kalantary, R., Dehghanifard, E., Mohseni-Bandpi, A., Rezaei, L., Esrafili, A., Kakavandi, B., & Azari, A. (2016). Nitrate adsorption by synthetic activated carbon magnetic nanoparticles: kinetics, isotherms and thermodynamic studies. *Desalination and Water Treatment*, 57(35), 16445– 16455. https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1079251.
- Rizki, A. P., & Sanjaya, A. S. (2015). Kinetics Study of Fe Content Decrease In Well Water With Activated Carbon Adsorption Of Coffee Waste. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" Pengembangan Teknologi Kimia Untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia, 1–5.
- Saleem, J., Shahid, U. Bin, Hijab, M., Mackey, H., & McKay, G. (2019). Production and applications of activated carbons as adsorbents from olive stones. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 9(4), 775–802. https://doi.org/10.1007/s13399-019-00473-7.
- Sanjaya, A. S., & Agustine, R. (2015). Studi Kinetika Adsorpsi Pb Menggunakan Arang Aktif Dari Kulit Pisang. *Jurnal Konversi*, 4(1), 17–24.
- Sau, T., & Rogach, A. (2013). "Complex-shaped Metal Nanoparticles: Bottom-Up Syntheses and Applications." *Platinum Metals Review*, 57(2), 123–126. https://doi.org/10.1595/147106713x664617.
- Sheoran, V. (2013). Elemental composition of coal fly ash: Matla coal power station in the Mpumalanga province in South Africa case study using nuclear and related analytical techniques. *Oral Oncology*, *3*(2), 41–48.
- Sholihah, L. K. (2010). Sintesis Dan Karakterisasi Partikel Nano Fe3O4 Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan Fe3o4 Bahan Komersial (Aldrich). *Institute Teknologi Sepuluh November*, 2–15.
- Sirodjudin, 2015, https://www.slideshare.net/sirodjudin908/uv-vis-45046819.
- Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., dan Crouch, S. R., 2004, Fundamentals of Analytical Chemistry,8thEd., Thomson Learning, Canada.
- Sulistyani, M., & Huda, N. (2018). Perbandingan Metode Transmisi dan Reflektansi Pada Pengukuran Polistirena Menggunakan Instrumentasi Spektroskopi Fourier Transform Infra Red. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7(2), 195–198.
- Sunaryono, Taufiq, A., Mashuri, Pratapa, S., Zainuri, M., Triwikantoro dan Darminto. (2015), "Various Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles

Synthesized from Iron-Sands by Coprecipitation Method at Room Temperature", *Materials Science Forum*, Vol. 827, pp. 229–234.

- Supraptiah, E., Ningsih, A. S., & Hilwatulisan, H. (2019). Kinetika Adsorpsi Mn dengan Memanfaatkan Bottom Ash Batubara pada Larutan Artifisial KMnO4. *Prosiding SENIATI*, 5(1), 220–227.
- Tadda, M. ., Ahsan, A., Shifu, A., ElSergany, M., Arunkumar, T., Jose, B., Razzaque, Abdur, M., & Daud, Nik, N. . (2018). A Review on Activated Carbon from Biowaste: Process, Application and Prospects. *Journal of Advanced Civil Engineering Practice and Research*, 5(3), 82–83.
- Taer, E., Mustika, W. S., & Sugianto. (2016). Pemanfaatan Potensi Tandan Kosong Kelapa Sawit Sebagai Karbon Aktif Untuk Pembersih Air Limbah Aktivitas Penambangan Emas. Jurnal Komunikasi Fisika Indonesia, C, 852– 858.
- Taib, S., & Suharyadi, E. (2015). Sintesis Nanopartikel Magnetite (Fe3O4) dengan Template silika (SiO2) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Indonesian Journal of Applied Physics*, 5(01), 23. https://doi.org/10.13057/ijap.v5i01.256.
- Tebriani, S. (2019). Analisis Vibrating Sample Magnetometer (VSM) Pada Hasil Elektrodeposisi Lapisan Tipis Magnetite Menggunakan Arus continue Direct Current. *Natural Science Journal*, 5(1), 722–730.
- Thermo N., 2001, Introduction to FTIR Spectrometry, Thermo Nicolet Inc., Madison, USA
- Treybal, R.E., 1980, *Mass Transfer Operation*, Mc. Graw-Hill Kogakusha Ltd, Tokyo.
- Triwuri, N. A., & Hazimah, -. (2018). Kandungan Fluoride Dalam Air Minum Isi Ulang Di Kota Batam. *Jurnal Rekayasa Sistem Industri*, 4(1), 1. https://doi.org/10.33884/jrsi.v4i1.719.
- Uğurlu, M., Gürses, A., & Doğar, Ç. (2007). Adsorption studies on the treatment of textile dyeing effluent by activated carbon prepared from olive stone by ZnCl2 activation. *Coloration Technology*, 123(2), 106–114. https://doi.org/10.1111/j.1478-4408.2007.00072.x.
- Ulfah, M., Raharjo, S., Hastuti, P., & Darmadji, P. (2017). Adsorption of βcarotene in isopropyl alcohol with decolorized activated carbon as model for β-carotene adsorption in crude palm oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, *17*(1), 105–112. https://doi.org/10.22146/ijc.23637.

