



**PREPARASI NANOPARTIKEL Fe_3O_4 (MAGNETIT) SERTA
APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN ION LOGAM KADMIUM**

Skripsi

disusun sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia

Oleh

Amanda Shinta Maylani

4311411066

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

2015

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis di dalam Tugas Akhir II ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan jiplakan dari hasil karya orang lain, baik sebagian maupun seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam Tugas Akhir II ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, 1 Juli 2015
Penulis



Amanda Shinta Maylani
NIM. 4311411066

PENGESAHAN

Tugas Ahir II yang berjudul

Preparasi Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetit) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium

Disusun oleh

Nama : Amanda Shinta Maylani

NIM : 4311411066

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 7 Juli 2015

Panitia:



Prof. Dr. Wiyantoro, M.Si
NIP.196310121988031001

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si
NIP.196507231993032001

Ketua Penguji

Dr. Jumaeli, M.Si

NIP.196210051993031002

Anggota Penguji/Pembimbing I

Triastuti Sulistyaningsih, S.Si, M.Si

NIP.197704112005012014

Anggota Penguji/ Pembimbing II

Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si

NIP.198212142009122004

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi dengan judul **Preparasi Nanopartikel Fe₃O₄ (Magnetit) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium** yang disusun oleh Amanda Shinta Maylani telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan di hadapan sidang Penelitian Ujian Tugas Akhir II Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang (UNNES).

Semarang, Juni 2015

Dosen Pembimbing I



Triastuti Sulistyaningsih, S.Si, M.Si

NIP.197704112005012014

Dosen Pembimbing II



Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si

NIP.198212142009122004

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto

1. Berhentilah mengeluh karena Allah tidak akan memberikan cobaan di luar batas kemampuan umat-Nya.
2. *Always put your best efforts because you only life once.*

Persembahan

Karya ini penulis persembahkan untuk:

1. Mama dan papa tercinta atas doa, dukungan serta limpahan kasih sayang yang tak pernah putus.
2. Kakak-kakakku yang selalu memberikan doa, dukungan dan semangat.
3. Alm. Oma tercinta dan semua keluargaku yang telah mendukung dan mendoakanku.
4. Mohammad Arif Nurhasyim yang selalu menemani, menghibur dan memberikan semangat.
5. Sahabat-sahabat Kimia 2011 yang selalu menyemangati.
6. Almamaterku.

KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir II dengan judul “Preparasi Nanopartikel Fe₃O₄ (Magnetit) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium” sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains di Universitas Negeri Semarang.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan Tugas Akhir II ini jauh dari kesempurnaan dan tidak terlepas dari bantuan dan dukungan berbagai pihak, maka penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Rektor Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
4. Ibu Triastuti Sulistyaningsih, S.Si, M.Si., selaku Dosen Pembimbing I yang dengan kesabarannya memberikan arahan dan bimbingannya sehingga Tugas Akhir II ini mampu diselesaikan penulis.
5. Ibu Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si., selaku Dosen Pembimbing II yang dengan kesabarannya memberikan arahan dan motivasi dalam penyelesaian Tugas Akhir II ini.

6. Bapak Drs. Jumaeri, M.SI., selaku Dosen Pengaji yang telah memberikan arahan, kritikan, dan masukan sehingga Tugas Akhir II ini dapat menjadi lebih baik.
7. Bapak dan Ibu Dosen yang banyak memberikan bekal ilmu selama penulis menjalani studi.
8. Bapak dan Ibu Laboran Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang yang telah membantu penulis selama penelitian.
9. Orangtua dan seluruh keluarga tercinta yang telah memberikan dukungan, serta doa dan kasih sayang yang tidak pernah putus. Sahabat-sahabat terbaikku Arif, Fani, Metta, Selli, Kartika, Lysa, Istria, Manda, Margaretha, dan Fatun yang selalu ada menemani di saat suka maupun duka. Teman-teman kost Valet yang selalu menghibur dan membuat tawa.
10. Serta semua pihak yang telah membantu penulis baik secara materi maupun non-materi dalam penulisan Tugas Akhir II ini.

Akhirnya, penulis berharap semoga Tugas Akhir II ini dapat bermanfaat dan menambah wawasan serta wacana keilmuan dan berguna bagi pihak-pihak yang membutuhkannya serta bagi penulis sendiri.

