

**SINTESIS NiFe_2O_4 DAN $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{BENTONIT}$ UNTUK OKSIDASI
KATALITIK METIL VIOLET**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains
(S.Si.) Program Studi Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan
Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta**



Diajukan oleh :
EVI RAHMAWATI
NIM. 19612063

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2023**

**SINTESIS NiFe_2O_4 DAN NiFe_2O_4 /BENTONIT UNTUK OKSIDASI
KATALITIK METIL VIOLET**

SKRIPSI

Yang diajukan oleh :

ISLAM
EVI RAHMAWATI
NIM : 19612063

Telah disetujui oleh :

Dosen Pembimbing


Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si.

Yogyakarta, 31 Maret 2023


Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia

FMIPA-UII


Gani Purwiandono, M.Sc., Ph.D.

SINTESIS NiFe_2O_4 DAN $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{BENTONIT}$ UNTUK OKSIDASI KATALITIK METIL VIOLET

SKRIPSI

Yang diajukan oleh :

EVI RAHMAWATI

NIM : 19612063

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Prodi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

ISLAM

Yogyakarta, 10 April 2023

Dewan Penguji

Tanda Tangan

1. Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si.

2. Dr. Maisari Utami, S.Si

3. Ika Yanti, M.Sc.

الجامعة الإسلامية
الاستدلاء بالاندية

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.



PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Evi Rahmawati
NIM : 19612063
Program Studi : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi dengan judul “Sintesis NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ untuk Oksidasi Katalitik Metil Violet” bersifat asli dan tidak berisi materi yang telah diterbitkan sebelumnya, kecuali yang disebutkan di dalam naskah skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan dalam skripsi ini.

Apabila di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 16 Mei 2023

Penulis,



Evi Rahmawati
NIM. 19612063

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh.

Puji syukur senantiasa penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga skripsi yang berjudul “**Sintesis Nanopartikel NiFe₂O₄ dan NiFe₂O₄/Bentonit untuk Oksidasi Katalitik Metil Violet**” ini dapat terselesaikan dengan sebaik-baiknya. Shalawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW yang dinantikan syafa'atnya di yaumul akhir nanti.

Proposal skripsi ini tidak dapat terselesaikan tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak, baik itu berupa material maupun non material, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tua saya yang senantiasa memberikan dukungan moril maupun materil.
2. Bapak Fathul Wahid, S.T., M.Sc., Ph.D selaku rektor Universitas Islam Indonesia
3. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
4. Bapak Gani Purwiandono, M.Sc., Ph.D. selaku ketua program studi kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Ibu Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan juga saran dalam penyusunan skripsi ini
6. Seluruh dosen kimia, staff pengajar, laboran dan karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
7. Rekan-rekan dari tim riset MEE (Material for Energy and Environment) yang senantiasa membantu penulis selama penelitian.

Penulis menyadari dalam pembuatan dan penyusunan skripsi ini masih banyak kekurangan dan keterbatasan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat

membangun penulis akan terima dengan kerendahan hati. Semoga skripsi ini dapat digunakan oleh berbagai pihak yang berkepentingan serta berguna untuk kemajuan ilmu pengetahuan khususnya di bidang nanomaterial.

Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh.

Yogyakarta, 30 Desember 2022



Evi Rahmawati

SINTESIS NANOPARTIKEL NiFe_2O_4 DAN $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{BENTONIT}$ UNTUK OKSIDASI KATALITIK METIL VIOLET

INTISARI

Evi Rahmawati

NIM 19612063

Nanopartikel spinel ferit dari NiFe_2O_4 telah mendapat perhatian yang cukup besar sebagai material magnetik untuk berbagai aplikasi termasuk sebagai katalis dalam proses oksidasi lanjutan. Peningkatan aktivitas NiFe_2O_4 sebagai katalis dapat dilakukan dengan cara dispersi ke material berpori. Pada penelitian ini dispersi NiFe_2O_4 dilakukan dengan menggunakan mineral lempung montmorillonit. Nanopartikel NiFe_2O_4 disintesis dengan metode hidrotermal dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam. Karakteristik material dianalisis menggunakan X-Ray Diffraction menunjukkan bahwa nikel ferit berhasil disintesis dibuktikan dengan terbentuknya puncak 2θ pada 31° (200), 35° (311), 43° (400), 45° (331), 56° (511), 63° (440), 66° (531), 75° (622) dan puncak bentonit muncul pada sudut $2\theta = 26,62^\circ$ (011) dan $27,35^\circ$ (101). NiFe_2O_4 memiliki ukuran kristal rata-rata sebesar 61,93 nm, sedangkan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ memiliki ukuran kristal rata-rata 78,57 nm. Hasil analisis Gas Sorption Analyzer kedua sampel menunjukkan material memiliki ukuran diameter pori 2-13 nm (mesopori). Karakterisasi Scanning Electron Microscope memperlihatkan morfologi permukaan kedua sampel memiliki distribusi ukuran partikel tidak seragam. Bahan diuji dalam oksidasi metil violet. $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ menunjukkan aktivitas katalitik yang sangat baik dalam oksidasi metil violet, dengan aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan NiFe_2O_4 .

Kata kunci : NiFe_2O_4 , Proses oksidasi lanjutan, Degradasi pewarna, Metil Violet

SYNTHESIS OF NiFe₂O₄ AND NiFe₂O₄/BENTONITE NANOPARTICLES FOR CATALYTIC OXIDATION OF METHYL VIOLET

ABSTRACT

Evi Rahmawati

NIM 19612063

Spinel ferrite nanoparticles from NiFe₂O₄ have received considerable attention as a magnetic material for various applications including as a catalyst in advanced oxidation processes. Increasing the activity of NiFe₂O₄ as a catalyst can be done by means of dispersion into porous materials. In this study the dispersion of NiFe₂O₄ was carried out using montmorillonite clay minerals. NiFe₂O₄ nanoparticles were synthesized by hydrothermal method and calcined at 500°C for 2 hours. Material characteristics analyzed using X-Ray Diffraction showed that nickel ferrite was successfully synthesized as evidenced by the formation of the 2θ peaks at 31° (200), 35° (311), 43° (400), 45° (331), 56° (511), 63° (440), 66° (531), 75° (622) and the bentonite peak appears at an angle of 2θ = 26,62° (011) dan 27,35° (101). NiFe₂O₄ has an average crystal size of 61.93 nm, while NiFe₂O₄/Bentonite has an average crystal size of 78.57 nm. The results of the Gas Sorption Analyzer analysis of the two samples show that the material has a pore size of 2-13 nm (mesoporous). Scanning Electron Microscope characterization showed that the surface morphology of the two samples had non-uniform particle size distribution. Material tested in methyl violet oxidation. NiFe₂O₄/Bentonite has shown excellent catalytic activity in methyl violet oxidation, with higher activity than NiFe₂O₄.

Keywords : NiFe₂O₄, Advanced oxidation process, Dye degradation, Methyl Violet

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	iv
KATA PENGANTAR	v
INTISARI.....	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Nanopartikel NiFe ₂ O ₄	4
2.2 Sintesis NiFe ₂ O ₄	5
BAB III. DASAR TEORI	7
3.1 Hidrotermal	7
3.2 Katalis	8
3.3 Bentonit.....	9
3.4 Metil Violet	10
3.5 <i>Advanced Oxidation Processes</i> (AOPs)	11
3.6 Spektrofotometer UV-Vis.....	12
3.7 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	14
3.8 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	14
3.9 <i>Gas Sorption Analyzer</i> (GSA).....	15
3.10 Hipotesis	16
BAB IV. METODE PENELITIAN	17
4.1 Alat dan Bahan	17
4.1.1 Alat.....	17
4.1.2 Bahan.....	17
4.2 Prosedur Penelitian	17
4.2.1 Sintesis NiFe ₂ O ₄ /Bentonit	17
4.2.2 Sintesis NiFe ₂ O ₄	18
4.2.3 Karakterisasi Material	18
4.2.4 Aktivitas Oksidasi Katalitik Metil Violet.....	18
4.2.5 Aktivitas Adsorpsi Metil Violet.....	19

BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	20
5.1 Sintesis NiFe ₂ O ₄ dan NiFe ₂ O ₄ /Bentonit	20
5.2 Uji aktivitas Degradasi Metil Violet.....	23
5.3 Hasil <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	25
5.4 Hasil <i>Gas Sorption Analyzer</i>	27
5.5 Hasil <i>Scanning Electron Microscope</i>	29
5.6 Hasil Spektrofotometer UV-Vis.....	31
BAB VI. KESIMPULAN DAN SARAN	35
6.1 Kesimpulan	35
6.2 Saran	35
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur NiFe_2O_4	4
Gambar 2. Struktur Bentonit.....	10
Gambar 3. Struktur metil violet	11
Gambar 4. Bagan alat spektrofotometer UV-Vis	13
Gambar 5. Mekanisme reaksi pembentukan NiFe_2O_4 dengan surfaktan.....	21
Gambar 6. Molekul NiFe_2O_4 menempel disekitar misel surfaktan	22
Gambar 7. Nanopartikel NiFe_2O_4 (a) dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ (b)	23
Gambar 8. Mekanisme degradasi metil violet menggunakan radikal hidroksil.....	24
Gambar 9. Difraktogram NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	25
Gambar 10. Isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 dari NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	27
Gambar 11. Distribusi ukuran pori NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	28
Gambar 12. Morfologi NiFe_2O_4	29
Gambar 13. Unsur NiFe_2O_4	30
Gambar 14. Morfologi $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	30
Gambar 15. Unsur $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	31
Gambar 16. Aktivitas degradasi metil violet menggunakan NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	32
Gambar 18. Orde reaksi oksidasi katalitik metil violet oleh $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	34
Gambar 19. Kurva BET NiFe_2O_4	44
Gambar 20. Kurva BET $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	45
Gambar 21. Wavelength scan oksidasi metil violet menggunakan NiFe_2O_4	47
Gambar 22. Wavelength scan adsorpsi metil violet menggunakan NiFe_2O_4	48
Gambar 23. Penurunan absorbansi metil violet pada sampel NiFe_2O_4	49
Gambar 24. Wavelength scan oksidasi metil violet menggunakan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	49
Gambar 25. Wavelength scan desorpsi metil violet menggunakan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	50
Gambar 26. Penurunan absorbansi metil violet pada sampel $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	51
Gambar 27. Proses sintesis nanopartikel	52
Gambar 28. Hasil oven nanopartikel.....	52
Gambar 29. Hasil kalsinasi nanopartikel.....	52
Gambar 30. Hasil oksidasi katalitik metil violet menggunakan NiFe_2O_4	53
Gambar 31. Hasil adsorpsi metil violet menggunakan NiFe_2O_4	53
Gambar 32. Hasil oksidasi katalitik metil violet menggunakan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	53
Gambar 33. Hasil adsorpsi metil violet menggunakan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	53

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Orde reaksi dalam degradasi metil violet.....	34
Tabel 2. Perhitungan ukuran kristal NiFe_2O_4	43
Tabel 3. Perhitungan ukuran kristal $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$	43
Tabel 4. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis NiFe_2O_4 (oksidasi Metil Violet).....	47
Tabel 5. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis NiFe_2O_4 (adsorpsi Metil Violet).....	48
Tabel 6. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ (oksidasi Metil Violet) 50	
Tabel 7. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ (adsorpsi Metil Violet) 51	

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertumbuhan penduduk di Indonesia mengalami peningkatan setiap tahunnya, hal ini mendorong perkembangan sektor industri, seperti industri tekstil, tinta, dan cat. Industri ini memiliki dampak negatif yaitu pencemaran lingkungan yang berasal dari penggunaan zat warna sintesis. Zat warna yang digunakan umumnya tidak seluruhnya dapat terserap pada bahan dan akhirnya terbuang sebagai limbah cair. Limbah tersebut jika dibuang ke lingkungan perairan akan menimbulkan bahaya untuk kesehatan dan rusaknya ekologi lingkungan (Lanjar *et al.*, 2018). Salah satu zat warna yang sering digunakan adalah metil violet. Metil violet adalah zat yang memberikan warna ungu dari jenis trifenil metana, metil violet memiliki kestabilan yang tinggi sehingga sangat sulit terdegradasi di ekosistem perairan, bersifat toksik, mutagenik serta karsinogenik (Astuti *et al.*, 2018).

Pengolahan limbah metil violet dapat dilakukan dengan metode *Advanced Oxidation Process* (AOPs) yang merupakan proses oksidasi lanjut menggunakan kombinasi beberapa proses antara lain katalis, hidrogen peroksida, karbon aktif, ozonasi, sinar ultra violet (UV), dan beberapa proses lainnya yang menghasilkan radikal hidroksil. Proses oksidasi lanjut dilakukan dengan menggunakan oksidator kuat, sehingga metode tersebut memiliki keunggulan dalam mengurai senyawa toksik dan senyawa organik yang sulit diurai (Rahmayanti *et al.*, 2022). Salah satu katalis yang memiliki keunggulan dalam AOPs adalah material magnetik. Sistem AOPs yang menggunakan material serbuk memiliki kekurangan pada saat pemisahan material tersebut setelah proses degradasi pewarna. Oleh karena itu, dikembangkan material magnetik sebagai material AOPs yang dapat dipisahkan menggunakan medan magnetik luar (Kadarisman & Nurhasanah, 2021).

Salah satu material magnetik yaitu nanopartikel spinel ferit yang memiliki struktur kristal kubik spinel dengan rumus struktur MFe_2O_4 (M merupakan ion logam divalent, seperti Ni, Co, Cu, Mn, Mg, Zn, Fe). Diantara grup ferit berstruktur kristal, Nikel ferit

(NiFe₂O₄) merupakan salah satu yang sangat menarik untuk dikembangkan karena memiliki kestabilan fasa yang baik, struktur magnetik yang unik, dan nilai magnetisasi saturasi yang tinggi (Mulyawan *et al.*, 2017). NiFe₂O₄ telah disintesis dengan berbagai metode seperti hidrotermal, kopresipitasi, proses sonokimia, teknik prekursor polimer, paduan mekanik, sol-gel, pelepasan kawat berdenyut, gelombang kejut, misel terbalik dan proses hidrotermal berbantuan ultrasonik (Haq *et al.*, 2021).

Pada penelitian ini NiFe₂O₄ akan disintesis dengan metode hidrotermal yang dilakukan dalam *autoclave* pada temperatur tertentu dan tekanan tinggi. Keuntungan metode hidrotermal yaitu dapat dilakukan pada suhu rendah, pada metode ini, reaksi berlangsung cukup cepat dengan mengontrol kristalinitas, ukuran kristal, kemurnian, menghasilkan produk kristal yang homogeny, dan dapat mengurangi aglomerasi (Sumiyati *et al.*, 2021)

Aktivitas degradasi dari NiFe₂O₄ dapat lebih efektif dengan cara diimbangkan pada suatu mineral alam sehingga memiliki kemampuan ganda yaitu sebagai katalis dan adsorben. Mineral alam yang dapat digunakan sebagai matriks pengemban adalah bentonit. Bentonit adalah jenis lempung yang ketersediaannya cukup melimpah di Indonesia. Bentonit memiliki lapisan-lapisan silikat bermuatan negatif, karena adanya substitusi kation Si⁴⁺ oleh Al³⁺, agar muatan negatif bentonit seimbang maka pada daerah antar lapis akan mengikat kation-kation yang mudah untuk dipertukarkan sehingga bentonit memiliki keunggulan *swelling*, sifat penukar ion, dan luas permukaan yang besar (Jayanti *et al.*, 2014).