- Veptiyan, E. D., Apriani, M., & Mayangsari, N. E. (2019). Pengaruh Waktu Delignifikasi terhadap Karakteristik Selulosa dari Daun Nanas dan Jerami. *National Conference Proceeding on Waste Treatment Technology*, 2623, 59– 63.
- Xia, J., Wang, A., Liu, X., & Su, Z. (2011). Preparation and characterization of bifunctional, Fe 3 O 4 /ZnO nanocomposites and their use as photocatalysts. *Applied Surface Science*, 257(23), 9724–9732. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.05.114.
- Xu, K., Tao, H., & Deng, T. (2016). Removal of phosphate from coating wastewater using magnetic Fe-Cu bimetal oxide modified fly ash. *Journal of Water Reuse and Desalination*, 6(3), 430–436. https://doi.org/10.2166/wrd.2015.105.
- Yegane Badi, M., Azari, A., Pasalari, H., Esrafili, A., & Farzadkia, M. (2018a). Modification of activated carbon with magnetic Fe3O4 nanoparticle composite for removal of ceftriaxone from aquatic solutions. *Journal of Molecular Liquids*, 261(2017), 146–154. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.04.019.
- Yegane Badi, M., Azari, A., Pasalari, H., Esrafili, A., & Farzadkia, M. (2018b). Modification of activated carbon with magnetic Fe3O4 nanoparticle composite for removal of ceftriaxone from aquatic solutions. *Journal of Molecular Liquids*, 261, 146–154. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.04.019.
- Yuliusman, Nasruddin, Afdhol, M. K., Amiliana, R. A., & Hanafi, A. (2017). Preparation of Activated Carbon from Palm Shells Using KOH and ZnCl2 as the Activating Agent. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 75(1). https://doi.org/10.1088/1755-1315/75/1/012009.
- Yurdakal, S., Garlisi, C., Özcan, L., Bellardita, M., & Palmisano, G. (2019). (Photo)catalyst characterization techniques: Adsorption isotherms and BET, SEM, FTIR, UV-Vis, photoluminescence, and electrochemical characterizations. In *Heterogeneous Photocatalysis: Relationships with Heterogeneous Catalysis and Perspectives* (Vol. 331307484, Issue January). https://doi.org/10.1016/B978-0-444-64015-4.00004-3.

Zainul, R., 2021, Teknik Karakterisasi Kimia Fisika, Berkah Prima, Padang.