Semarang, 1 Juli 2015
Penulis



Amanda Shinta Maylani
NIM.4311411066

ABSTRAK

Maylani, Amanda S. 2015. *Preparasi Nanopartikel Fe₃O₄ (Magnetit) serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Univeristas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Triastuti Sulistyaningsih, S.Si., M.Si dan Pembimbing Pendamping Ella Kusumastuti, S.Si., M.Si.

Kata Kunci: Adsorben, Kadmium, Magnetit, dan Nanopartikel

Pembuangan limbah industri logam yang tidak diolah dengan cara yang benar telah mengakibatkan pencemaran lingkungan perairan. Pengolahan limbah logam berat dapat dilakukan dengan metode adsorpsi. Telah dilakukan penelitian yang bertujuan untuk mensintesis nanopartikel Fe₃O₄ dengan metode kopresipitasi dan mengaplikasikannya sebagai adsorben ion logam kadmium, mengetahui kondisi optimum adsorpsi serta studi isoterm dan kinetika adsorpsinya. Tahap awal yaitu sintesis nanopartikel Fe₃O₄ secara kopresipitasi, diikuti karakterisasi dengan FTIR, XRD, dan SAA. Tahap akhir yaitu proses adsorpsi. Analisis kandungan Cd²⁺ yang teradsorp dilakukan dengan metode AAS. Fe₃O₄ berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi, dengan ukuran partikel rata-rata 19,3448 nm, luas permukaan 56,973 m²/g dan diameter rata-rata pori sebesar 107,969 Å. Kondisi optimum adsorpsi tercapai pada pH 8 selama 60 menit dan pada konsentrasi awal adsorbat 4,9017x10⁻⁶ mol/L. Adsorpsi ini mengikuti model adsorpsi isoterm Langmuir dengan $q_{\max} = 1,426 \times 10^{-4}$ mol/g dan kinetika isoterm Ho dengan konstanta laju adsorpsi ion Cd²⁺ sebesar 1,5093 g/mg menit.

ABSTRACT

The disposal of industrial wastewaters that is not processed in the right way has resulted a pollution in waters. Adsorption is one of method that can be used to remove heavy metals from waters. This study aim to synthesize nanoparticle Fe₃O₄ using co-precipitation method and apply it to be an adsorbent of Cd²⁺ ions. Various factors influencing the adsorption of Cd²⁺ e.g. pH, contact time and initial concentration were investigated. Moreover, model of adsorption isotherm and kinetics also studied. Sample of Fe₃O₄ were characterized by FTIR, XRD and SAA. Process of adsorption use batch method. Amount of Cd²⁺ that adsorbed were measured by AAS. The result showed that the sample was nanoparticle. The average particle size of Fe₃O₄ was 19.3448 nm, surface area was 56.973 m²/g and average of pore size was 10.7969 nm. An optimum pH require for adsorption Cd²⁺ ions by Fe₃O₄ is 8, optimum contact time is 60 minutes and an optimum initial concentration is 4.9072 x 10⁻⁶ mol/L. The adsorption followed the Langmuir isotherm with $q_{\max} = 16.0302$ mg/g and psedo-second-order reactionmodel of kinetics adsorption with initial sorption rate 1.5093g/mg minute.

Keywords: Adsorbent, Cadmium, Magnetite, Nanoparticle.

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|-----------------------------|---------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| PERNYATAAN | ii |
| PENGESAHAN | iii |
| PERSETUJUAN PEMBIMBING..... | iv |
| MOTTO DAN PERSEMBAHAN | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| ABSTRAK | viii |
| DAFTAR ISI | ix |
| DAFTAR TABEL | xi |
| DAFTAR GAMBAR | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |

BAB I PENDAHULUAN

| | |
|-------------------------------|---|
| 1.1. Latar Belakang | 1 |
| 1.2. Rumusan Masalah..... | 5 |
| 1.3. Tujuan Penelitian | 5 |
| 1.4. Manfaat Penelitian | 6 |