Sintesis NiFe₂O₄ telah banyak dilakukan dengan mengkaji berbagai variasi metode termasuk sintesis hijau (*green synthesis*) NiFe₂O₄, pengaruh suhu sintesis, pengaruh konsentrasi NaOH. Sedangkan keterbaruan pada penelitian ini akan dilakukan sintesis NiFe₂O₄/Bentonit dan mengkaji pengaruh bentonit sebagai material pendukung NiFe₂O₄ pada aktivitas degradasi metil violet.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut dapat dirumuskan suatu rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana mensintesis NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ dengan metode hidrotermal.
2. Bagaimana perbandingan karakteristik NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$.
3. Bagaimana perbandingan aktivitas NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ dalam oksidasi katalitik metil violet.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah tersebut, dilakukan penelitian yang bertujuan untuk:

1. Melakukan sintesis NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ dengan metode hidrotermal.
2. Melakukan karakterisasi NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$.
3. Melakukan oksidasi katalitik metil violet menggunakan katalis NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah

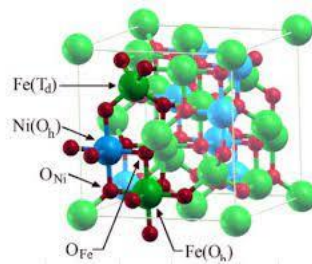
1. Memperoleh hasil sintesis NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ dengan metode hidrotermal.
2. Mengetahui karakteristik NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$.
3. Mengetahui aktivitas nanopartikel NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ dalam oksidasi katalitik metil violet.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanopartikel NiFe_2O_4

Nanopartikel merupakan partikel koloid padat yang memiliki diameter 1-1000 nm. Nanopartikel spinel ferit adalah salah satu nanopartikel yang telah banyak dikembangkan. Nanopartikel spinel ferit memiliki rumus struktur MFe_2O_4 (M merupakan ion logam divalen, seperti Ni, Co, Cu, Mn, Mg, Zn, Fe) dengan struktur kristal kubik spinel. Nanokristal spinel ferit magnetik dianggap sebagai salah satu bahan anorganik yang paling penting karena sifat elektronik, sifat optik, listrik, magnetik dan katalitik (Kooti & Sedeh, 2013).

Nanopartikel spinel ferit yang banyak dikembangkan saat ini salah satunya adalah nanopartikel nikel ferit (NiFe_2O_4). Nanopartikel NiFe_2O_4 adalah material soft magnetik dengan magnetisasi saturasi dan koersivitas yang rendah, namun memiliki resistivitas listrik yang tinggi, stabilitas kimia yang sangat baik, dan kekerasan mekanik (Nurjanah *et al.*, 2022).



Gambar 1. Struktur NiFe_2O_4 (Rahmawita & Ulianas, 2021).

Nanopartikel ini memiliki struktur spinel terbalik, dimana ion Ni^{2+} berada di site oktahedral dan ion Fe^{3+} terdistribusi merata di site tetrahedral dan oktahedral. Nanopartikel NiFe_2O_4 memiliki sifat ferrimagnetik yang disebabkan oleh pasangan momen magnet anti-paralel antara momen magnet ion Fe^{3+} pada site tetrahedral dengan momen magnet ion Ni^{2+} dan ion Fe^{3+} pada site oktahedral. Nanopartikel NiFe_2O_4 memiliki kurva histeresis yang sempit, sehingga material ini dapat dimanfaatkan sebagai material inti yang baik untuk aplikasi sektor transformator daya dan aplikasi

pada bidang telekomunikasi. Selain itu, bahan ini juga dapat digunakan pada teknologi sensor gas, kelembaban, dan sebagai bahan katalis (Muflihatun *et al.*, 2015).

Nanopartikel nikel ferit (NiFe_2O_4) adalah nanopartikel magnetik memiliki karakteristik titik leleh rendah, koefisien muai besar, pemanasan spesifik tinggi, momen magnetik saturasi suhu transisi magnetik rendah. NiFe_2O_4 merupakan oksida feromagnetik kubik dengan permeabilitas tinggi pada frekuensi tinggi dan hambatan listrik yang tinggi. Nanopartikel NiFe_2O_4 merupakan material ferit yang lunak dengan karakteristik sifat feromagnetik, konduktivitas rendah, kerugian arus eddy rendah, tinggi stabilitas elektrokimia, perilaku katalitik dan banyak tersedia di alam (Utari *et al.*, 2022)

2.2 Sintesis NiFe_2O_4

NiFe_2O_4 telah disintesis dengan berbagai metode seperti hidrotermal, kopresipitasi, combustion method, proses sonokimia, teknik prekursor polimer, paduan mekanik, sol-gel, pelepasan kawat berdenyut, gelombang kejut, misel terbalik dan proses hidrotermal berbantuan ultrasonik (Haq *et al.*, 2021), (Muflihatun *et al.*, 2015).

Sintesis NiFe_2O_4 telah dilakukan oleh Nurmayansih *et al.*, (2020), dengan metode kopresipitasi dan kondisi kalsinasi pada suhu 800°C selama 1 jam menghasilkan ukuran kristal 80,52 nm dan morfologi material mengalami aglomerasi karena nanopartikel memiliki energi permukaan yang tinggi. Metode sintesis NiFe_2O_4 lainnya telah dilakukan oleh Hariani *et al.*, (2021), menggunakan metode pembakaran dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam, menghasilkan ukuran partikel di kisaran 10-40 nm dan menunjukkan saturasi nilai magnetisasi sebesar 47,32 emu/g. Sintesis NiFe_2O_4 juga telah dilakukan oleh Majid *et al.*, (2021), dengan metode hidrotermal dan sol-gel keduanya menghasilkan NiFe_2O_4 dengan ukuran partikel 29,39 nm dan 52,16 nm.

Metode sol-gel merupakan metode yang dapat digunakan untuk sintesis zat ferit berukuran nano karena memiliki keuntungan seperti manajemen stoikiometri yang sesuai dan pembuatan partikel ultra halus dengan distribusi dimensi tipis dalam waktu

pemrosesan yang sangat singkat pada suhu yang sangat rendah. Metode sol-gel biasanya mengacu pada hidrolisis dan kondensasi prekursor alkoksida logam, khususnya untuk dispersi partikel oksida dalam "sol" yang kemudian dikeringkan atau "gel" melalui eliminasi pelarut atau melalui reaksi kimia. Pelarut yang biasanya digunakan adalah air, tetapi prekursor juga bisa dibuat dengan media asam atau sederhana (Teja & Koh, 2009 dalam ((Nurjanah *et al.*, 2022).

Metode kopresipitasi merupakan metode yang dapat digunakan untuk sintesis nanopartikel, untuk membuat zat dengan tingkat kemurnian yang tinggi metode ini tidak tepat. Dalam metode ini, menggunakan reaktor berukuran nano untuk pembentukan homogen nanopartikel nikel ferit. Ditambahkan surfaktan seperti natrium dodesil sulfat (NaDS) atau asam oleat untuk melindungi oksidasi nanopartikel di atmosfer dan juga untuk menghentikan aglomerasinya, kemudian didispersikan dalam berbagai cairan pembawa seperti etanol, metanol, ammonia. Kelebihan metode kopresipitasi yaitu laju ukuran, produksi, dan distribusi nanopartikel ferit relatif sederhana dan tidak memerlukan perlakuan panas mekanis atau gelombang mikro tambahan (Nurjanah *et al.*, 2022).

Metode sintesis lain yang dapat digunakan adalah hidrotermal yang memiliki prinsip pemanasan reaktan dalam autoklaf yang berisi air sehingga dapat menaikkan suhu dan tekanan secara cepat. Hasil sintesis yang diperoleh memiliki kemurnian dengan kristalinitas tinggi (Putri *et al.*, 2018). Keunggulan metode hidrotermal yaitu produk akhir berupa serbuk langsung dari larutan dengan reaktivitas tinggi, ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan bahan awal dan kondisi hidrotermal yang berbeda. Namun metode ini juga memiliki kelemahan yaitu kelarutan bahan awal harus diketahui, semiliquid hidrotermal yang korosif, dan penggunaan wadah bertekanan tinggi dapat berbahaya (Nurjanah *et al.*, 2022).

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Hidrotermal

Hidrotermal terdiri dari kata hidro yang berarti air dan termal yang artinya panas. Metode hidrotermal merupakan proses pemanasan pelarut air, yang melibatkan pemanasan reaktan dalam *autoclave* (wadah tertutup) menggunakan air sehingga, tekanan mengalami peningkatan dan air tetap sebagai cairan. Kondisi hidrotermal terjadi apabila tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer. Dan superheated water terjadi jika pemanasan air di atas titik didih normalnya yaitu 373 K (Ningsih, 2016).

Metode hidrotermal banyak digunakan untuk sintesis oksida. Pada metode hidrotermal sintesis oksida logam dapat terjadi dengan dua tahap, yaitu tahap hidrolisis dari larutan garam menghasilkan logam hidroksida, tahap selanjutnya hidroksida akan terhidrasi menghasilkan oksida logam yang diinginkan. Material yang dihasilkan dapat memiliki bentuk amorf atau kristal (Ningsih, 2016).

Metode hidrotermal memiliki prinsip kerja yaitu pemanasan reaktan dalam wadah tertutup dengan menggunakan medium air, sehingga pada sistem tertutup ini dapat meningkatkan tekanan dan suhu dengan cepat. Secara umum teknik hidrotermal dapat diartikan sebagai sintesis kristal atau pertumbuhan kristal pada temperatur dan tekanan tinggi. Metode hidrotermal dilakukan pada suhu dibawah 300 °C dan dapat memperoleh hasil kemurnian dan kristalinitas yang tinggi (Husein *et al.*, 2019).

Reaksi yang terjadi pada metode hidrotermal dilakukan dengan liner Teflon dalam autoklaf baja tahan karat dan di bawah tekanan autogenous. Proses sintesis, biasanya menggunakan 0,01 mol $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 0,02 mol FeCl_3 (perbandingan mol Ni:Fe yaitu 1:2) membentuk larutan jernih yang dilarutkan dalam 40 ml air deionisasi. Kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer dan ditambahkan 10 ml larutan NaOH 8 M setetes demi setetes. Suspensi yang terbentuk karena penambahan NaOH, dipindahkan ke dalam autoklaf stainless steel berlapis teflon. Autoklaf ditutup dan diletakkan dalam oven pada suhu 180°C selama 10 jam. Ketika reaksi selesai, maka terbentuk produk padat, lalu produk dikumpulkan dengan penyaringan, aseton dan

dicuci menggunakan air deionisasi untuk menghilangkan kotoran. Kemudian, produk dikeringkan dalam vakum pada suhu 50 °C selama 4 jam (Nurjanah *et al.*, 2022).

3.2 Katalis

Katalisator adalah zat atau spesies yang digunakan untuk mempercepat suatu reaksi. Dalam reaksi kimia suatu katalis berperan dalam meningkatkan laju sebuah reaksi melalui penurunan energi pengaktifan reaksi. Besarnya penurunan energi dikendalikan oleh beberapa faktor seperti geometri permukaan, homogenitas situs aktif pada permukaan katalis serta mekanisme reaksi yang dikatalisis (Fatimah, 2013).

Menurut fasanya katalis dapat dibedakan menjadi dua jenis yaitu katalis homogen yang memiliki fasa sama dengan reaktan yang dikatalisisnya, dan katalis heterogen yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan yang dikatalisis. Katalis heterogen bila dibandingkan dengan katalis homogen, memiliki kelebihan sangat mudah dipisahkan dari sistem di akhir proses atau reaksi dan dapat digunakan kembali (Firdaus & Wicaksono, 2013).

Dalam katalis heterogen, penurunan energi pengaktifan terjadi sebagai akibat penurunan energi dari reaktan melalui interaksi permukaan dengan katalis. Reaksi terkatalisis heterogen berupa padatan secara sederhana melibatkan interaksi antara reaktan dengan permukaan, mula-mula terjadi adsorpsi reaktan oleh permukaan padatan, dilanjutkan dengan reaksi permukaan menghasilkan produk pada permukaan, serta desorpsi produk dari permukaan padatan (Fatimah, 2013).

Karakter dasar yang harus dimiliki oleh suatu katalis heterogen yaitu aktivitas yang tinggi per unit volume, selektivitas yang tinggi terhadap produk yang diinginkan pada konversi yang dihasilkan, menghasilkan produk samping yang minim, dapat diregenerasi jika proses deaktivasi cepat, preparasi dapat terulang (reproducible), stabil pada temperatur tinggi terhadap efek sintering, perubahan struktur dan volatilisasi, dan kekuatan mekanika yang tinggi terhadap penggerusan atau proses shaping (Fatimah, 2013).

Katalis heterogen yang efektif umumnya disebabkan oleh luas permukaan situs aktif yang tinggi yang terekspos pada medium reaksi. Salah satu cara untuk memaksimalkan permukaan aktif katalis adalah membuatnya berada dalam bentuk serbuk halus. Namun demikian logam atau oksida logam dalam keadaan murni dapat mengalami sintering sehingga mengalami aglomerasi. Dalam ukuran partikel yang besar, situs aktif menjadi tidak efisien. Pada kebanyakan serbuk logam murni kehilangan luas permukaan akibat sintering dapat terjadi pada temperatur 100 °C, dan sedikit lebih tinggi untuk oksida logam. Pengembanan logam atau oksida logam katalis pada suatu pengemban dengan stabilitas kimiawi dan stabilitas termal yang tinggi merupakan upaya menghindari sintering ini (Fatimah, 2013).

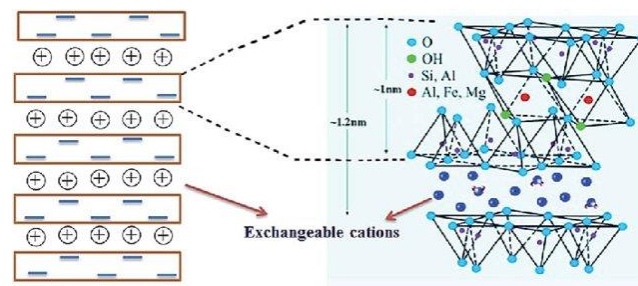
3.3 Bentonit

Secara geologis, lempung merupakan mineral alami dari kalangan silikat yang berbentuk kristal dan struktur berlapis (struktur dua dimensional). Kandungan mineral yang terdapat pada tanah lempung yaitu smektit (montmorillonit), kaolit, haloisit, klorit dan ilit. Bentonit adalah sejenis lempung yang banyak mengandung mineral montmorillonit. Bentonit merupakan mineral yang keberadaannya melimpah di Indonesia. Mineral bentonit berdiameter kurang dari 2 μm yang terdiri dari berbagai macam mineral phyllosilicate yang mengandung silika, aluminium oksida dan hidroksida yang memiliki kemampuan mengikat air. Bentonit memiliki struktur 3 lapisan, yang terdiri dari 2 lapisan silika tetrahedral dan satu lapisan oktahedral (Siregar & Irma, 2016).

Bentonit alam selain mengandung mineral montmorillonit, juga mengandung mineral tidak murni, seperti kalsit, kuarsa, klinoptilolit, oksida besi, feldspars dan asam humat. Mineral montmorillonit dapat dipisahkan dengan melarutkan bentonit alam dalam suatu pelarut sehingga terjadi proses pemisahan dimana partikel bentonit mengendap setelah didiamkan (fraksi I) sedangkan fraksi yang mengapung adalah fraksi II yaitu montmorillonit. Jenis metode fraksinasi ini sering digunakan karena montmorillonit memiliki ukuran partikel yang sangat kecil (2 μm). Selain itu, berat

jenisnya juga berbeda, montmorillonit memiliki berat jenis lebih ringan yaitu sebesar 2,0-2,2 g/cm³ sedangkan bentonit memiliki berat jenis sebesar 2,4-2,8 g/cm³ sehingga secara fisik mudah terpisah (Geraldina *et al.*, 2016).