LAMPIRAN 1

DATA ADSORPSI

VARIASI pH

Nitrat

No	рН	pH sebenarnya	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorp si
1	2	2,12	10,14	7,05	30,55
2	4	3,89	10,14	4,99	50,80
3	7	6,81	10,14	5,34	47,33
4	9	9,11	10,14	8,02	20,94
5	10	10,24	10,14	8,16	19,52
Nitrit					
No	рН	pH sebenarnya	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	2	2,21	9,36	6,64	29,07
2	4	4,19	9,36	5,60	40,18
3	7	6,87	9,36	6,74	28,01
4	9	8,79	9,36	8,32	11,04
5	10	9,91	9,36	8,43	9,85
Fosfat					
No	рН	pH sebenarnya	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	2	2,19	9.67	3,88	59,94
1 2	2 4	<mark>2,19</mark> 4,26	<mark>9,67</mark> 9,67	3,88 4,10	<mark>59,94</mark> 57,63
1 2 3	2 4 7	2,19 4,26 7,14	9,67 9,67 9,67	3,88 4,10 4,65	59,94 57,63 51,95
1 2 3 4	2 4 7 9	2,19 4,26 7,14 9,11	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67	3,88 4,10 4,65 4,81	59,94 57,63 51,95 50,27
1 2 3 4 5	2 4 7 9 10	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 9,67	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63
1 2 3 4 5 Fluorida	2 4 7 9 10	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 9,67	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63
1 2 3 4 5 Fluorida No	2 4 7 9 10 a pH	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23 pH sebenarnya	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 Konsentrasi awal (mg/L)	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97 Konsentrasi akhir (mg/L)	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63 % adsorpsi
1 2 3 4 5 Fluorida No	2 4 7 9 10 a pH 2	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23 pH sebenarnya 1,97	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 Konsentrasi awal (mg/L) 11,98	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97 Konsentrasi akhir (mg/L) 5,68	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63 % adsorpsi 52,59
1 2 3 4 5 Fluorida No 1 2	2 4 7 9 10 a pH 2 4	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23 pH sebenarnya 1,97 4,08	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 Konsentrasi awal (mg/L) 11,98 11,98	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97 Konsentrasi akhir (mg/L) 5,68 5,49	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63 % adsorpsi 52,59 54,20
1 2 3 4 5 Fluorida No 1 2 3	2 4 7 9 10 a pH 2 4 7	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23 pH sebenarnya 1,97 4,08 7,12	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 Konsentrasi awal (mg/L) 11,98 11,98 11,98	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97 Konsentrasi akhir (mg/L) 5,68 5,49 6,35	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63 % adsorpsi 52,59 54,20 46,97
1 2 3 4 5 Fluorida No 1 2 3 4	2 4 7 9 10 a pH 2 4 7 9	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23 pH sebenarnya 1,97 4,08 7,12 9,21	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 Konsentrasi awal (mg/L) 11,98 11,98 11,98 11,98	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97 Konsentrasi akhir (mg/L) 5,68 5,49 6,35 6,86	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63 % adsorpsi 52,59 54,20 46,97 42,75
1 2 3 4 5 Fluorida No 1 2 3 4 5	2 4 7 9 10 a pH 2 4 7 9 10	2,19 4,26 7,14 9,11 10,23 pH sebenarnya 1,97 4,08 7,12 9,21 10,11	9,67 9,67 9,67 9,67 9,67 Konsentrasi awal (mg/L) 11,98 11,98 11,98 11,98 11,98	3,88 4,10 4,65 4,81 4,97 Konsentrasi akhir (mg/L) 5,68 5,49 6,35 6,86 7,33	59,94 57,63 51,95 50,27 48,63 % adsorpsi 52,59 54,20 46,97 42,75 38,85

Nitrat		Nitrit		Fosfat		Fluorida	
pН	%ads	pН	%ads	pН	%ads	pН	%ads
2,12	30,55	2,21	29,07	2,19	59,94	1,97	52,59
3,89	50,80	4,19	40,18	4,26	57,63	4,08	54,20
6,81	47,33	6,87	28,01	7,14	51,95	7,12	46,97
9,11	20,94	8,79	11,04	9,11	50,27	9,21	42,75
10,24	19,52	9,91	9,85	10,23	48,63	10,11	38,85

suhu 25 °C±3, kons 10 mg/L, m=0,1 g, vol=60 ml, t= 60 min

VARIASI WAKTU

Nitrat

No	Waktu (menit)	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	15	10,14	7,26	28,44
2	45	10,14	6,45	36,39
3	60	10,14	5,95	41,35
4	90	10,14	4,90	51,74
5	120	10,14	6,04	40,50
Nitrit				
No	Waktu (menit)	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	15	9,36	7,47	20,18
2	45	9,36	6,32	32,45
3	60	9,36	5,19	44,50
4	90	9,36	5,71	38,96
5	120	9,36	5,84	37,58
Fosfat				
No	Waktu (menit)	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	15	9,674	6,04	37,61
2	45	9,674	5,83	39,75
3	60	9,674	4,01	58,54
4	90	9,674	3,95	59,14
5	120	9,674	4,67	51,68
Fluorid	la			
No	Waktu Konsentrasi a (menit) (mg/L)		Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	15 11,98		7,47	37,67