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

| | |
|--|----|
| 2.1. Nanopartikel | 7 |
| 2.2. Magnetit | 8 |
| 2.3. Kopresipitasi | 11 |
| 2.4. Interaksi magnetit dengan Logam | 12 |
| 2.5. Logam Berat | 13 |
| 2.6. Kadmium..... | 14 |
| 2.7. Adsorpsi | 16 |
| 2.7.1. Jenis Adsorpsi..... | 17 |
| 2.7.2. Faktor-faktor yang mempengaruhi Adsorpsi..... | 17 |
| 2.8. Isoterm Adsorpsi | 20 |
| 2.8.1. Isoterm Langmuir..... | 20 |
| 2.8.2. Isoterm Freundlich..... | 21 |
| 2.9. Kinetika Adsorpsi | 22 |
| 2.9.1. Model Kinetika Langmuir-Hinselwood..... | 23 |
| 2.9.2. Model Kinetika Orde Satu Semu | 23 |

| | |
|---|----|
| 2.9.2. Model Kinetika Orde Dua Semu | 24 |
| 2.10. <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i> | 24 |
| 2.11. Difraktometer Sinar-X (<i>X-Ray Difraction</i>) | 25 |
| 2.12. <i>Surface Area Analyzer (SAA)</i> | 27 |
| 2.13. Spektrofotometer Serapan Atom..... | 28 |
| 2.14. Penelitian Terdahulu | 29 |

BAB III METODE PENELITIAN

| | |
|--|----|
| 3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian | 31 |
| 3.2. Variabel Penelitian..... | 31 |
| 3.2.1. Variabel Bebas..... | 31 |
| 3.2.2. Variabel Terikat..... | 31 |
| 3.3.2. Variabel Terkendali | 32 |
| 3.3. Alat dan Bahan..... | 32 |
| 3.3.1. Alat | 32 |
| 3.3.2. Bahan | 32 |
| 3.4. Prosedur Kerja | 33 |
| 3.4.1. Preparasi Magnetit..... | 34 |
| 3.4.2. Penentuan Kondisi Optimum Penyerapan Ion Cd ²⁺ | 34 |

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

| | |
|---|----|
| 4.1. Sintesis Nanopartikel Fe ₃ O ₄ dengan Metode Kopresipitasi..... | 37 |
| 4.2. Karakterisasi Senyawa Fe ₃ O ₄ | 40 |
| 4.1.1. Karakterisasi Senyawa Fe ₃ O ₄ dengan FTIR..... | 40 |
| 4.2.2. Karakterisasi Senyawa Fe ₃ O ₄ dengan XRD | 41 |
| 4.2.1. Karakterisasi Senyawa Fe ₃ O ₄ dengan SAA | 42 |
| 4.3. Adsorpsi Ion Logam Cd ²⁺ dalam Larutan menggunakan Fe ₃ O ₄ | 45 |
| 4.3.1. Optimasi pH Larutan Cd ²⁺ | 45 |
| 4.3.2. Optimasi Waktu Kontak Larutan Cd ²⁺ | 46 |
| 4.3.3. Optimasi Konsentrasi Larutan Cd ²⁺ | 48 |
| 4.4. Kinetika Adsorpsi | 49 |
| 4.5. Isotem Adsorpsi | 50 |

BAB V SIMPULAN DAN SARAN

| | |
|--------------------|----|
| 5.1.Simpulan | 54 |
| 5.2.Saran..... | 55 |

| | |
|----------------------|----|
| DAFTAR PUSTAKA | 56 |
|----------------------|----|

| | |
|----------------|----|
| LAMPIRAN | 61 |
|----------------|----|

DAFTAR TABEL

| Tabel | Halaman |
|---|---------|
| 1. Sifat Fisik dan Magnetik Senyawa Oksida Besi | 9 |
| 2. Hasil perhitungan kinetika adsorpsi ion Cd ²⁺ pada Fe ₃ O ₄ | 49 |
| 3. Hasil perhitungan kapasitas adsorpsi Fe ₃ O ₄ | 51 |