Montmorillonit terdiri atas alumina-silika yang memiliki konfigurasi 2:1. Montmorillonit merupakan salah satu alternatif adsorben yang baik karena aktivitas adsorpsinya dikenal cukup tinggi (Wibowo, 2017). Struktur montmorillonit dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 2. Struktur Bentonit (Hebbar *et al.*, 2014).

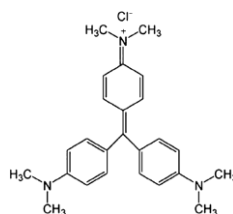
Bentonit memiliki lapisan silikat bermuatan negatif karena adanya substitusi kation Si⁴⁺ oleh Al³⁺, muatan negatif bentonit akan seimbang dengan cara daerah antar lapis bentonit mengikat kation yang mudah dipertukarkan oleh sebab itu, bentonit memiliki keunggulan mengembang (*swelling*), sifat penukar ion yang mampu mengakomodasikan kation antar lapisnya dalam jumlah besar, dan memiliki luas permukaan yang besar (Jayanti *et al.*, 2014).

3.4 Metil Violet

Limbah zat warna paling banyak dihasilkan dari industri tekstil, pencelupan dan percetakan, hal ini dapat merusak lingkungan. Zat warna memiliki struktur aromatis yang dapat mencegah penetrasi cahaya pada air dan sulit untuk terdegradasi dengan cahaya matahari. Zat warna mempunyai resistensi terhadap pengaruh lingkungan seperti efek ph, mikroba, dan suhu. Berdasarkan struktur kimianya zat warna dapat digolongkan menjadi; zat warna xanten, zat warna azo, zat warna quinolin, dan zat warna trifenilmetana (Sanjaya, 2018).

Metil violet berasal dari zat warna golongan trifenilmetana yang paling banyak digunakan terutama pada industri tekstil. Metil violet memiliki sifat persisten, sulit dibiodegradasi dan mengandung senyawa anilin yang bersifat toksik, mutagenik dan karsinogenik sehingga perlu dilakukan penanganan yang serius jika zat tersebut menjadi limbah (Sanjaya, 2018).

Zat warna sintetis metil violet sering digunakan dalam industri, seperti tekstil, kulit, kertas dan printing. Metil violet biasanya digunakan sebagai pewarna pada sutera, nilon, wol, kapas, dan digunakan dalam bidang medis serta biologi. Metil violet tersusun dari tiga senyawa antara lain senyawa organik pararosanilin tetrametil ($M_r = 379,5$), pentametil ($M_r = 393,5$) dan heksa metil ($407,5$). Metil violet sering dikenal dalam bentuk garam dengan rumus molekul $C_{23}H_{26}N_3^+Cl^-$, $C_{24}H_{28}N_3^+Cl^-$, $C_{25}H_{30}N_3^+Cl^-$. Metil violet dapat larut dalam pelarut polar seperti dipropilen glikol (Sari *et al.*, 2022).



Gambar 3. Struktur metil violet (Samadi *et al.*, 2017)

3.5 Advanced Oxidation Processes (AOPs)

Advanced Oxidation Process (AOPs) merupakan proses oksidasi lanjut yang memanfaatkan kombinasi beberapa proses yaitu hidrogen peroksida, katalis, ozonasi, sinar ultra violet (UV), karbon aktif, dan beberapa proses lainnya yang menghasilkan radikal hidroksil. Proses oksidasi kimia lanjut dilakukan menggunakan oksidator kuat, sehingga metode ini memiliki kemampuan mengurai senyawa toksik dan senyawa organik yang sulit diurai (Rahmayanti *et al.*, 2022).

AOPs adalah proses pengolahan air secara oksidatif yang bertujuan untuk mendegradasi limbah-limbah toksik pada sektor industri, rumah sakit, dan pabrik pengolahan air limbah. AOPs dapat mengubah senyawa yang bersifat toksik pada air menjadi substansi yang *biodegradable*. Secara umum, AOPs adalah metode dengan

cost instalasi yang murah, tetapi memiliki operating cost yang tinggi karena memerlukan input chemicals dan energy yang cukup tinggi. Oksidator kuat yang umumnya digunakan pada metode oksidasi lanjut (*Advanced Oxidation*) seperti hidrogen peroksida (H_2O_2) atau ozon (O_3), katalis (ion besi, elektroda, dan logam oksida), dan penyinaran (sinar matahari, sinar UV, ultrasounds), baik secara terpisah atau berupa kombinasinya, dalam kondisi tekanan dan temperatur rendah (Lesa *et al.*, 2020).

Pada proses AOPs terdapat tiga tahapan utama, yaitu :

1. Pembentukan senyawa oksidan kuat seperti (*OH)
2. Reaksi antara oksidator dengan polutan organik yang dapat menghasilkan polutan *biodegradable*.
3. Reaksi yang terjadi pada AOPs menghasilkan air, COD dan garam anorganik (Lesa *et al.*, 2020).

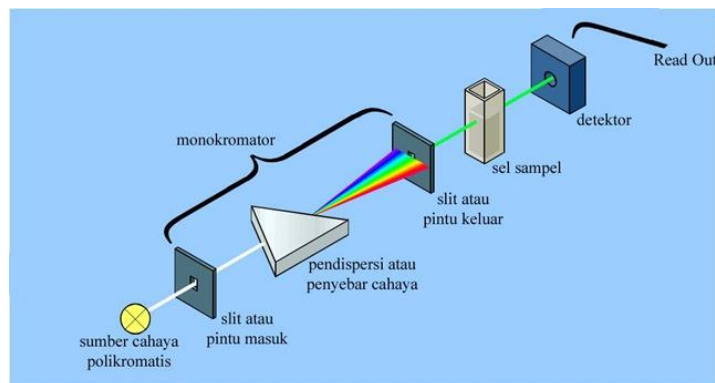
Metode *Advanced Oxidation Processes* (AOPs) dianggap sebagai teknologi alternatif yang dapat mengurangi dampak pencemaran air dari limbah pewarna organik maupun anorganik. Metode AOPs mendegradasi pewarna menggunakan interaksi radikal hidroksil dengan zat pewarna dalam reaksi redoks, sehingga zat pewarna dapat terurai menjadi CO_2 dan endapan garam. Berdasarkan proses pembentukan radikal hidroksil, AOPs terbagi menjadi beberapa sistem, yaitu sistem yang menggunakan reaksi kimia berupa ozonasi dan reaksi fenton menggunakan H_2O_2 , kemudian sistem yang menggunakan proses fotokatalitik yaitu fotokatalis dan foto-fenton, dan system yang menggunakan pemecahan H_2O secara langsung dengan radiasi sinar gamma, berkas elektron, kavitasi akustik gelombang ultrasonik dan elektrolisis (Kadarisman & Nurhasanah, 2021).

3.6 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan instrumen yang sering kali digunakan dalam analisis kimia untuk mendeteksi senyawa (padat/cair) berdasarkan absorbansi foton (Irawan, 2019). Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis yaitu apabila cahaya

monokromatik melalui suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut diserap (I), sebagian dipantulkan (Ir), dan sebagian lagi dipancarkan (It) (Yanlinastuti & Fatimah, 2016).

Spektrofotometer UV-Vis dimanfaatkan untuk menganalisis zat organik dan anorganik, yang memiliki keunggulan selektif dengan ketelitian yang tinggi dan kesalahan relatif sebesar 1%-3%, analisis cepat, tepat, dan dapat menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil. Hasil analisis yang diperoleh cukup akurat, karena angka yang terbaca langsung dicatat oleh detektor dan tercetak dalam bentuk angka digital ataupun grafik yang sudah diregresikan (Rohmah *et al.*, 2021). Sistem spektrofotometer UV-Vis terdiri dari sumber radiasi, monokromator, sel, foto sel, detektor, dan tampilan (display). Sistem spektrofotometer dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 4. Bagan alat spektrofotometer UV-Vis (Sastrohamidjojo, 2007).

Sumber radiasi berfungsi untuk menyediakan energi radiasi dalam rentang panjang gelombang yang tepat untuk pengukuran dan mempertahankan intensitas cahaya tetap selama pengukuran. Monokromator menghasilkan radiasi monokromatik yang diperoleh dengan melewati sampel dan blanko secara bersamaan melalui kuvet menggunakan cermin berputar. Absorbansi bahan diukur dalam sel atau kuvet. Kuvet harus terbuat dari bahan yang tidak menyerap radiasi pada area yang digunakan, biasanya kaca transparan, tetapi bisa juga plastik. Kuvet kuarsa cocok untuk spektroskopi UV-Vis. Fungsi fotosel adalah untuk menangkap cahaya yang dipancarkan oleh zat kemudian mengubahnya menjadi energi listrik yang diteruskan

ke detektor. Detektor adalah bahan yang dapat menyerap energi dari foton dan mengubahnya menjadi bentuk lain, yaitu energi listrik. Layar mengubah pancaran listrik yang berasal dari detektor menjadi meter atau angka yang sesuai dengan hasil analisis (Warono & Syamsudin, 2013).

3.7 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) adalah alat yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit, seperti identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan menggunakan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. XRD juga digunakan untuk mengetahui susunan berbagai jenis atom dalam kristal, orientasi, kehadiran cacat, dan cacat kristal (Hakim *et al.*, 2019).

Prinsip kerja XRD yaitu sinar-X yang terdifraksi, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Pola difraksi yang terbentuk pada sudut yang berbeda menunjukkan karakterisasi sampel. Komponen utama alat XRD adalah sumber sinar-x, bahan uji (spesimen), dan detektor. Untuk mempercepat elektron mengenai logam target sehingga menghasilkan panjang gelombang antara 0,1 sampai 100×10^{-10} m maka sumber sinar-X yang terdapat pada tabung sinar-X akan terjadi tumbukan antara tegangan tinggi. Material yang dianalisis harus berbentuk padatan halus (bubuk). Detektor berfungsi sebagai pendeteksi sudut pancaran sinar X yang dipantulkan ke bahan uji (Lestari & Sartika, 2018)).

3.8 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan instrument jenis mikroskop elektron yang dapat menggambar spesimen dengan cara memindainya dengan sinar elektron berenergi tinggi dalam scan pola raster. Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya, karena resolusi elektron mencapai 0,1 – 0,2 nm sedangkan cahaya hanya mampu mencapai 200 nm. SEM dapat memberikan Informasi topografi permukaan spesimen, komposisi, dan karakteristik lainnya seperti konduktivitas listrik, yang diperoleh akibat interaksi elektron dengan atom-atom sehingga spesimen

menghasilkan sinyal yang mengandung informasi tersebut (Wijayanto & Bayuseno, 2014).

SEM dimanfaatkan untuk melihat morfologi dari suatu bahan. Prinsip kerja SEM adalah sifat gelombang elektron yaitu difraksi dengan sudut yang sangat kecil. Sampel bermuatan menyebarkan elektron (karena sifat kelistrikannya). Jika sampel yang dianalisis tidak bersifat konduktif, maka sampel harus dilapisi (coating) dengan emas terlebih dahulu. Gambar yang dihasilkan menunjukkan struktur sampel yang diuji (Widiyastuti, 2016).

Analisis bahan menggunakan SEM dilakukan dengan prinsip scan sinar elektron pada permukaan sampel, kemudian informasi yang didapatkan diubah menjadi gambar. Dalam SEM, gambar dibuat berdasarkan pendeteksian elektron baru (elektron sekunder) atau elektron yang dipantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel di pindai oleh sinar elektron. Elektron sekunder yang terdeteksi atau elektron yang dipantulkan kemudian diperkuat sinyalnya, selanjutnya, besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor CRT (*cathode ray tube*). Layar CRT ini menampilkan gambar struktur objek yang diperbesar (Widiyastuti, 2016).

3.9 Gas Sorption Analyzer (GSA)

Gas Sorption Analyzer (GSA) merupakan instrumen yang digunakan untuk menentukan diameter dan volume pori, luas permukaan spesifik, distribusi pori, dan isoterm adsorpsi suatu gas pada material (Anawati *et al.*, 2012).

Analisis sampel menggunakan GSA didasarkan pada prinsip siklus adsorpsi dan desorpsi isotermis gas N₂ oleh sampel serbuk pada suhu N₂ cair, berdasarkan prinsip adsorpsi-desorpsi gas adsorbat. Mekanisme adsorpsi gas berupa serangan gas (nitrogen, argon dan helium) yang dapat diadsorpsi oleh permukaan padat pada suhu dan tekanan tertentu. Volume gas yang diperoleh pada tekanan yang berbeda diplot dalam kurva volume gas (*v*) versus tekanan relatif (*P/P₀*). Informasi yang diperoleh kemudian diolah menggunakan berbagai teori dan model komputer untuk

mengubahnya menjadi data luas permukaan, volume pori, dan jari-jari pori (Somorjai, G.A, 1972).

3.10 Hipotesis

Berdasarkan latar belakang dan tinjauan pustaka maka hipotesis dari penelitian ini yaitu :

1. Jika dilakukan sintesis dengan metode hidrotermal maka diperoleh NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ dengan ukuran kristal yang relatif seragam dan kristal yang homogen.
2. Jika dilakukan karakterisasi material menggunakan *X-Ray diffraction* maka diperoleh pola difraksi dari NiFe_2O_4 yaitu (200), (311), (400), (331), (511), (440), (531), dan (622). Jika dilakukan karakterisasi dengan *Gas Sorption Analyzer* maka diketahui penambahan bentonit sebagai material pendukung NiFe_2O_4 dapat meningkatkan situs aktif katalis.
3. Jika dilakukan oksidasi katalitik metil violet maka hasil degradasi menggunakan katalis $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ lebih baik dari pada katalis NiFe_2O_4 .

BAB IV METODE PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu gelas beker 500 ml, gelas beker 100 ml, kaca arloji, cawan porselen, alu, timbangan analitik, tabung reaksi, rak tabung reaksi, gelas ukur 50 ml, labu ukur 250 ml, pipet ukur 5 ml, pipet tetes, tissue, kertas saring, corong, pengaduk kaca, spatula, ball pipet, magnetic stirrer, oven, furnace merek Thermolyne F6010, seperangkat alat autoklaf, suntikan, filter jarum suntik nilon, label, PH universal, Spektrofotometer UV-Vis *Double Beam* Hitachi U-2010, *X-Ray Diffraction* (XRD) merek Bruker D2 Phaser, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merek Phenom Deskrop ProXL, dan *Gas Sorption Analyzer* (GSA) NOVA 1200e.

4.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu nikel (II) klorida ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), besi (III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), natrium dodesil sulfat ($\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$), aquades (H_2O), montmorillonit (bentonit), natrium hidroksida (NaOH), metil violet ($\text{C}_{24}\text{H}_{28}\text{N}_3\text{Cl}$), hidrogen peroksida (H_2O_2).

4.2 Prosedur Penelitian

4.2.1 Sintesis NiFe_2O_4 /Bentonit

Sintesis NiFe_2O_4 /Bentonit dilakukan dengan ditimbang $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1,19 gram kemudian dilarutkan dalam 20 mL aquades. Ditimbang $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 2,701 gram kemudian dilarutkan dalam 20 mL aquades. Selanjutnya, ditimbang dodesil sulfat 0,5 gram dan dilarutkan dalam 20 mL aquades. Ketiga larutan tersebut dicampurkan kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 15 menit. Campuran larutan kemudian ditambahkan NaOH 4 M tetes demi tetes hingga pH larutan 11. Setelah pH larutan 11 kemudian dimasukkan 1 gram bentonit dan di stirrer kembali selama 1 jam. Larutan kemudian dimasukkan dalam autoklaf dan di

oven selama 24 jam pada suhu 150 °C. Kemudian sampel dikeluarkan dari oven dan didinginkan pada suhu ruang. Selanjutnya larutan diletakkan pada cawan porselen dan dioven pada suhu 100 °C sampai kering. Sampel yang telah kering selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam.