2	45	11,98	6,32	47,25
3	60	11,98	5,50	54,09
4	90	11,98	6,11	48,97
5	120	11,98	7,55	37,02

Nitrat		Nitrit		Fosfat		Fluorida	
waktu	%ads	waktu	%ads	waktu	%ads	waktu	%ads
15	28,44	15	20,18	15	37,61	15	37,67
45	36,39	45	32,45	45	39,75	45	47,25
60	41,35	60	44,50	60	58,54	60	54,09
90	51,74	90	38,96	90	59,14	90	48,97
120	40,50	120	37,58	120	51,68	120	37,02

 $\frac{120}{\text{suhu } 25 \text{ °C}\pm3, \text{ kons } 10 \text{ mg/L}, \text{ m}=0,1 \text{ g}, \text{ vol}=60 \text{ mL}, \text{ dg pH optimum nitrat, nitrit, fluorida =4 dan fosfat=2}$

VARIASI KONSENTRASI

Nitrat				
No	Konsentrasi (mg/L)	Konsentrasi awal sebenarnya (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	5	5,03	2,42	51,82
2	10	10,17	4,81	52,66
3	15	15,35	8,56	44,27
4	20	20,54	13,48	34,35
5	30	30,92	22,58	26,99
Nitrit				

No	Konsentrasi (mg/L)	Konsentrasi awal sebenarnya (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	5	4,85	2,76	43,10
2	10	9,13	5,06	44,56
3	15	13,14	7,65	41,73
4	20	18,92	12,38	34,56
5	30	29,11	23,04	20,86
Fosfa	t			

No	Konsentrasi (mg/L)	Konsentrasi awal sebenarnya (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	5	5,03	2,12	57,88

3	15	14,35	6,81	52,51
4	20	20,36	10,31	49,34
5	30	30,41	19,63	35,46
Fluorid	a			

No	Konsentrasi (mg/L)	Konsentrasi awal sebenarnya (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	% adsorpsi
1	5	5,055	2,96	41,44
2	10	9,763	5,896	39,61
3	15	14,456	9,968	31,05
4	20	18,856	13,528	28,26
5	30	28,42	21,91	22,91

Nitrat N		itrit	t Fosfat			Fluorida		
kons	%ads	kons	%ads	kons	%ads	kons	%ads	
5,03	51,82	4,85	43,10	5,03	57,88	5,06	41,44	
10,17	52,66	9,13	44,56	9,47	55,35	9,76	39,61	
15,35	44,27	13,14	41,73	14,35	52,51	14,46	31,05	
20,54	34,35	18,92	34,56	20,36	49,34	18,86	28,26	
30,92	26,99	29,11	20,86	30,41	35,46	28,42	22,91	

suhu 25 °C±3, kons 10 mg/L, m=0,1 g, vol=60 mL dg nitrat =pH 4 dan t = 90 min, nitrit =pH 2 dan t = 60 min, fosfat=pH 2 dan t = 90 min, fluorida=pH 4 dan t =60 min

ISOTERM ADSORPSI

Nitrat							
Co-Ce (mg/L)	m (gr)	v (L)	qe	log Ce	log qe	1/Ce	1/qe
2,61	0,1	0,06	1,5638	0,3845	0,1942	0,4126	0,6395
5,36	0,1	0,06	3,2131	0,6824	0,5069	0,2078	0,3112
6,80	0,1	0,06	4,0781	0,9323	0,6105	0,1169	0,2452
7,06	0,1	0,06	4,2330	1,1298	0,6266	0,0742	0,2362
8,35	0,1	0,06	5,0086	1,3537	0,6997	0,0443	0,1997
Nitrit							
Co-Ce							
(mg/L)	m (gr)	v (L)	qe	log Ce	log qe	1/Ce	1/qe
2,09	0,1	0,06	1,2540	0,4408	0,0983	0,3625	0,7974
4,07	0,1	0,06	2,4396	0,7041	0,3873	0,1977	0,4099