DAFTAR GAMBAR

| Gambar | Halaman |
|---|---------|
| 1. Struktur Kristal Fe_3O_4 | 8 |
| 2. Kurva Isoterm Freundlich dan Langmuir..... | 22 |
| 3. Magnetit Hasil Sintesis | 38 |
| 4. Diagram Pourbaix besi dalam larutan pada berbagai nilai pH | 39 |
| 5. Spektra IR Fe_3O_4 | 40 |
| 6. Difraktogram Fe_3O_4 hasil sintesis | 41 |
| 7. Kurva adsorpsi-desorpsi Fe_3O_4 hasil sintesis dengan SAA | 43 |
| 8. Kurva Optimasi pH Larutan Ion Logam Cd^{2+} | 44 |
| 9. Mekanisme adsorpsi ion logam Cd^{2+} oleh Fe_3O_4 | 45 |
| 10. Kurva Optimasi Waktu Kontak Larutan Ion Logam Cd^{2+} | 46 |
| 11. Optimasi Konsentrasi Larutan Ion Logam Cd^{2+} | 47 |
| 12. Grafik Hubungan t/q_t vs t pada model kinetika Ho..... | 49 |
| 13. Model isoterm adsorpsi Langmuir | 50 |

DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran | Halaman |
|---|---------|
| 1. Pembuatan Larutan..... | 59 |
| 2. Diagram Alir Prosedur Penelitian | 60 |
| 3. Hasil Karakterisasi FTIR..... | 65 |
| 4. Hasil Karakterisasi XRD..... | 66 |
| 5. Hasil Karakterisasi SAA | 69 |
| 6. Kondisi Optimum Adsorpsi | 75 |
| 7. Kinetika Adsorpsi | 81 |
| 8. Isotherm Adsorpsi | 84 |
| 9. Foto Dokumentasi Penelitian | 87 |

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Air tidak dapat dipisahkan dari kehidupan manusia. Bahkan dapat dipastikan tanpa pengembangan sumber daya air secara konsisten peradaban manusia tidak akan mencapai tingkat yang dinikmati sampai saat ini. Oleh karena itu pengembangan dan pengolahan sumber daya air merupakan dasar peradaban manusia (Sunaryo *et al.*, 2005). Air merupakan komponen lingkungan yang paling penting. Manfaat air bagi kehidupan antara lain untuk kebutuhan rumah tangga yaitu sebagai air minum dan mandi, kebutuhan industri, air irigasi untuk pertanian sampai pembangkit listrik tenaga air.

Air merupakan salah satu komponen penting bagi kebutuhan manusia. Masuknya zat kimia yang tidak diinginkan menyebabkan kualitas air menjadi semakin buruk dan tidak layak digunakan (Ameta *et al.*, 2006). Dewasa ini, air menjadi masalah yang perlu mendapat perhatian serius. Sebagai contoh, pencemaran air sungai menyebabkan berkurangnya oksigen terlarut dalam air, sehingga berpengaruh negatif terhadap kehidupan biota perairan dan kesehatan penduduk yang memanfaatkan air sungai tersebut (Siswati, 2003). Penyebab pencemaran air tidak hanya berasal dari buangan industri pabrik-pabrik yang membuang begitu saja air limbahnya tanpa pengolahan terlebih dahulu ke sungai atau ke laut, tetapi juga akibat limbah domestik yang jumlahnya semakin besar (Wahjono, 1999).

Berkembangnya perindustrian di Indonesia memberikan dampak negatif terhadap lingkungan. Salah satu dampaknya yaitu menurunnya kualitas lingkungan perairan yang disebabkan oleh penanganan limbah yang tidak tepat terutama pencemaran logam berat. Limbah yang dihasilkan oleh berbagai macam industri seperti industri logam, elektroplating, penyamakan kulit, tekstil dan cat mengandung berbagai macam zat kimia berbahaya yang harus diolah dengan cara-cara tertentu agar tidak membahayakan lingkungan.