4.2.2 Sintesis NiFe₂O₄

Sintesis NiFe₂O₄ dilakukan dengan ditimbang NiCl₂.6H₂O sebanyak 1,19 gram kemudian dilarutkan dalam 20 mL aquades. Ditimbang FeCl₃.6H₂O sebanyak 2,701 gram kemudian dilarutkan dalam 20 mL aquades. Selanjutnya, ditimbang dodesil sulfat 0,5 gram dan dilarutkan dalam 20 mL aquades. Ketiga larutan tersebut dicampurkan kemudian diaduk menggunakan magnetik stirrer selama 15 menit. Campuran larutan kemudian ditambahkan NaOH 4 M tetes demi tetes hingga PH larutan 11. Setelah pH larutan 11 distirrer kembali selama 1 jam. Larutan kemudian dimasukkan dalam autoklaf dan di oven selama 24 jam pada suhu 150 °C. Kemudian sampel dikeluarkan dari oven dan didinginkan pada suhu ruang. Selanjutnya larutan diletakkan pada cawan porselen dan dioven pada 100 °C sampai kering. Sampel yang telah kering selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam.

4.2.3 Karakterisasi Material

Karakterisasi NiFe₂O₄/Bentonit dan NiFe₂O₄ dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction*, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Gas Sorption Analyzer*.

4.2.4 Aktivitas Oksidasi Katalitik Metil Violet

Oksidasi katalitik metil violet dilakukan dengan cara dibuat larutan induk metil violet 100 ppm, dengan ditimbang metil violet sebanyak 0,025 gram kemudian dilarutkan dalam 250 ml aquades. Kemudian dibuat larutan standar 20 ppm dalam 250 ml aquades.

Larutan metil violet 20 ppm sebanyak 250 ml dimasukkan dalam gelas beker ukur 500 ml kemudian ditambahkan H₂O₂ sebanyak 2 ml dan katalis sebanyak 0,1 gram, kemudian di stirrer. Larutan di sampling sebanyak 2 ml dengan variasi waktu 0 menit,

15 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Sampel kemudian di analisis menggunakan spektrofotometer UV Vis untuk mengetahui panjang gelombang metil violet yang telah di oksidasi katalitik.

4.2.5 Aktivitas Adsorpsi Metil Violet

Adsorpsi metil violet dilakukan dengan cara dibuat larutan induk metil violet 100 ppm, dengan ditimbang metil violet sebanyak 0,025 gram kemudian dilarutkan dalam 250 ml aquades. Kemudian dibuat larutan standar 20 ppm dalam 250 ml aquades.

Larutan metil violet 20 ppm sebanyak 250 ml dimasukkan dalam gelas beker ukur 500 dan ditambah katalis sebanyak 0,1 gram, lalu di stirrer. Larutan di sampling sebanyak 2 ml dengan variasi waktu 0 menit, 15 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Sampel kemudian di analisis menggunakan spektrofotometer UV Vis untuk mengetahui panjang gelombang metil violet yang telah di oksidasi katalitik.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

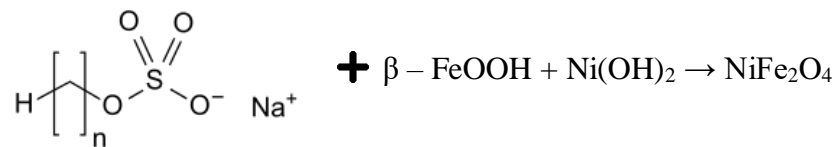
Nikel Ferit adalah nanopartikel magnetik yang memiliki rumus kimia NiFe_2O_4 . Dalam penelitian ini nikel ferit digunakan sebagai katalis dalam oksidasi katalitik metil violet, untuk meningkatkan kemampuan degradasinya nikel ferit diimbangkan pada bentonit yang memiliki luas permukaan tinggi sehingga komposit ini memiliki kemampuan sebagai katalis dan adsorben. NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ disintesis dengan metode hidrotermal. NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan beberapa instrumen yaitu XRD, SEM dan GSA. Komposit tersebut kemudian digunakan sebagai katalis untuk oksidasi katalitik dan adsorpsi metil violet. Untuk menentukan keberhasilan degradasi metil violet dilakukan pengukuran absorbansi metil violet sebelum dan sesudah proses degradasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

5.1 Sintesis NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$

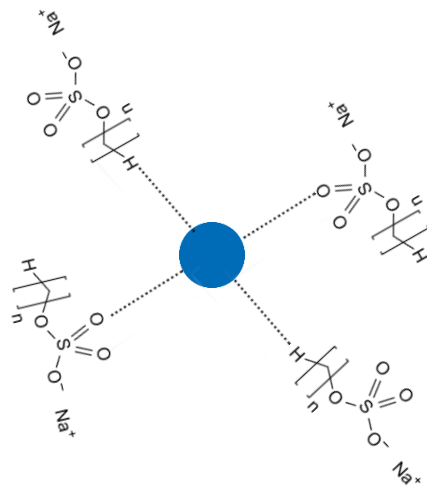
Pada penelitian ini diamati pengaruh bentonit sebagai material pengemban NiFe_2O_4 dalam aktivitas oksidasi katalitik metil violet. Sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 dilakukan dengan pendekatan bottom up yang merupakan teknik sintesis nanopartikel melalui reaksi kimia dengan menggunakan prekursor sehingga menghasilkan material lain yang berukuran nanometer dan menggunakan metode hidrotermal.

Prekursor yang digunakan dalam sintesis NiFe_2O_4 yaitu nikel (II) klorida dan besi (III) klorida heksahidrat, serta ditambah natrium dodesil sulfat sebagai surfaktan (*surface active agent*). Surfaktan telah dibuktikan dapat berpengaruh pada sintesis nanomaterial karena mampu memperkecil ukuran partikel, sehingga nantinya dapat meningkatkan kinerjanya dalam menurunkan intensitas zat warna metil violet secara oksidasi katalitik. Natrium dodesil sulfat dapat membentuk misel atau molekul surfaktan yang kemudian berperan dalam pengurangan ukuran partikel melalui stabilisasi partikel dengan membentuk lapisan tipis di sekitar permukaan yang baru terbentuk. Natrium dodesil sulfat bekerja sebagai pengarah struktur dan pertumbuhan

kristal, mengurangi tegangan permukaan dan menstabilkan nanopartikel logam (Kusumaningrum et al., 2022).



Natrium dodesil sulfat



Gambar 5. Mekanisme reaksi pembentukan NiFe_2O_4 dengan surfaktan

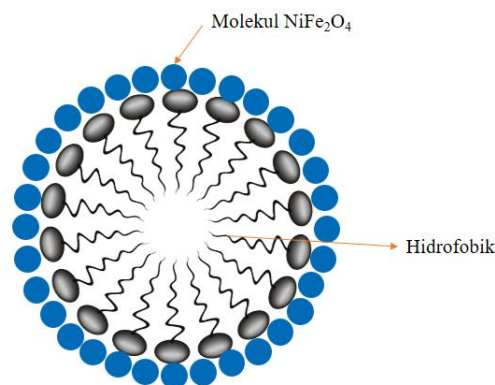
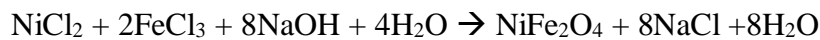
Ketiga larutan tersebut dicampurkan kemudian diaduk menggunakan magnetik stirrer selama 15 menit. Campuran larutan kemudian ditambahkan NaOH 4 M tetes demi tetes hingga pH larutan 11. Larutan perlu dikontrol pada pH 11 dengan ditetaskan sedikit demi sedikit NaOH , yang berperan sebagai zat pemecah (pengurai) yang baik, semakin bertambah konsentrasi (konsentrasi optimum) NaOH yang ada dalam proses sintesis maka mengakibatkan ukuran butir nanopartikel NiFe_2O_4 yang dihasilkan akan semakin kecil (Rahmawita & Ulianas, 2021).

Setelah pH larutan 11 pada sintesis NiFe_2O_4 /Bentonit dimasukkan 1 gram bentonit dan di stirrer kembali selama 1 jam. Kedua larutan yang dihasilkan kemudian dimasukkan dalam autoklaf dan dioven selama 24 jam pada suhu 150°C . Metode hidrotermal bekerja didasarkan atas prinsip pemanasan reaktan dalam wadah tertutup

(autoclave) menggunakan air. Sehingga tekanan dapat meningkat dan air tetap sebagai cairan. Kondisi dimana tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer dikenal sebagai kondisi hidrotermal. Sintesis NiFe_2O_4 dalam penelitian ini dilakukan pada suhu $150\text{ }^\circ\text{C}$.

Sintesis oksida logam dengan metode hidrotermal dapat terjadi dengan beberapa tahap, yaitu hidrolisis dari larutan garam menghasilkan logam hidroksida. Selanjutnya, hidroksida akan terhidrasi menghasilkan oksida logam yang diharapkan.

Reaksi pembentukan Nikel Ferit sebagai berikut :

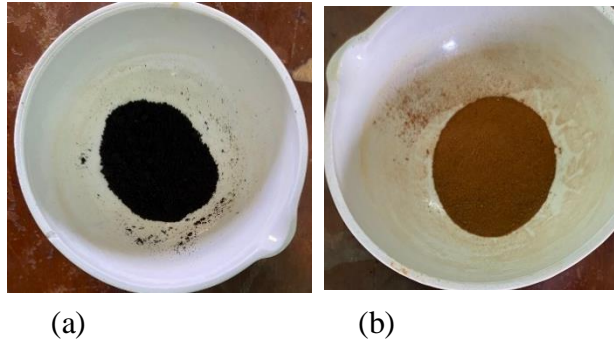


Gambar 6. Molekul NiFe_2O_4 menempel disekitar misel surfaktan (Yuenyongsuwan *et al.*, 2018).

Kemudian sampel dikeluarkan dari oven dan didinginkan pada suhu ruang. Selanjutnya larutan diletakkan pada cawan porselen dan dioven pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ sampai kering. Sampel yang telah kering selanjutnya dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam, kalsinasi dilakukan untuk menstabilkan struktur kristal yang terbentuk setelah proses interkalasi dan membuat pori yang ada pada antar lapis montmorillonit menjadi lebih terbuka sehingga logam pemilar menempati posisinya dan memperbesar pori pada bentonit (Yunani, 2014). Kalsinasi juga dilakukan untuk menghilangkan molekul air dan pengotor pada material, sehingga luas permukaan pada sampel meningkat dengan meningkatnya temperatur yang diakibatkan oleh hilangnya molekul air terserap dan

terhidrat dan senyawa organik yang mudah menguap yang terdapat pada permukaan bentonit (Yanti & Mukhtar, 2015).

Serbuk dari nanopartikel Nikel Ferit (NiFe_2O_4) dan NiFe_2O_4 /Bentonit hasil sintesis ditampilkan pada gambar sebagai berikut



Gambar 7. Nanopartikel NiFe_2O_4 (a) dan NiFe_2O_4 /Bentonit (b)

Serbuk nanopartikel NiFe_2O_4 menghasilkan warna hitam sedangkan serbuk NiFe_2O_4 menghasilkan warna lebih kecoklatan.

Material dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* untuk menganalisis ukuran dan struktur nanopartikel NiFe_2O_4 /Bentonit dan NiFe_2O_4 . *Scanning Electron Microscopy* untuk melihat morfologi dan komposisi unsur nanopartikel NiFe_2O_4 /Bentonit dan NiFe_2O_4 . *Gas Sorption Analyzer* untuk menentukan diameter dan volume pori, luas permukaan spesifik material dan distribusi pori dari material dalam nanopartikel NiFe_2O_4 /Bentonit dan NiFe_2O_4 .

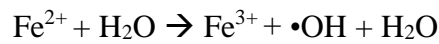
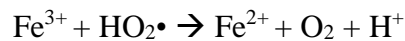
5.2 Uji aktivitas Degradasi Metil Violet

Selanjutnya material dilakukan uji aktivitas degradasi dengan metode oksidasi katalitik metil violet, uji aktivitas dilakukan untuk mengukur seberapa cepat suatu reaksi berlangsung oleh adanya penambahan katalis dan dilakukan pula uji dengan metode adsorpsi metil violet untuk membuktikan katalis bekerja atau tidak.

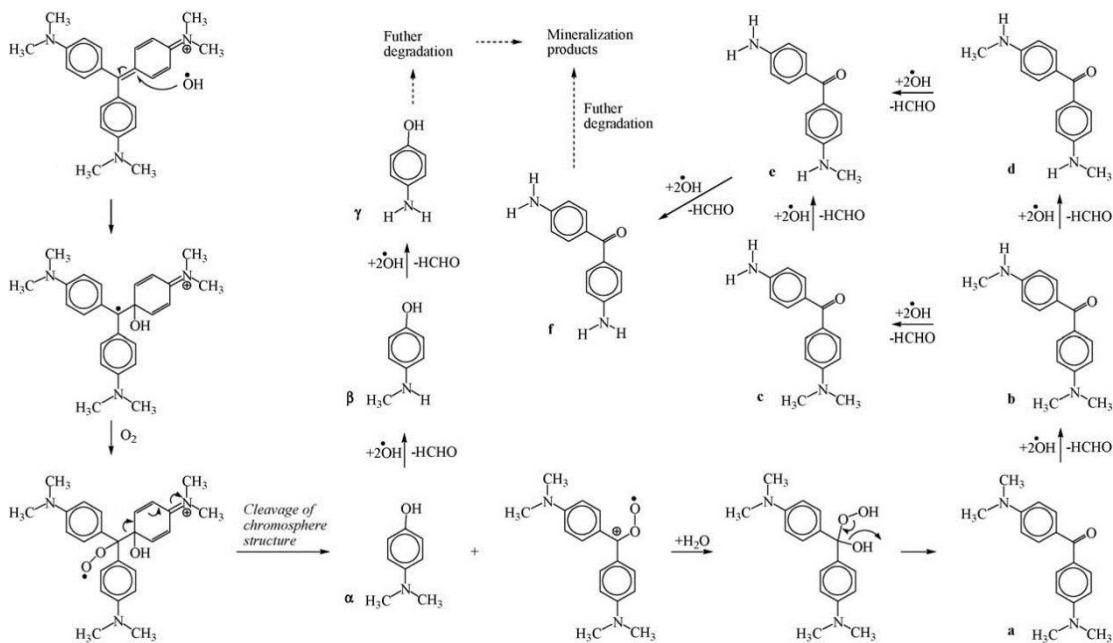
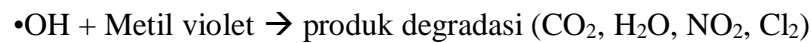
Pada proses oksidasi lanjut (AOPs) larutan metil violet ditambahkan sejumlah katalis dan H_2O_2 yang akan membentuk $\bullet\text{OH}$. $\bullet\text{OH}$ adalah radikal bebas yang berperan penting dalam reaksi degradasi metil violet. Kecepatan pembentukan $\bullet\text{OH}$ tersebut

mempengaruhi efisiensi degradasi. Untuk meningkatkan efisiensi degradasi oksidasi maka ditambahkan katalis NiFe_2O_4 yang dapat meningkatkan produksi $\cdot\text{OH}$ sehingga mempercepat proses degradasi senyawa organik.