								-
5,48	0,1	0,06	3,2892	0,8839	0,5171	0,1307	0,3040	
6,54	0,1	0,06	3,9240) 1,0929	0,5937	0,0807	0,2548	
6,07	0,1	0,06	3,6444	4 1,3624	0,5616	0,0434	0,2744	_
Fosfat								_
Co-Ce								
(mg/L)	m (gr)	v (L)	qe	log Ce	log qe	1/Ce	1/qe	_
2,91	0,1	0,06	1,7460	0,3259	0,2420	0,4721	0,5727	
5,24	0,1	0,06	3,1434	4 0,6259	0,4974	0,2366	0,3181	
7,54	0,1	0,06	4,5210	0,8334	0,6552	0,1468	0,2212	
10,04	0,1	0,06	6,0264	4 1,0134	0,7801	0,0970	0,1659	
10,78	0,1	0,06	6,4692	2 1,2929	0,8109	0,0509	0,1546	
Fluorida	10							_
Co-Ce								
(mg/L)	m (gr)	v (L)	qe	log Ce	log qe	1/Ce	1/qe	_
2,10	0,1	0,06	1,2570	0,4713	0,0993	0,3378	0,7955	
3,87	0,1	0,06	2,3202	2 0,7706	0,3655	0,1696	0,4310	
4,49	0,1	0,06	2,6928	8 0,9986	0,4302	0,1003	0,3714	
5,33	0,1	0,06	3,1968	3 1,1312	0,5047	0,0739	0,3128	
6,51	0,1	0,06	3,9060) 1,3406	0,5917	0,0456	0,2560	_
Langmui	r					_		
N	itrat		Nitrit		Fosfat	<u> </u>	Fluo	rida
1/Ce	1/qe	1/C	e 1/	qe 1	/Ce	1/qe	1/Ce	1/qe
0,4126	0,6395	0,362	25 0,7	974 0,4	1721 0	,5727	0,3378	0,7955
0,2078	0,3112	0,19	77 0,4	099 0,2	2366 0	,3181	0,1696	0,4310
0,1169	0,2452	0,130	0,3 0,3	040 0,1	468 0	,2212	0,1003	0,3714
0,0742	0,2362	0,080	0,2	548 0,0	0970 0	,1659	0,0739	0,3128
0,0443	0,1997	0,043	34 0,2	744 0,0	0509 0	,1546	0,0456	0,2560
Freundlic	ch							
Nit	rat	Nit	rit	Fos	fat	Flue	orida	
log Ce	log qe	log Ce	log qe	log Ce	log qe	log Ce	log qe	
0,3845	0,1942	0,4408	0,0983	0,3259	0,2420	0,4713	0,0993	
0,6824	0,5069	0,7041	0,3873	0,6259	0,4974	0,7706	0,3655	
0,9323	0,6105	0,8839	0,5171	0,8334	0,6552	0,9986	0,4302	
1,1298	0,6266	1,0929	0,5937	1,0134	0,7801	1,1312	0,5047	
1,3537	0,6997	1,3624	0,5616	1,2929	0,8109	1,3406	0,5917	

MODEL KINETIKA

qt	qe	log(qe-qt)	t/qt				
1,7309	1,5638	#NUM!	8,6658				
2,2147	3,2131	-0,0007	20,3186				
2,5168	4,0781	0,1935	23,8402				
3,1490	4,2330	0,0350	28,5801				
2,4654	5,0086	0,4054	48,6736				
Nitrit							
qt	qe	log(qe-qt)	t/qt				
1,1328	1,2540	-0,9165	13,2415				
1,8216	2,4396	-0,2090	24,7036				
2,4978	3,2892	-0,1016	24,0211				
2,1870	3,9240	0,2398	41,1523				
2,1096	3,6444	0,1861	56,8828				
Fosfat							
qt	qe	log(qe-qt)	t/qt				
2,1828	1,7460	#NUM!	6,8719				
2,3070	3,1434	-0,0776	19,5059				
3,3978	4,5210	0,0505	17,6585				
3,4326	6,0264	0,4139	26,2192				
3,0000	6,4692	0,5402	40,0000				
Fluorida							
at	ae	log(ae-at)	t/at				
2.7084	1.2570	#NUM!	5.5383				
3,3966	2,3202	#NUM!	13,2485				
3,8886	2,6928	#NUM!	15,4297				
3,5208	3,1968	#NUM!	25,5624				
2,6616	3,9060	0,0950	45,0857				
Pseudo (Orde 1		637				
Ν	Nitrat	Ni	trit		Fosfat		Fluorida
t	log (ae-at)	t lo	g (ae-at)	t	log (ae-at)	t	log (ae