Logam berat merupakan jenis pencemar yang sangat berbahaya dalam sistem lingkungan hidup karena bersifat tak dapat terbiodegradasi, toksik, serta mampu mengalami bioakumulasi dalam rantai makanan (Anis dan Gusrizal, 2006). Pencemaran logam berat terhadap lingkungan merupakan suatu proses yang erat hubungannya dengan penggunaan logam tersebut dalam kegiatan manusia, dan secara sengaja maupun tidak sengaja membuang limbah yang mengandung logam berat ke lingkungan. Logam-logam tertentu dalam konsentrasi tinggi akan sangat berbahaya bila ditemukan di dalam lingkungan (air, tanah dan udara). Salah satu contoh logam berat yang sangat berbahaya adalah logam kadmium (Cd). Logam Cd mempunyai penyebaran yang sangat luas di alam. Menurut Palar (2008) cadmium memiliki dampak negatif dalam tubuh manusia yaitu dapat menghambat kerja paru-paru, bahkan mengakibatkan kanker paru-paru, mual, muntah, diare, kram, anemia, kerusakan ginjal dan hati. Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.492/ Menkes/ Per/ 2010 ambang batas kandungan kadmium dalam air minum adalah 0,003 mg/L.

Salah satu cara yang dapat dilakukan untuk menanggulangi pencemaran akibat logam berat adalah adsorpsi. Adsorpsi merupakan salah satu metode yang paling populer dan efektif untuk menanggulangi pencemaran logam berat, karena proses adsorpsi menawarkan fleksibilitas dalam desain dan operasinya (Pang *et al.*, 2011). Ada banyak senyawa yang dapat digunakan untuk adsorpsi logam berat antara lain zeolit, arang aktif dan magnetit. Magnetit adalah salah satu senyawa yang telah banyak digunakan dan dikembangkan oleh ilmuwan. Penggunaan magnetit dalam penyelesaian masalah lingkungan telah banyak menarik perhatian dalam beberapa tahun ini. Fe_3O_4 dapat digunakan untuk pemurnian air seperti adsorpsi arsen, krom, dan nikel. Selain itu, Fe_3O_4 juga bisa digunakan untuk menghilangkan kesadahan, kebasaan, zat garam, zat warna, dan senyawa organik. Kelebihan Fe_3O_4 yaitu dapat dipisahkan dari media dengan proses magnetik yang sederhana, efisien, ekonomis dan tidak beracun (Hariani *et al.*, 2013).

Magnetit dikenal juga sebagai *black iron oxide*, *magnetic iron ore*, *loadstone*, *ferrous ferrite*, atau *hercules stone* yang menunjukkan kemagnetan paling kuat di antara oksida-oksida logam transisi. Material dalam ukuran nanometer mempunyai luas permukaan yang sangat besar, sehingga mempunyai kemampuan adsorpsi yang sangat besar. Daya adsorpsi yang cukup besar terhadap logam berat ini dapat dimanfaatkan sebagai adsorben logam berat pada limbah industri. Proses adsorpsi dengan nanopartikel magnetit sebagai adsorben dimungkinkan karena atom-atom oksigen di permukaan magnetit berpotensi mengikat ion-ion logam berat, sehingga dapat menurunkan kadar logam berat dalam air atau pun limbah cair (Teja, 2009).

Telah dilakukan beberapa penelitian mengenai aplikasi nanopartikel sebagai adsorben yaitu penelitian Ningsih *et al.* (2013) yang mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode elektrokimia secara elektro-oksidasi besi pada voltase tinggi (70 V) dan digunakan sebagai adsorben ion kadmium(II). Hasilnya, semakin besar jarak antar elektroda maka semakin kecil diameter partikel magnetit yang dihasilkan. Nanopartikel magnetit hasil elektrokimia ini dapat mengadsorpsi 96,37% ion Cd^{2+} pada pH 8 selama 30 menit. Hariani *et al.* (2013) melakukan penelitian guna mengetahui daya adsorp magnetit terhadap zat warna. Magnetit yang digunakan merupakan hasil sintesis dengan metode kopresipitasi dan berhasil menyerap zat warna dengan kapasitas adsorpsi sebesar 30,503 mg/g. Penelitian Amin *et al.* (2010) mengenai efektifitas nanopartikel magnetit hasil sintesis dengan metode sol-gel dalam penurunan kadar Cr(VI) dari simulasi air limbah elektroplating. Magnetit yang dihasilkan memiliki ukuran antara 40-300 nm dan memiliki kemurnian 90% serta kemagnetan 36,5 emu/g. Magnetit yang dihasilkan berhasil mengadsorp Cr(VI) mengikuti isoterm Freundlich.