Nanopartikel NiFe_2O_4 mengandung ion Fe^{3+} yang bereaksi dengan H_2O_2 , mengikuti reaksi berikut :



Reaksi yang terjadi dalam degradasi pewarna sebagai berikut :



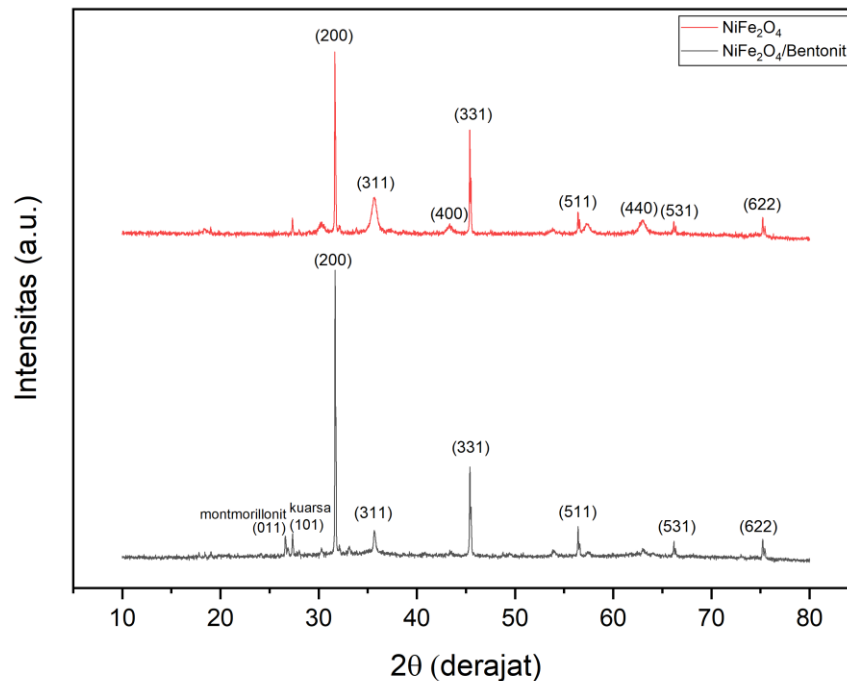
Gambar 8. Mekanisme degradasi metil violet menggunakan radikal hidroksil (*Fan et al.*, 2009).

Pada proses adsorpsi, larutan metil violet hanya ditambah dengan sejumlah katalis NiFe_2O_4 . Pada metode adsorpsi hanya melakukan transfer fasa polutan. Proses adsorpsi dapat berlangsung jika padatan mengenai molekul-molekul adsorbat, sehingga di dalamnya terjadi gaya kohesif atau gaya hidrostatis dan gaya ikatan hidrogen yang bekerja diantara molekul seluruh material. Sedangkan pada metode AOPs polutan akan

terdegradasi menjadi senyawa yang bersifat biodegradable dan akan menjadi produk mineralisasi yang tidak lagi berbahaya bagi lingkungan dan manusia.

5.3 Hasil X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil analisis XRD sampel NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ disajikan dalam difraktogram pada Gambar 5. Analisis XRD digunakan untuk mengetahui fase kristal yang terbentuk. Tiap fase kristalin mempunyai susunan difraktogram yang karakteristik atau khas, sehingga dapat digunakan untuk identifikasi material yang terbentuk.



Gambar 9. Difraktogram NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$

Hasil XRD berupa difraktogram, dilakukan pencocokan data penelitian dengan data Crystallography Open Database (COD), sehingga diperoleh struktur kristal. Berdasarkan pola difraksi pada Gambar 9. menunjukkan indikasi terbentuknya fase NiFe_2O_4 dengan puncak utamanya muncul pada sudut 2θ di sekitar sudut 31° yang merupakan puncak bidang (200). Analisa diperkuat dengan munculnya puncak-puncak

lain yang juga merupakan karakteristik dari NiFe_2O_4 yaitu puncak bidang (311), (400), (331), (511), (440), (531), (622). Sedangkan puncak bentonit muncul pada sudut $2\theta = 26,62^\circ$ (011) yang merupakan senyawa montmorillonit dan $27,35^\circ$ (101) yang merupakan senyawa kuarsa. Difraktogram menunjukkan kedua sampel memiliki kristalinitas tinggi karena memberikan intensitas difraksi yang tinggi dan tajam.

Gambar 9. menunjukkan intensitas puncak-puncak antara kedua sampel berbeda, ketinggian puncak difraksi merupakan representasi kelimpahan suatu fasa kistal, banyaknya puncak pada pola difraksi merupakan representasi operasi simetri dari struktur kristal tersebut. Perbedaan ketinggian antara puncak yang satu dengan puncak yang lain menunjukkan perbedaan atom atau ion dalam suatu sel satuan, dan orientasi pertumbuhan kristal. Lebarnya puncak difraksi memberikan informasi heterogenitas representasi parameter yang telah ditentukan dengan penyimpangan tertentu. Secara keseluruhan, faktor yang mempengaruhi pola dan intensitas difraksi yaitu faktor skala, sistem kristal, parameter kisi suatu sel satuan, faktor struktur, faktor Lorentz-polarisasi, bentuk puncak, dan bentuk kristal, faktor hamburan, faktor temperatur, faktor absorpsi dan faktor multisiplitas (Shobirin *et al.*, 2017).

XRD juga dapat digunakan untuk analisis kuantitatif yaitu penentuan ukuran kristal. Ukuran kristal rata-rata (D) Kristal dapat dihitung melalui persamaan Debye Scherrer :

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

D : ukuran kristal

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

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

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

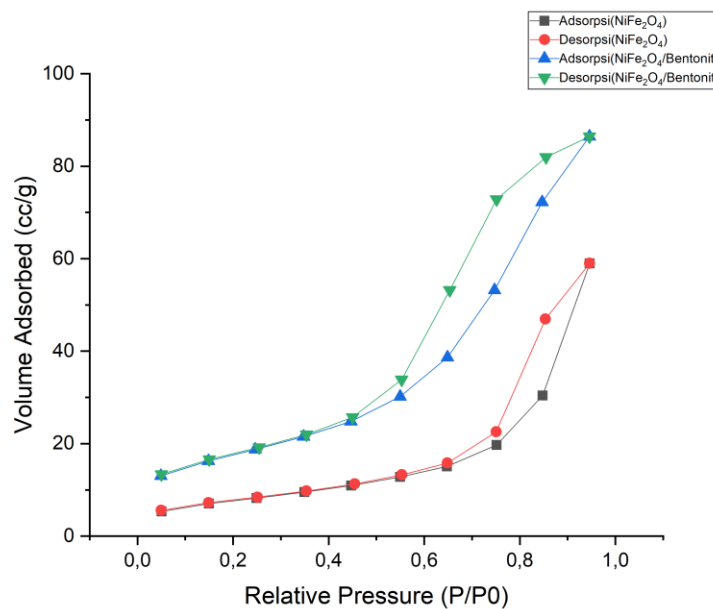
θ : sudut difraksi (derajat)

Persamaan Debye Scherrer menunjukkan bahwa nilai ukuran kristal yang diperoleh akan berbanding terbalik dengan nilai FWHM. dari hasil perhitungan diperoleh partikel yang dihasilkan dari NiFe_2O_4 memiliki ukuran kristal rata-rata

sebesar 61,93 nm, sedangkan partikel dari NiFe₂O₄/Bentonit memiliki ukuran kristal rata-rata 78,57 nm. Terjadi peningkatan ukuran kristal pada sampel NiFe₂O₄/Bentonit, karena terjadi aglomerasi atau penggumpalan, hal tersebut ditunjukkan pada Gambar 14. proses aglomerasi pada partikel ini terjadi akibat adanya *surface area* yang besar (rasio antar volume dan luas permukaan) sehingga menghasilkan energi permukaan (*surface energy*) yang tinggi (Simbolon, 2018).

5.4 Hasil Gas Sorption Analyzer

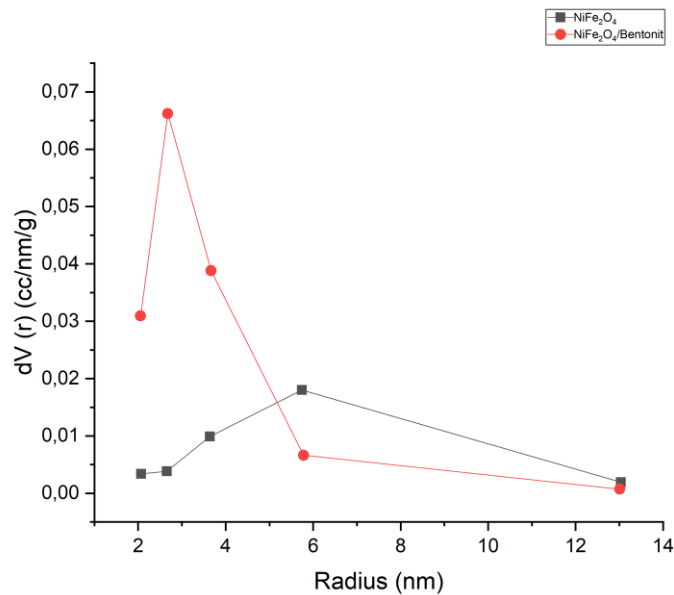
Berikut adalah hasil analisis NiFe₂O₄ dan NiFe₂O₄/Bentonit



Gambar 10. Isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dari NiFe₂O₄ dan NiFe₂O₄/Bentonit

Berdasarkan Gambar 10. pola isoterm adsorpsi-desorpsi sampel NiFe₂O₄ dan NiFe₂O₄/Bentonit menunjukkan adanya *loop histeresis* yang identik dengan tipe isoterm adsorpsi-desorpsi tipe V yaitu jenis adsorpsi dari padatan mesopori, dengan ukuran diameter pori 2-50 nm. Adsorpsi pada permukaan mesopori memberikan kecenderungan terjadi melalui pembentukan multilayer diikuti dengan kondensasi kapiler. Pada tekanan relative rendah, pola adsorpsi menyerupai yang terjadi pada makropori, namun pada tekanan relative tinggi jumlah gas teradsorpsi meningkat tajam

oleh adanya kondensasi kapiler dalam mesopori. Kondensasi dan evaporasi kapiler terjadi pada tekanan relative (P/P_0) yang berbeda sehingga akan menunjukkan adanya loop histeresis.



Gambar 11. Distribusi ukuran pori NiFe₂O₄ dan NiFe₂O₄/Bentonit

Adanya mesopori pada permukaan sampel dapat dibuktikan dengan melihat data distribusi ukuran pori berdasarkan analisis Barret, Joiner, Halenda (BJH). Puncak tertinggi pada sampel menunjukkan ukuran diameter pori yang paling dominan. Pada Gambar 11. menunjukkan bahwa sampel NiFe₂O₄ memiliki ukuran dominan 5,75 nm, dengan rentang ukuran pori 2,07 – 13,03 nm dan ukuran pori rata-rata 6,6 nm. Sedangkan, sampel NiFe₂O₄/Bentonit memiliki ukuran dominan 2,68 nm, dengan rentang ukuran pori 2,06 -13 nm dan ukuran pori rata-rata 4.31 nm. Pada sampel NiFe₂O₄/Bentonit terjadi penurunan ukuran pori, hal ini terjadi karena adanya bentonit yang memiliki luas permukaan yang besar, semakin besar luar permukaan maka diameter pori akan semakin kecil.

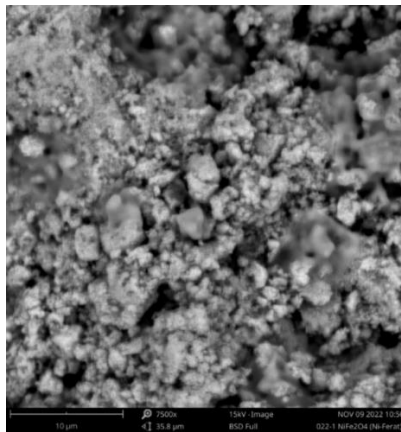
Sampel hasil sintesis juga dilihat volume total porinya, dari analisis GSA diperoleh volume total pori NiFe₂O₄ 0,0915 cc/g sedangkan volume total pori NiFe₂O₄/Bentonit

0,1340 cc/g. Berdasarkan data tersebut menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan antara volume total pori yang dihasilkan dari NiFe_2O_4 dan NiFe_2O_4 yang diimbangkan ke bentonit, volume total pori menunjukkan jumlah total adsorbat yang dapat teradsorpsi pada pori zeolite. Semakin besar volume total pori, maka kapasitas adsorbat yang dapat teradsorpsi pada sampel juga semakin meningkat (Maleiva et al., 2015).

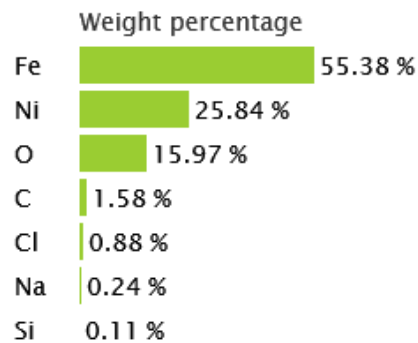
Karakterisasi BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik nanopartikel NiFe_2O_4 hasil sintesis dengan metode hidrotermal. Nanopartikel NiFe_2O_4 memiliki luas permukaan spesifik sebesar $362,43 \text{ m}^2/\text{g}$ sedangkan nanopartikel $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ memiliki luas permukaan spesifik sebesar $901,07 \text{ m}^2/\text{g}$. Penambahan bentonit pada NiFe_2O_4 terlihat dapat meningkatkan luas permukaan spesifik.

5.5 Hasil Scanning Electron Microscope

Berikut hasil analisis SEM dan *Energy Dispersive X-Ray* (EDX)



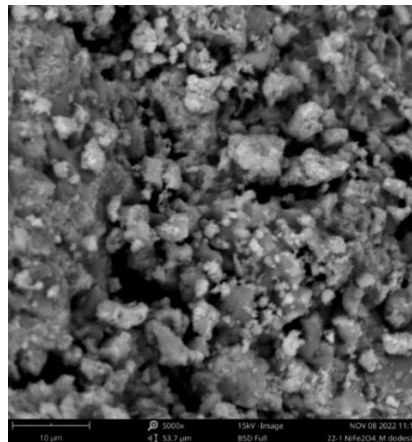
Gambar 12. Morfologi NiFe_2O_4



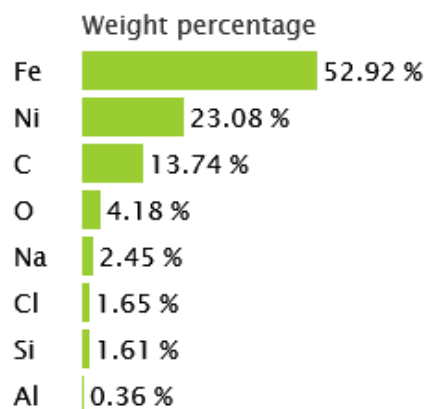
Gambar 13. Unsur NiFe₂O₄

Karakterisasi SEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan nanopartikel NiFe₂O₄ dengan perbesaran 7500x. Gambar 12. menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikel tidak seragam.

Kemurnian NiFe₂O₄ dapat diidentifikasi dengan EDX. EDX dapat mengukur persentase Ni, Fe dan O serta dapat mengidentifikasi keberadaan unsur lain. Gambar tersebut menunjukkan adanya keberadaan unsur Fe dengan persentase berat sebesar 55,38%, persentase berat Ni sebesar 25,84%, dan persentase berat O sebesar 15,97%. Selain itu masih terdapat beberapa unsur lain seperti C, Cl, Na, dan Si, yang berasal dari prekursor dan pengotor.



Gambar 14. Morfologi NiFe₂O₄/Bentonit



Gambar 15. Unsur NiFe₂O₄/Bentonit

Karakterisasi SEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan nanopartikel NiFe₂O₄/Bentonit dengan perbesaran 5000x. Gambar 14. menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikel tidak seragam.

Kemurnian NiFe₂O₄/Bentonit dapat diidentifikasi dengan EDX. EDX dapat mengukur persentase Ni, Fe dan O serta dapat mengidentifikasi keberadaan unsur lain. Gambar tersebut menunjukkan adanya keberadaan unsur Fe dengan persentase berat sebesar 52,92%, persentase berat Ni sebesar 23,08%, persentase berat O sebesar 4,18%, persentase berat Si sebesar 1,61%, persentase besar Al sebesar 0,36%, dan persentase berat Na sebesar 2,45%. Selain itu masih terdapat beberapa unsur lain seperti C, dan Cl yang berasal dari prekursor.