t	log (qe-qt)						
15	#NUM!	15	-0,9165	15	#NUM!	15	#NUM!
45	-0,0007	45	-0,2090	45	-0,0776	45	#NUM!
60	0,1935	60	-0,1016	60	0,0505	60	#NUM!
90	0,0350	90	0,2398	90	0,4139	90	#NUM!
120	0,4054	120	0,1861	120	0,5402	120	0,0950
Pseudo Orde 2							
---------------	---------	--------	---------	--------	---------	----------	---------
Nitrat		Nitrit		Fosfat		Fluorida	
t	t/qt	t	t/qt	t	t/qt	t	t/qt
15	8,6658	15	13,2415	15	6,8719	15	5,5383
45	20,3186	45	24,7036	45	19,5059	45	13,2485
60	23,8402	60	24,0211	60	17,6585	60	15,4297
90	28,5801	90	41,1523	90	26,2192	90	25,5624
120	48,6736	120	56,8828	120	40,0000	120	45,0857



LAMPIRAN 2

PERHITUNGAN HKL DAN UKURAN KRISTAL

20	θ	Radians (θ)	sin 2 θ Radians	$ \begin{array}{c} 1 x \\ (\sin 2 \\ \theta/ \\ \sin 2 \theta \\ \min) \end{array} $	2 x (sin 2 θ/ sin 2 θ min)	3 x (sin 2 θ/ sin 2 θ min)	h2 + k2 + l2	h,k,l
18,427	9,214	0,161	0,026	1	2	3	3	1,1,1
30,247	15,124	0,264	0,068	2,655	5,310	7,966	8	2,2,0
31,807	15,904	0,278	0,075	2,929	5,858	8,787	9	2,2,1
35,607	17,804	0,311	0,093	3,647	7,293	10,940	11	3,1,1
43,220	21,610	0,377	0,136	5,291	10,581	15,872	16	4,0,0
45,494	22,747	0,397	0,150	5,832	11,664	17,496	17	4,1,0
57,131	28,566	0,499	0,229	8,919	17,837	26,756	27	5,1,1
62,667	31,334	0,547	0,270	3,973	7,945	11,918	12	2,2,2
83,886	41,943	0,732	0,447	17,426	34,852	52,279	52	6,4,0

HKL NANOKOMPOSIT

UKURAN KRISTAL

D =	Κ.λ/	β.cos	θ
-----	------	-------	---

K = konstata = 0,94

β=FWHM

 $\lambda = 1,541 \text{ Å} = 0,1541 \text{ nm}$

		Radians		FWHM	Radians	_	2	
20	θ	θ(c)	cos θ	(β)	β	K	r	D (nm)
18,427	9,2135	0,1608	0,9871	0,352	0,0061	0,94	0,1541	23,8864
30,247	15,1235	0,2640	0,9654	0,224	0,0039	0,94	0,1541	38,3807
31,807	15,9035	0,2776	0,9617	0,471	0,0082	0,94	0,1541	18,3224
35,607	17,8035	0,3107	0,9521	0,361	0,0063	0,94	0,1541	24,1467
43,22	21,6100	0,3772	0,9297	0,352	0,0061	0,94	0,1541	25,3607
45,494	22,7470	0,3970	0,9222	0,269	0,0047	0,94	0,1541	33,4554
57,131	28,5655	0,4986	0,8783	0,854	0,0149	0,94	0,1541	11,0654
62,667	31,3335	0,5469	0,8542	0,555	0,0097	0,94	0,1541	17,5075
83,886	41,9430	0,7320	0,7438	0,493	0,0086	0,94	0,1541	22,6331
						Ra	nta - rata	24,0156