Berdasarkan uraian di atas, maka peneliti memiliki ketertarikan untuk melakukan penelitian “**Preparasi Magnetit Fe_3O_4 dan Aplikasinya sebagai Adsorben Logam Berat Kadmium(II)**”. Sebelumnya telah dilakukan penelitian oleh Ningsih (2013) mengenai adsorpsi ion logam Cd^{2+} menggunakan magnetit hasil elektrokimia. Pada penelitian ini magnetit disintesis dari FeSO_4 dan FeCl_3 menggunakan metode kopresipitasi. Metode ni dianggap lebih mudah dan lebih sederhana dibandingkan metode lainnya. Magnetit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk analisis gugus fungsi, X-

ray Diffraction (XRD) untuk analisis fasa dan ukuran partikel dan *Surface Area Analyzer (SAA)* untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran pori, selanjutnya magnetit hasil sintesis digunakan untuk mengadsorp logam Cd yang terdapat dalam larutan $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ kemudian kondisi optimum ditentukan menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS), serta isoterm adsorpsi dan kinetikanya.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas diperoleh rumusan masalah yang nantinya diharapakan dapat menjadikan dasar penelitian ini yaitu antara lain sebagai berikut:

1. Berapakah pH optimum adsorpsi ion logam Cd^{2+} menggunakan Fe_3O_4 ?
2. Berapakah waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Cd^{2+} yang menggunakan Fe_3O_4 ??
3. Berapakah konsentrasi optimum adsorbat pada adsorpssi ion logam Cd^{2+} menggunakan Fe_3O_4 ??
4. Bagaimanakah model isoterm dan kinetika adsorpsi ion logam Cd^{2+} oleh Fe_3O_4 (magnetit)?

1.3. Tujuan Penelitian

Berdasarkan uraian di atas dapat dirumuskan tentang tujuan dari penulisan adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pH optimum magnetit dalam penurunan kadar ion logam Cd^{2+} .
2. Mengetahui waktu kontak optimum dalam penurunan kadar ion logam Cd^{2+} .

3. Mengetahui konsentrasi optimum adsorbat dalam penurunan kadar ion logam Cd^{2+} .
4. Untuk mengetahui model isoterm dan kinetika adsorpsi ion logam Cd^{2+} .oleh Fe_3O_4 .

1.4. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat bagi berbagai pihak, antara lain memperoleh material baru yang dapat digunakan sebagai adsorben logam Cd^{2+} , dan mengurangi serta mencegah pencemaran air oleh logam berat sehingga dapat meningkatkan ketersediaan air bersih yang layak.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Nanopartikel

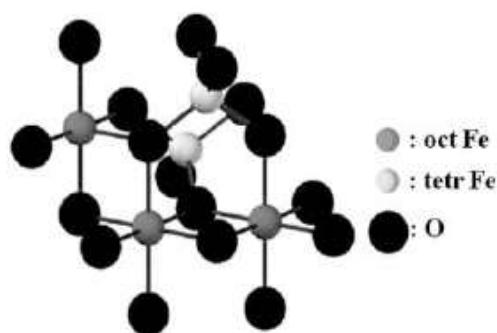
Nanopartikel didefinisikan sebagai partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 10 – 100 nm (Abdullah *et al.*, 2008). Material nanopartikel telah banyak menarik peneliti karena material nanopartikel menunjukkan sifat fisika dan kimia yang sangat berbeda dari *bulk*materialnya seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik. Ada dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar yaitu : (a) karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain; (b) ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Abdullah *et al.*, 2008).

Nanopartikel Fe₃O₄ memiliki sifat yang berbeda dibandingkan dengan material *bulk* nya. Nanopartikel magnetit memiliki sifat superparamagnetik yaitu sifat material yang memiliki magnetisasi tinggi ketika diberi magnet eksternal, namun tidak ada medan magnet eksternal nilai magnetisasi rata-ratanya adalah nol. Bahan supermagnetik timbul dari bahan ferromagnetik yang berukuran sangat

kecil (nano) yang membentuk domain magnetik yang mempunyai derajat kebebasan tinggi. Magnetik berpotensi besar digunakan pada bidang biosensor yang berperan sebagai bahan aktif yang dapat mengimmobilisasi analit pada permukaan sensor sehingga dapat meningkatkan kinerja biosensor tersebut. (Riyanto *et al.*, 2012). Selain memiliki sifat paramagnetik, nanopartikel Fe₃O₄ juga memiliki luas permukaan dan luas pori yang lebih besar dibandingkan dengan Fe₃O₄ biasa sehingga lebih efektif bila digunakan sebagai adsorben.