Keberadaan pengotor dikarenakan endapan yang dihasilkan tidak dicuci dengan aquades kurang lebih 7 kali pengulangan sehingga masih terdapat garam-garam hasil reaksi lainnya yang ikut tercampur.

5.6 Hasil Spektrofotometer UV-Vis

Aktivitas oksidasi katalitik dari sampel yang disintesis diuji dengan kemampuan mendegradasi zat warna metil violet. Data yang diperoleh dari hasil analisis spektrofotometer UV-Vis merupakan absorbansi larutan metil violet, dilakukan analisis data dengan mengamati perbedaan konsentrasi metil violet sebelum dan sesudah didegradasi. Persentase degradasi (D, %) dihitung dengan persamaan :

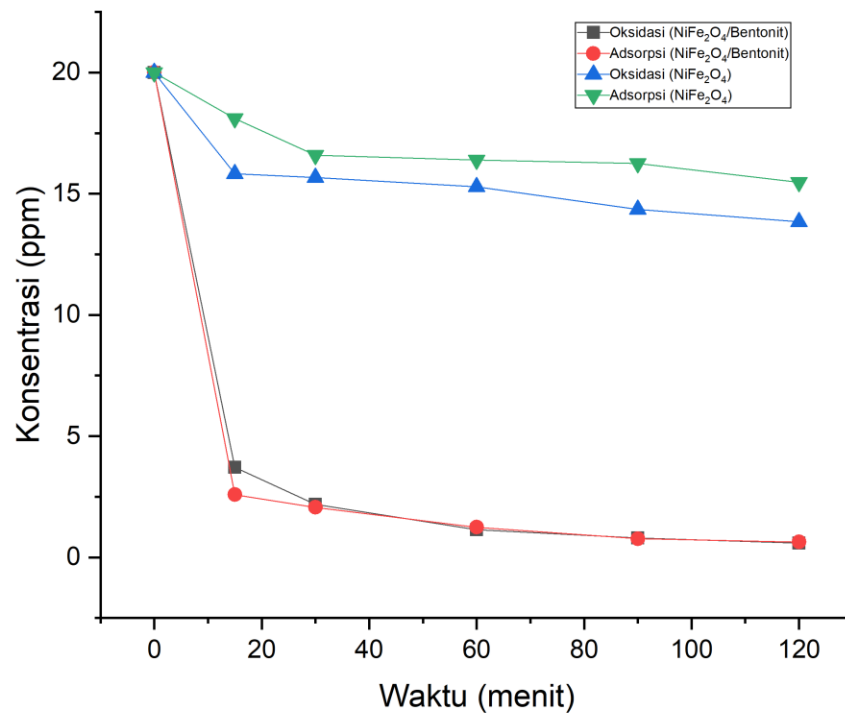
$$(\%D) = \frac{c_0 - c_t}{c_0} \times 100\%$$

C_0 = Konsentrasi metil violet awal

C_t = Konsentrasi metil violet akhir

Data absorbansi metil violet pada waktu aktivitas degradasi 15 hingga 120 menit semakin menurun, sehingga persen degradasi metil violet mengalami peningkatan, hal ini disebabkan adanya kontak antara H_2O_2 dengan katalis $NiFe_2O_4$ yang mengakibatkan terbentuk radikal OH dengan lebih cepat sehingga metil violet semakin terdegradasi.

Berikut adalah hasil uji aktivitas degradasi metil violet :



Gambar 16. Aktivitas degradasi metil violet menggunakan $NiFe_2O_4$ dan $NiFe_2O_4$ /Bentonit

Gambar 16. menunjukkan sampel NiFe_2O_4 pada proses oksidasi katalitik metil violet 20 ppm mengalami penurunan konsentrasi menjadi 13,84 ppm dengan persen degradasi sebesar 30,80%. Dan pada proses adsorpsi metil violet 20 ppm mengalami penurunan konsentrasi metil violet menjadi 15,47 ppm dengan persen degradasi sebesar 22,64%. Sedangkan, sampel $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ pada proses oksidasi katalitik metil violet 20 ppm mengalami penurunan konsentrasi menjadi 0,59 ppm dengan persen degradasi sebesar 97,03 %. Dan pada proses adsorpsi metil violet 20 ppm mengalami penurunan konsentrasi metil violet menjadi 0,64 ppm dengan persen degradasi sebesar 96,82% .

Pada mekanisme reaksi oksidasi melibatkan reaksi permukaan, reaktan akan teradsorpsi oleh katalis, sehingga perlu dikaji apakah penurunan kadar metil violet disebabkan karena oksidasi atau adsorpsi. Dari data yang diperoleh perbedaan persen degradasi tidak signifikan, maka dapat disimpulkan penurunan konsentrasi metil violet lebih dominan karena adanya adsorpsi dibandingkan oksidasi, disebabkan pada sampel $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ memiliki luas permukaan yang besar dan terdapat montmorillonit yang memiliki kemampuan untuk mengembang serta memiliki kapasitas penukar kation yang tinggi sehingga ruang antar lapis montmorillonit mampu mengakomodasi kation dalam jumlah besar, oleh karena itu dapat mendukung NiFe_2O_4 untuk menyerap metil violet. Hal ini menunjukkan bahwa keberadaan bentonit pada NiFe_2O_4 dapat meningkatkan aktivitas degradasi

Kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui laju reaksi. Laju reaksi merupakan jumlah mol reaktan per satuan volume yang bereaksi dalam waktu tertentu. Laju reaksi dapat dihitung menggunakan persamaan $-dC/dt$.

Persamaan reaksi orde satu :

$$-\frac{d[A]}{dt} = k[A]$$

Hasil integral dari persamaan orde satu untuk memperoleh hubungan antara konsentrasi dengan waktu :

$$\ln \frac{[A]_0}{[A]} = k \cdot t$$

Persamaan orde dua :

$$-\frac{d[A]}{dt} = k[A]^2$$

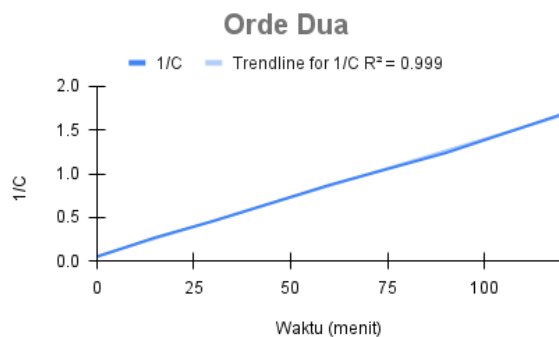
Hasil integral dari persamaan orde dua untuk memperoleh hubungan antara konsentrasi dengan waktu

$$\frac{1}{[A]} - \frac{1}{[A]_0} = k \cdot t \text{ (Erawati \& Marfiana, 2020).}$$

Tabel 1. Orde reaksi dalam degradasi metil violet

Variasi	R ² Orde 1	R ² Orde 2
NiFe ₂ O ₄ /Bentonit (Oksidasi)	-0,8946	0,9997
NiFe ₂ O ₄ /Bentonit (Adsorpsi)	-0,8576	0,9941
NiFe ₂ O ₄ (Oksidasi)	-0,8386	0,8666
NiFe ₂ O ₄ (Adsorpsi)	-0,8692	0,8827

Orde reaksi ditentukan berdasarkan pendekatan hubungan garis linear yakni nilai R² mendekati 1. Orde reaksi adalah bilangan yang menyatakan besarnya pengaruh konsentrasi reaktan saat terjadi laju reaksi. Berdasarkan tabel hasil analisis disimpulkan reaksi mengikuti orde 2, yang menunjukkan bahwa laju reaksi dipengaruhi oleh konsentrasi NiFe₂O₄ dan metil violet.



Gambar 17. Orde reaksi oksidasi katalitik metil violet oleh NiFe₂O₄/Bentonit

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 dan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ untuk degradasi metil violet yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Karakterisasi nanopartikel menunjukkan bahwa nikel ferit berhasil disintesis dibuktikan dengan terbentuknya puncak 2θ pada 31° (200), 35° (311), 43° (400), 45° (331), 56° (511), 63° (440), 66° (531), 75° (622) dan puncak bentonit muncul pada sudut $2\theta = 26,62^\circ$ (011) dan $27,35^\circ$ (101). NiFe_2O_4 dengan metode hidrotermal memiliki ukuran kristal rata-rata sebesar 61,93 nm, sedangkan partikel dari $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ memiliki ukuran kristal rata-rata 78,57 nm.
2. Berdasarkan hasil karakterisasi nanopartikel NiFe_2O_4 memiliki luas permukaan spesifik sebesar $362,4265 \text{ m}^2/\text{g}$ sedangkan nanopartikel $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ memiliki luas permukaan spesifik sebesar $901,0676 \text{ m}^2/\text{g}$. Penambahan bentonit pada NiFe_2O_4 terlihat dapat meningkatkan luas permukaan spesifik.
3. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa NiFe_2O_4 yang diimbangkan pada bentonit menunjukkan peningkatan aktivitas oksidasi katalitik yang signifikan terhadap penurunan konsentrasi metil violet dengan perubahan persen degradasi metil violet dari 30% hingga 97%.

6.2. Saran

Dalam melakukan sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 pada penelitian selanjutnya disarankan untuk dilakukan pencucian endapan setelah tahap hidrotermal sebanyak 7 kali pengulangan untuk menghilangkan pengotor seperti garam hasil reaksi lain, sehingga diperoleh NiFe_2O_4 yang lebih murni.

DAFTAR PUSTAKA

- Anawati, F., Suseno, A., & Taslimah, T. (2012). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Berbahan Dasar Limbah Padat Industri Kertas (Dregs) dengan Penambahan Abu Sekam Padi. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 15(1), 18–23. <https://doi.org/10.14710/jksa.15.1.18-23>
- Astuti, W., Dwi Handayani, A., & Wulandari, D. A. (2018). Adsorpsi Methyl Violet oleh Karbon Aktif dari Limbah Tempurung Kelapa dengan Aktivator ZnCl₂ Menggunakan Pemanasan Gelombang Mikro. *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan*, 13(2), 189–199. <https://doi.org/10.23955/rkl.v13i2.11945>
- Erawati, E., & Marfiana, K. (2020). Kinetika Reaksi Reduksi Ion Logam Tembaga pada Limbah Industri Elektroplating dengan Proses Elektrokoagulasi. 17(2), 93–98.
- Fan, H. J., Huang, S. T., Chung, W. H., Jan, J. L., Lin, W. Y., & Chen, C. C. (2009). Degradation pathways of crystal violet by Fenton and Fenton-like systems: Condition optimization and intermediate separation and identification. *Journal of Hazardous Materials*, 171(1–3), 1032–1044. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.06.117>
- Fatimah, Is. (2013). Kinetika kimia, graha ilmu, Yogyakarta.
- Firdaus, L. H., & Wicaksono, A. R. (2013). Pembuatan Katalis H-Zeolit Dengan Impregnasi Ki/Kio₃ Dan Uji Kinerja Katalis Untuk Produksi Biodiesel. *Jurnal Teknologi Kimia Dan Industri*, 2(2), 148–154. <http://ejournal-s1.undip.ac.id/index.php/jtki148>Penulispenanggungjawab
- Geraldina, G., Taslimah, T., & Nuryanto, R. (2016). Pemanfaatan Montmorillonit Terpilar Al-Cr pada Adsorpsi Zat Warna Rhodamin B dengan Variasi Massa Adsorben dan Waktu Adsorpsi. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 19(3), 99–106. <https://doi.org/10.14710/jksa.19.3.99-106>
- Hakim, L., Dirgantara, M., & Nawir, M. (2019). Karakterisasi Struktur Material Pasir Bongkahan Galian Golongan C Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction (X-RD) Di Kota Palangkaraya. *Jurnal Jejaring Matematika Dan Sains*, 1(1), 44–51. <https://doi.org/10.36873/jjms.v1i1.136>

- Haq, F. I., Zein, M. A. N., Gabriella, R., Putri, S. R., Nandiyanto, A. B. D., & Kurniawan, T. (2021). Literature Review: Synthesis Methods of NiFe₂O₄ Nanoparticles for Aqueous Battery Applications. *International Journal of Sustainable Transportation Technology*, 4(2), 42–52. <https://doi.org/10.31427/ijstt.2021.4.2.1>
- Hariani, P. L., Said, M., Rachmat, A., Riyanti, F., Pratiwi, H. C., & Rizki, W. T. (2021). Preparation of NiFe₂O₄ Nanoparticles by Solution Combustion Method as Photocatalyst of Congo red. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 16(3), 481–490. <https://doi.org/10.9767/BCREC.16.3.10848.481-490>
- Hebbar, R. S., Isloor, A. M., & Ismail, A. F. (2014). Preparation and evaluation of heavy metal rejection properties of polyetherimide/porous activated bentonite clay nanocomposite membrane. *RSC Advances*, 4(88), 47240–47248. <https://doi.org/10.1039/c4ra09018g>
- Husein, S., Wahyuni, E. T., & Mudasir, M. (2019). Synthesis of Tin(II) Oxide (SnO) Nanoparticle by Hydrothermal Method. *JKPK (Jurnal Kimia Dan Pendidikan Kimia)*, 4(3), 145. <https://doi.org/10.20961/jkpk.v4i3.29898>
- Irawan, A. (2019). Kalibrasi Spektrofotometer Sebagai Penjaminan Mutu Hasil Pengukuran dalam Kegiatan Penelitian dan Pengujian. *Indonesian Journal of Laboratory*, 1(2), 1–9. <https://doi.org/10.22146/ijl.v1i2.44750>
- Jayanti, A., Wahyuni, N., & Zaharah, T. A. (2014). Impregnasi dan Karakterisasi Ekstrak Pigmen Bixin Pada Bentonit Terpillar-TiO₂. *Jkk*, 3(2), 23–29.
- Kadarisman, & Nurhasanah, I. (2021). Aktivitas Nanopartikel ZnFe₂O₄ pada Advanced Oxidation Processes (AOPs) Sebagai Pengurai Rhodamine B. *Berkala Fisika*, 24(1), 2–7.
- Kooti, M., & Sedeh, A. N. (2013). Synthesis and Characterization of NiFe₂O₄ Magnetic Nanoparticles by Combustion Method. *Journal of Materials Science and Technology*, 29(1), 34–38. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2012.11.016>
- Kusumaningrum, D., Hadisantoso, E. P., & Sudiarti, T. (2022). Pengaruh Surfaktan pada Sintesis Nikel (II) Oksida (NiO) dengan Metode Presipitasi untuk

- Penanganan Metilen Biru Secara Fotokatalisis. *Seminar Nasional Kimia 2021 UIN Sunan Gunung Djati*, 7, 38–50.
- Lanjar, L., Riayanti, F. I., & Astuti, W. (2018). Kesetimbangan Adsorpsi Zat Warna Methyl Violet Oleh Karbon Aktif Berbasis Limbah Daun Nanas (*Ananas comosus* L). *Metana*, 14(2), 31. <https://doi.org/10.14710/metana.v14i2.20095>
- Lesa, W. S., Ali, M., & Rosariawari, F. (2020). Proses Foto Fenton dalam Reaktor Resirkulasi untuk Menyisihkan Beban Pencemar Pada Lidi. *Jukung Jurnal Teknik Lingkungan*, 6(1), 54–56. <https://doi.org/10.4324/9781003128267-77>
- Lestari, A. S., & Sartika, D. (2018). Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Fe₃O₄ Menggunakan Metode Kopresipitasi. *JURNAL TEKNOLOGI TECHNOSCIENTIA*, 11(2), 7–10.
- Majid, F., Rauf, J., Ata, S., Bibi, I., Malik, A., Ibrahim, S. M., Ali, A., & Iqbal, M. (2021). Synthesis and characterization of NiFe₂O₄ ferrite: Sol–gel and hydrothermal synthesis routes effect on magnetic, structural and dielectric characteristics. *Materials Chemistry and Physics*, 258, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123888>
- Maleiva, L. T. N., Sitorus, B., & Jati, D. R. (2015). Penurunan Konsentrasi Gas Karbon Monoksida. *Jkk*, 4(1), 26–33.
- Muflihatun, Shofiah, S., & Suharyadi, E. (2015). Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite (NiFe₂O₄) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya (Halaman 20 s.d. 25). *Jurnal Fisika Indonesia*, 19(56), 20–25. <https://doi.org/10.22146/jfi.24353>
- Mulyawan, A., Yusnafi, & Adi, wisnu ari. (2017). Pengaruh Waktu Milling Terhadap Mikrostrutur dan Sifat Magnetik Komposit NiFe₂O₄-NdFeO₃. *Metalurgi*, 3(2017), 4–6.
- Ningsih, S. K. W. (2016). *Sintesis Anorganik*. UNP Press Padang.
- Nurjanah, N., Aini, Q., Adzkia, A., Rustana, R., Citra Carolline, S., Maulida Agustine, S., Bayu, A., & Nandiyanto, D. (2022). A Review: Nanoparticles NiFe₂O₄ Synthesis and Its Application as Hyperthermia Agents in Biomedicine.