CONTOH PERHITUNGAN

PARAMETER NITRIT

1. PERHITUNGAN PERSENTASE ADSORPSI

% adsorpsi = $\frac{(Co - Ce)}{Co} \times 100\%$ Diketahui Co = 9,13 mg/LCe = 5,06 mg/LMaka : % adsorpsi = $\frac{(9,13-5,06)}{9,13} \times 100\%$ = 44,56 % 2. PERHITUNGAN ISOTERM ADSORPSI

Isoterm Langmuir $\frac{1}{q_e} = \frac{1}{kl. q_m} \frac{1}{C_e} + \frac{1}{q_m}$

Diplot $\frac{1}{C_e}$ vs $\frac{1}{q_e}$ dengan slope $\frac{1}{kl.q_m}$ dan intersep $\frac{1}{q_m}$ y = 1,7383x + 0,1248

 $\frac{1}{q_m} = 0,1248$

qm = 8,0128

$$\frac{1}{kl.q_m} = 1,7383$$

$$Kl. q_m = \frac{1}{1,7383}$$

 K_L . 8,0128 = 0,5753

 $K_L = 0,0718$

Isoterm Freundlich

 $\log q_e = \log k_f + \frac{1}{n} \log C_e$ Diplot log Ce vs log qe dengan slope adalah 1/n dan intersep adalah log Kf

y = 0,503x - 0,0195

 $\log K_{\rm f} = -0,0195$

Kf 0,9561

1/n = 0.503

n = 1,9881

3. PERHITUNGAN MODEL KINETIKA ADSORPSI Orde satu semu Lagergen 1.1

$$Log (q_e - q_t) = Log q_e - \frac{k1}{2,303}t$$

Diplot kurva t vs log (qe-qt) dengan slope adalah k1 dan intersep adalah qe y = 0,0103x - 0,8388 $\frac{k1}{2,303} = 0,0103$

k1 = 0,0237 $\log qe = -0.8388$ $qe = 10^{-0.8388}$ qe = 0,1449Orde dua $\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t$ Diplot kurva t vs $\frac{t}{q_t}$ dengan slope adalah $\frac{1}{q_e}$ dan intersep $\frac{1}{k_2 q_e^2}$ y = 0,4142x + 4,6649 $\frac{1}{q_e} = 0,4142$ $\frac{1}{0,4142} = qe$ qe = 2,4143 $\frac{1}{k_2 q_e^2} = 4,6649$ $\frac{1}{k_2.(2,4143)^2} = 4,6649$ $\frac{1}{4,6649.(2,4143)^2} = k_2$ $k_2 = 0,0368$

LAMPIRAN 3

HASIL KARAKTERISASI

GSA

a. KA



Total Pore Volume dat

Total pore volume = 1.240e-01 cc/g for pores smaller than 1515.0 Å (Radius) at P/Po = 0.99364

b. Fe₃O₄/KA







PROFESSION CARDING IN THE		a specific	
Sensitivity:	50		
Peak 1st			
Position:	3436,98	htersity:	13,162
Position:	1114,32	Intensity:	17,536
Position:	1627,51	Intensity:	17,770
Position:	1382,96	Intensity:	17,803



b. Fe₃O₄/KA



LAMPIRAN 4

DOKUMENTASI PENELITIAN

Tempurung Kelapa Sawit



Sintesis Fe₃O₄





Endapan hasil penyaringan



Hasil akhir Fe₃O₄

Sintesis Nanokomposit

NaOH



Oksida logam + KA + aquabides



Dimasukkan dalam wadah reaktor



Hasil akhir nanokomposit

Nitrat hasil adsorpsi setelah penambahan reagen uji









Variasi waktu

Fosfat hasil adsorpsi setelah penambahan reagen uji



Variasi konsentrasi



Variasi konsentrasi



Variasi pH

Variasi pH





Fluorida hasil adsorpsi setelah penambahan reagen uji





Variasi pH



Variasi waktu



Variasi konsentrasi