- Indonesian Journal of Chemical Science*, 11(2).
<http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Nurmayansih, A., Hariani, P. L., & Said, M. (2020). Synthesis NiFe₂O₄ Nanoparticles by co-Precipitation Method for Degradation of Congo Red Dye. *Indonesian Journal of Fundamental and Applied Chemistry*, 6(3), 115–121.
<https://doi.org/10.24845/ijfac.v6.i3.115>
- Rahmawita, S., & Ulianas, A. (2021). Sintesis dan Karakterisasi Magnetic Nanopartikel NiFe₂O₄ Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocereus Polyrhizus*). *Periodic*, 10(1), 1–6.
- Rahmayanti, A., Faradila, R. S., Masrufah, A., Puput, D., Permata, A., Lindi, S. 2022 P., Anggraini, P., & Sari, P. (2022). Pengolahan Lindi Menggunakan Advanced Oxidation Process (AOPs) Berbasis Ozon. *Journal of Research and Technology*, 8(1), 141–148.
- Rohmah, S. A. A., Muadifah, A., & Martha, R. D. (2021). Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis. *Jurnal Sains Dan Kesehatan*, 3(2), 120–127. <https://doi.org/10.25026/jsk.v3i2.265>
- Samadi, N., Abdolmohammad-Zadeh, H., & Salmasi, M. A. (2017). A novel magnetic nano-hybrid as a sorbent for solid-phase extractionspectrophotometric determination of methyl violet 10B dye. *Analytical and Bioanalytical Chemistry Research*, 4(2), 269–283. <https://doi.org/10.22036/abcr.2017.77466.1134>
- Samorjai, G.A & Klerer, J. (1972), Principle of Surface Chemistry, Journal of The Electrochemical Society, 199(9), 279-279.
- Sanjaya, H. (2018). Degradasi Metil Violet Menggunakan Katalis ZnO-TiO₂ Secara Fotosonolisis. *EKSAKTA: Berkala Ilmiah Bidang MIPA*, 19(1), 91–99.
<https://doi.org/10.24036/eksakta/vol19-iss1/131>
- Sari, R., Sanjaya, H., Amran, A., & Putra, A. (2022). Degradasi Zat Warna Methyl Violet dengan Katalis ZnO/Ag Menggunakan Metode Fotosonolisis. *Chemistry Journal*, 11(1), 24–28. <http://ejournal.unp.ac.id/index.php/kimia>

- Sastrohamidjojo, Hardjono. (2007). *Dasar-Dasar Spektroskopi*, Liberty Yogyakarta, Yogyakarta.
- Shobirin, R. A., Masruroh, & Tjahjanto, R. T. (2017). Pengembangan Teknik Analisis Pola Difraksi Multifasa dengan Metode Rietveld Refinement : Studi Kasus Lapis Tipis PZT. *Natural B*, 4(1), 23–30.
- Simbolon, S. (2018). Efek Sonikasi Terhadap Proses Pembentukan Nanopartikel Fe₃O₄ Yang Dimodifikasi Dengan Peg-6000. *Jurnal Teknik Mesin Cakram*, 1(1), 29. <https://doi.org/10.32493/jtc.v1i1.1345>
- Siregar, S. H., & Irma, W. (2016). Sintesis Dan Perbandingan Struktur, Tekstur Bentonit Alam Dan Bentonit Teraktivasi Asam. *Photon: Jurnal Sain Dan Kesehatan*, 7(01), 137–140. <https://doi.org/10.37859/jp.v7i01.572>
- Sumiyati, S., Manurung, P., & Suprihatin, S. (2021). Sintesis Nanotitania dengan Cara Hidrotermal sebagai Fungsi Suhu. *Journal of Energy, Material, and Instrumentation Technology*, 2(4), 147–151. <https://doi.org/10.23960/jemit.v2i4.152>
- Utari, Dasi, Y. H. K., & Purnama, B. (2022). Nanoparticles For Magnetic Characteristics, Synthesized Using Co-Precipitation Method. *Indonesian Journal of Applied Physics (IJAP)*, 12(1), 61–66.
- Warono, D., & Syamsudin. (2013). Unjuk Kerja Spektrofotometer Analisa Zat Aktif Ketoprofein. *Konversi*, 2, 57–65.
- Wibowo, E. A. P. (2017). Sintesis Komposit N-TiO₂/Bentonit dan Karakterisasi Menggunakan FTIR. *JTT (Jurnal Teknologi Terpadu)*, 5(1), 96. <https://doi.org/10.32487/jtt.v5i1.218>
- Widiyastuti, D. A. (2016). Pengamatan Scanning Electron Microscope (SEM) Pada Struktur dan Mineral Batuan dari Sungai Araino Kabupaten Banjar. *Jurnal Sains Dan Terapan Politeknik Hasnur*, 04, 16–21.
- Wijayanto, S. O., & Bayuseno, A. . (2014). Analisis Kegagalan Material Pipa Ferrule Nickel Alloy N06025 Pada Waste Heat Boiler Akibat Suhu Tinggi Berdasarkan Pengujian : *Jurnal Teknik Mesin*, 2(1), 33–39.

- Yanlinastuti, & Fatimah, S. (2016). Pengaruh Konsentrasi Pelarut Untuk Menentukan Kadar Zirkonium dalam Paduan U-Zr dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *PIN Pengelolaan Instalasi Nuklir*, 9(17), 22–33. <http://jurnal.batan.go.id/index.php/pin/article/view/3311>
- Yanti, P. H., & Mukhtar, A. (2015). Karakterisasi Lempung Alam Desa Gema Teraktifasi Fisika. *Journal of Chemistry Progress*, 8(1), 1–5.
- Yuenyongsuwan, J., Nithiyakorn, N., Sabkird, P., O'Rear, E. A., & Pongprayoon, T. (2018). Surfactant effect on phase-controlled synthesis and photocatalyst property of TiO₂ nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 214, 330–336. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2018.04.111>
- Yunani, Y., Fatimah, I., & Riyanto, R. (2018). Preparasi Fe(III)-Montmorillonit Sebagai Katalis Pada Fotooksidasi Metilen Biru. *INDONESIAN JOURNAL OF CHEMICAL RESEARCH (IJCR)*, 1(1), 82–92. <https://doi.org/10.20885/ijcr.vol1.iss1.art11>

LAMPIRAN

Lampiran 1. Analisis Data

1.1 Pembuatan larutan Metil Violet 100 ppm

$$100 \text{ ppm} = \frac{\text{mg zat terlarut}}{0,25 \text{ l}} \times 100\%$$

$$= \frac{100 \text{ ppm} \times 0,25 \text{ l}}{100 \%}$$

$$= 25 \text{ mg}$$

$$= 0,025 \text{ gr}$$

1.2 Pembuatan Larutan Metil Violet 20 ppm

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$100 \text{ ppm} \times V1 = 20 \text{ ppm} \times 250 \text{ ml}$$

$$100 \text{ ppm} \times V1 = \frac{5000 \text{ ppm/ml}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V1 = 50 \text{ ml}$$

1.3 Perhitungan Data XRD

Ukuran kristal rata-rata (D) kristal dapat dihitung melalui persamaan Debye Scherrer

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

D= ukuran kristal

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

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

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

θ = sudut difraksi (derajat)

a. Sampel NiFe₂O₄

Tabel 2. Perhitungan ukuran kristal NiFe₂O₄

2θ (°)	θ (°)	FWHM	θ (rad)	cos θ (rad)	β	d (Å)	D (nm)	d rata-rata (Å)	D rata-rata (nm)	cos θ
31,659	15,8295	0,120	2,520621	0,999032	0,002094	2,82392	68,81192	2,04660375	66,27648208	0,962078
45,398	22,699	0,128	3,61449	0,998011	0,002234	1,99618	67,2756			0,922545
35,672	17,836	0,618	2,840127	0,998772	0,010786	2,51489	13,50387			0,951937
56,406	28,203	0,082	4,490924	0,99693	0,001431	1,62992	109,933			0,881279
75,234	37,617	0,080	5,989968	0,99454	0,001396	1,26200	125,3662			0,792109
27,333	13,6665	0,100	2,176194	0,999279	0,001745	3,2603	81,75766			0,971687
62,990	31,495	0,682	5,015127	0,996172	0,011903	1,47448	13,66097			0,852686
66,168	33,084	0,190	5,268153	0,995776	0,003316	1,41114	49,90272			0,837871

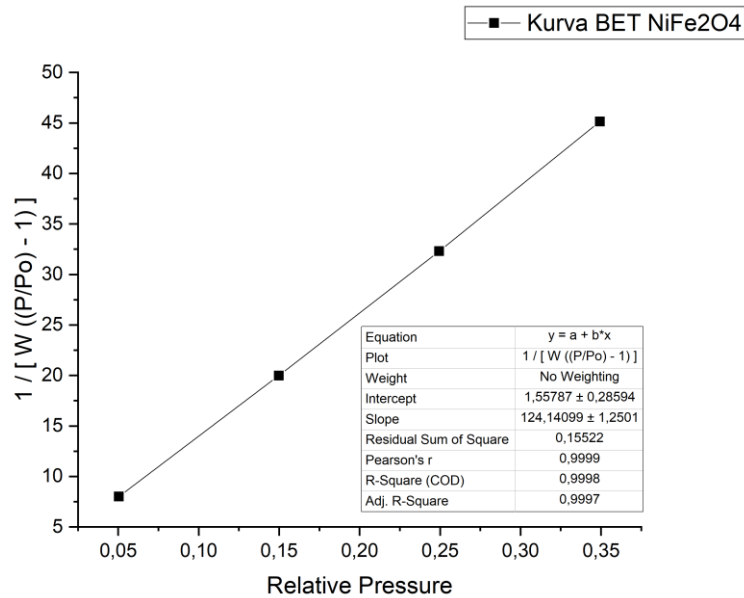
b. Sampel NiFe₂O₄/Bentonit

Tabel 3. Perhitungan ukuran kristal NiFe₂O₄/Bentonit

2θ (°)	θ (°)	FWHM	θ (rad)	cos θ (rad)	β	d (Å)	D (nm)	d rata-rata (Å)	D rata-rata (nm)	cos θ
31,681	15,8405	0,101	2,522373	0,999031	0,001763	2,82198	81,76118	2,2792825	78,57762866	0,962025
45,443	22,7215	0,143	3,618073	0,998007	0,002496	1,99427	60,22862			0,922393
56,428	28,214	0,094	4,492675	0,996927	0,001641	1,62935	95,90884			0,881188
35,681	17,8405	0,237	2,840844	0,998771	0,004136	2,51425	35,21352			0,951913
27,349	13,6745	0,114	2,177468	0,999278	0,00199	3,25832	71,71968			0,971654
26,615	13,3075	0,127	2,119029	0,999316	0,002217	3,3466	64,27944			0,973149
75,237	37,6185	0,106	5,990207	0,99454	0,00185	1,26196	94,61788			0,792093
66,358	33,179	0,076	5,28328	0,995752	0,001326	1,40753	124,8919			0,836965

1.4 Perhitungan Data GSA

a. NiFe₂O₄



Gambar 18. Kurva BET NiFe₂O₄

Luas Permukaan spesifik

- Konstanta BET

$$C = \frac{S}{i} + 1$$

$$C = \frac{124,141}{1,55787} + 1 = 80,68637$$

- Koefisien Monolayer Material (W_m)

$$W_m = \frac{1}{S+i}$$

$$W_m = \frac{1}{124,141+1,55787} = 0,00796$$

- Luas Permukaan Total

$$SA = \frac{W_m \times N \times CSa}{BM Gas}$$

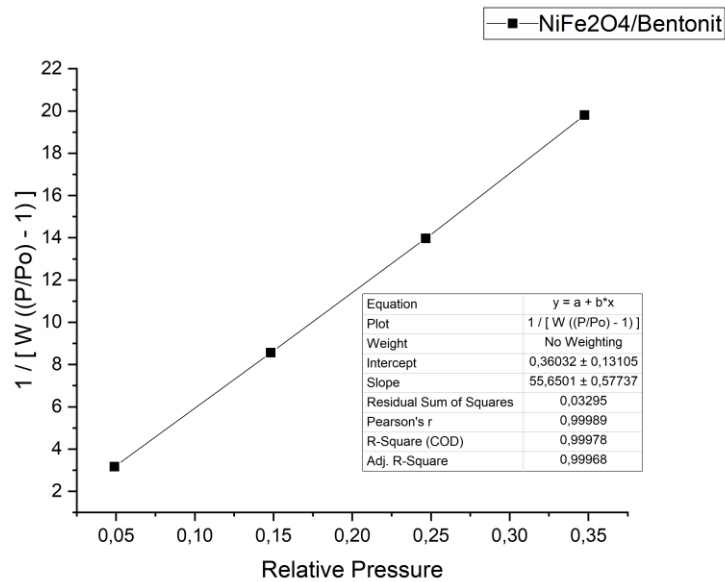
$$SA = \frac{0,00796 \times (6,023 \times 10^{23}) \times (0,162 \times 10^{-18})}{28 \text{ gr/mol}} = 27,7385 \text{ m}^2/\text{g}$$

- Luas Permukaan Spesifik

$$SS = \frac{SA}{M}$$

$$SS = \frac{27,7256 \text{ m}^2/\text{g}}{0,0765 \text{ g}} = 362,42645 \text{ m}^2/\text{g}$$

b. NiFe₂O₄/Bentonit



Gambar 19. Kurva BET NiFe₂O₄/Bentonit

Luas Permukaan spesifik

- Konstanta BET

$$C = \frac{S}{i} + 1$$

$$C = \frac{55,6501}{0,3603} + 1 = 155,4549$$

- Koefisien Monolayer Material (Wm)

$$Wm = \frac{1}{S+i}$$

$$Wm = \frac{1}{55,6501+0,3603} = 0,01785$$

- Luas Permukaan Total

$$SA = \frac{Wm \times N \times CSa}{BM \text{ Gas}}$$

$$SA = \frac{0,01785 \times (6,023 \times 10^{23}) \times (0,162 \times 10^{-18})}{28,013 \text{ gr/mol}} = 62,17367 \text{ m}^2/\text{g}$$

- Luas Permukaan Spesifik

$$SS = \frac{SA}{M}$$

$$SS = \frac{27,7256 \text{ m}^2/\text{g}}{0,0690 \text{ g}} = 901,0676 \text{ m}^2/\text{g}$$

1.5 Perhitungan Data Spektrofotometer UV-Vis

Nilai absorbansi dipakai untuk menghitung konsentrasi sisa Metil Violet (Ct). Nilai konsentrasi metil violet disubstitusikan ke dalam persamaan berikut untuk mendapatkan persentase degradasi (%D) :

Persentase degradasi :

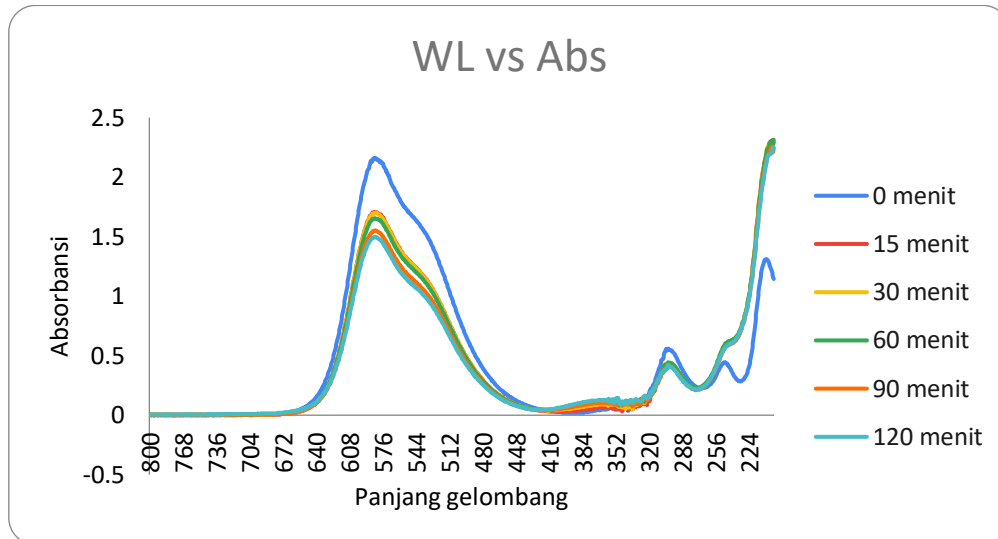
$$(\%D) = \frac{c_0 - c_t}{c_0} \times 100\%$$

C₀ = Konsentrasi metil violet awal

C_t = Konsentrasi metil violet akhir

a. NiFe₂O₄ (Oksidasi Metil Violet)

Berikut adalah hasil analisis aktivitas degradasi metil violet menggunakan spektrofotometer UV-Vis :



Gambar 20. Wavelength scan oksidasi metil violet menggunakan NiFe_2O_4

Tabel 4. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis NiFe_2O_4 (oksidasi Metil Violet)

waktu	absorbansi	C/C 0	C	ln C	1/C
0	2,162	1	20	2,995732274	0,05
15	1,710	0,79093432	15,8186864	2,761191925	0,063216374
30	1,694	0,783533765	15,6706753	2,751791151	0,063813459
60	1,653	0,764569843	15,29139685	2,727290373	0,065396249
90	1,552	0,717853839	14,35707678	2,664242976	0,069652062
120	1,496	0,691951896	13,83903793	2,627493434	0,072259358

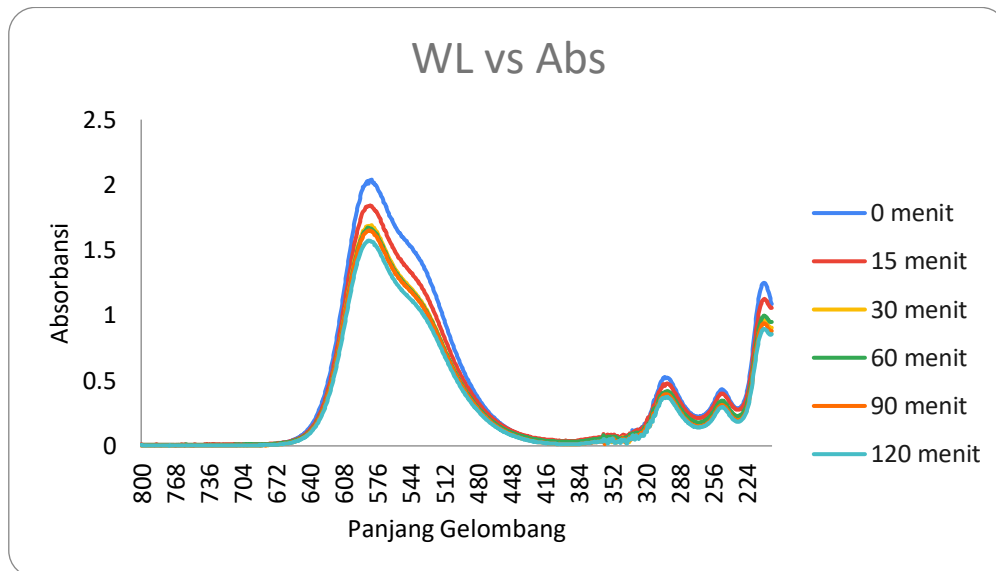
$$\text{Orde 1} = -0,838612542$$

$$\text{Orde 2} = 0,866620162$$

$$\text{Persen Degradasi} = 30,80481036 \%$$

b. NiFe_2O_4 (Adsorpsi)

Berikut adalah hasil analisis aktivitas degradasi metil violet menggunakan spektrofotometer UV-Vis :



Gambar 21. Wavelength scan adsorpsi metil violet menggunakan NiFe_2O_4

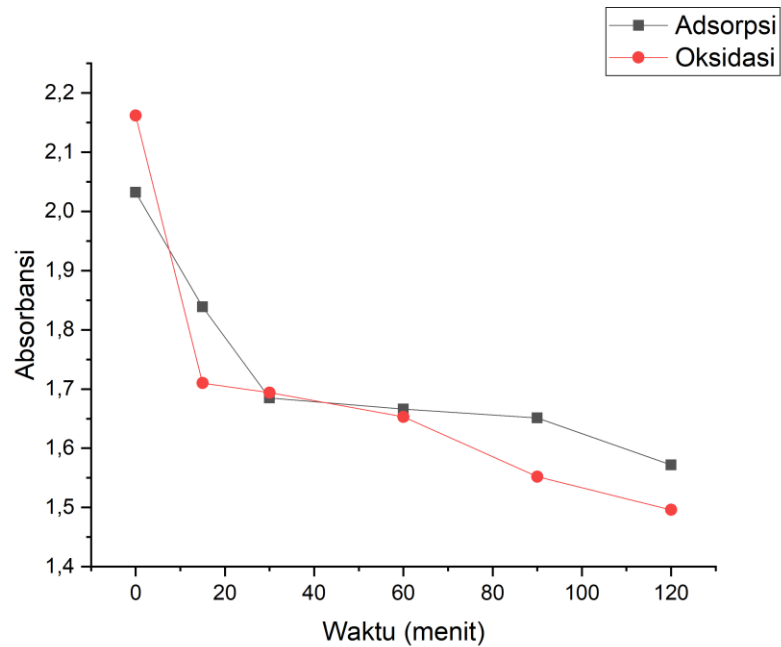
Tabel 5. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis NiFe_2O_4 (adsorpsi Metil Violet)

waktu	absorbansi	C/C 0	C	ln C	1/C
0	2,032	1	20	2,995732274	0,05
15	1,839	0,905019685	18,1003937	2,895933689	0,055247417
30	1,685	0,829232283	16,58464567	2,808477308	0,060296736
60	1,666	0,81988189	16,3976378	2,797137288	0,060984394
90	1,651	0,8125	16,25	2,788092909	0,061538462
120	1,572	0,773622047	15,47244094	2,739060438	0,064631043

Orde 1 = -0,869216097

Orde 2 = 0,882708164

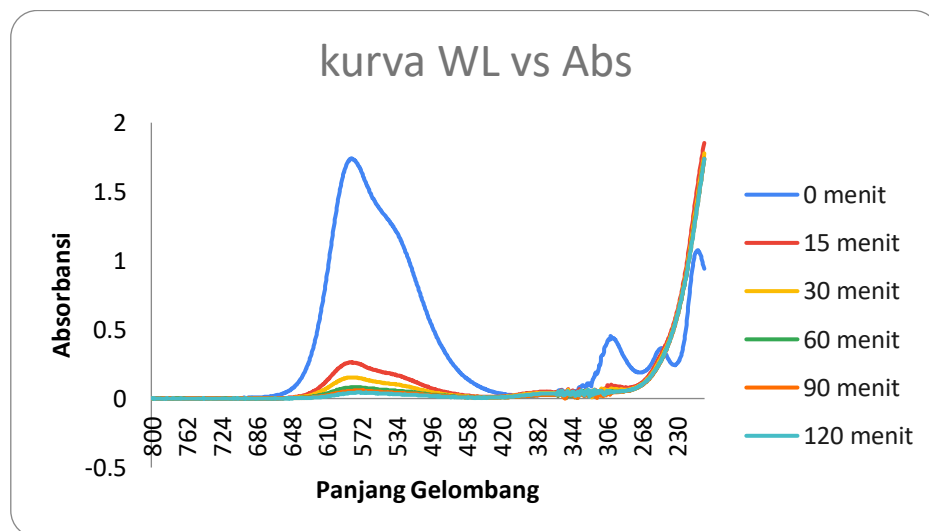
Persen Degradasi = 22,63779528%



Gambar 22. Penurunan absorbansi metil violet pada sampel NiFe_2O_4

c. $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$ (Oksidasi)

Berikut adalah hasil analisis aktivitas degradasi metil violet menggunakan spektrofotometer UV-Vis :



Gambar 23. Wavelength scan oksidasi metil violet menggunakan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$

Tabel 6. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis NiFe₂O₄/Bentonit (oksidasi Metil Violet)

waktu	absorbansi	C/C 0	C	ln C	1/C
0	1,739	1	20	2,995732274	0,05
15	0,262	0,18542109	3,708421798	1,310606395	0,269656489
30	0,154	0,108987969	2,179759377	0,779214493	0,458766234
60	0,081	0,057324841	1,146496815	0,136711046	0,872222222
90	0,057	0,040339703	0,806794055	-0,214686841	1,239473684
120	0,042	0,029723992	0,59447983	-0,520068491	1,682142857

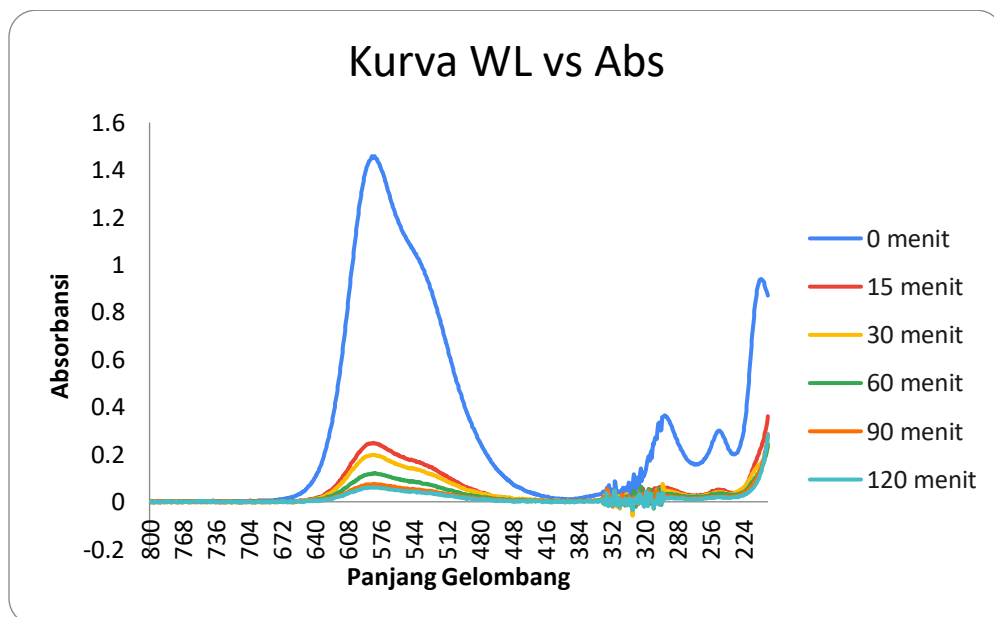
Orde 1 = -0,894571561

Orde 2 = 0,999705414

Persen Degradasi = 97,02760085%

d. NiFe₂O₄/Bentonit (Adsorpsi)

Berikut adalah hasil analisis aktivitas degradasi metil violet menggunakan spektrofotometer UV-Vis :



Gambar 24. Wavelength scan desorpsi metil violet menggunakan NiFe₂O₄/Bentonit

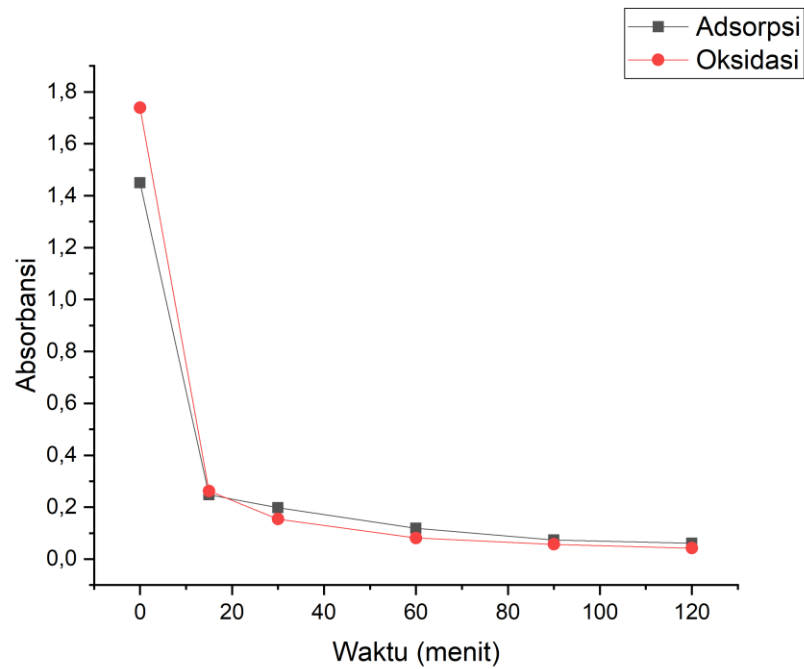
Tabel 7. Hasil analisis Spektrofotometer UV-Vis NiFe₂O₄/Bentonit (adsorpsi Metil Violet)

waktu	absorbansi	C/C 0	C	ln C	1/C
0	1,45	1	20	2,995732274	0,05
15	0,248	0,129301356	2,586027112	0,950122764	0,386693548
30	0,198	0,103232534	2,064650678	0,724961049	0,484343434
60	0,119	0,062043796	1,240875912	0,215817511	0,805882353
90	0,074	0,038581856	0,771637122	-0,259240889	1,295945946
120	0,061	0,031803962	0,636079249	-0,452432118	1,572131148

Orde 1 = -0.857572463

Orde 2 = 0,9941188691

Persen Degradasi = 96,81960375%



Gambar 25. Penurunan absorbansi metil violet pada sampel NiFe₂O₄/Bentonit

Lampiran 2. Dokumentasi Penelitian



Gambar 26. Proses sintesis nanopartikel



Gambar 27. Hasil oven nanopartikel



Gambar 28. Hasil kalsinasi nanopartikel



Gambar 29. Hasil oksidasi katalitik metil violet menggunakan NiFe_2O_4



Gambar 30. Hasil adsorpsi metil violet menggunakan NiFe_2O_4



Gambar 31. Hasil oksidasi katalitik metil violet menggunakan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$



Gambar 32. Hasil adsorpsi metil violet menggunakan $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Bentonit}$