2.2. Magnetit

Magnetit merupakan salah satu oksida besi yang memiliki rumus kimia Fe₃O₄ atau sering ditulis dalam bentuk (FeO.Fe₂O₃). Magnetit mengadopsi bangun spinel terbalik, yaitu setengah jumlah ion Fe³⁺ menempati rongga tetrahedron dan setengah yang lain menempati rongga oktahedron dan semua ion Fe²⁺ menempati rongga oktahedron dari suatu tatanan kubus rapat muka (fcc) ion O²⁻ (Sugiyarto, 2003). Gambar 1 dan Tabel 1 merupakan bentuk kristal serta sifat fisik dan magnetik dari Fe₃O₄.



Gambar 1. Struktur Kristal Fe₃O₄

(Teja dan Koh, 2009)

Tabel 1. Sifat Fisik dan Magnetik Senyawa Oksida Besi

| Sifat | Oksida | | |
|---|---|--------------------------------|---|
| | Hematit | Magnetit | Magemit |
| Rumus molekul | A-Fe ₂ O ₃ | Fe ₃ O ₄ | γ- Fe ₂ O ₃ |
| Densitas (g/cm ³) | 5,25 | 5,18 | 4,87 |
| Titik leleh (°C) | 1350 | 1583-1597 | - |
| Ph | 6,5 | 5,5 | 5 |
| Sifat kemagnetan | Ferromagnetik lemah atau antiferromagnetik | Ferromagnetik | Ferrimagnetik |
| M _s pada 300 K (A.m ² /kg) | 0,3 | 92-100 | 60-80 |
| Energi pembentukan bebas ΔG _f ° (kJ/mol) | -742,7 | -1012,6 | -711,1 |
| Struktur Kristal | Rombohedral, Heksagonal | Kubus | Kubus atau tetrahendral |
| Tipe struktur | Corundum | Spinel terbalik | Spinel cacat |
| Gugus ruang | R3c (Heksagonal) | Fd3m | P4 ₃ 32 (kubus), P4 ₁ 2 ₁ 2 (tetragonal) |
| Parameter kisi (nm) | $a=0,5034, c = 1,375$ (Heksagonal), $a_{gb} = 0,5427,$ $a=55,3^\circ$ (rombohedral) | $a = 0,8396$ | $a = 0,83474$ (kubus), $a=0,8347, c = 2,501$ (tetragonal) |

Besi oksida ini digunakan dalam berbagai aplikasi termasuk biomedis, adsorben, katalis, perangkat penyimpanan yang bersifat magnetis, sistem pendingin magnet dan lain-lain (Tan dan Bakar, 2006).

Fe₃O₄ merupakan senyawa oksida dengan struktur spinel yang tidak normal yang tidak hanya digunakan dalam industri pelapisan, pewarnaan, dan *light-resistance*, tetapi juga digunakan untuk industri konstruksi dikarenakan sifatnya yang tahan terhadap asam. Pada saat ini, Fe₃O₄ digunakan pada berbagai bidang termasuk teknologi preparasi dari serbuk nanopartikel (Meng *et al.*, 2005).

Nanopartikel magnetit telah menjadi material menarik yang dikembangkan karena sifatnya yang terkenal sangat potensial dalam aplikasinya pada berbagai bidang, seperti dalam bidang medis digunakan sebagai *drug delivery*, terapi hyperthermia, dan *Magnetic Resonance Imaging* (MRI). Dalam bidang industri digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpan data dalam bentuk CD atau *hard disk*, pigmen warna. Superparamagnetik magnetit digunakan sebagai inti dari agen yang digunakan untuk memisahkan jaringan yang sehat dan yang terkena penyakit. Magnetit dengan polimer terlapisi digunakan untuk pemisahan sel, pemurnian protein, analisis pangan dan lingkungan, sintesis biokimia dan organik, pengelolaan limbah industri dan biosains (Teja, S., 2009).

Sifat partikel nanomagnetik bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, ketika ukuran suatu partikel nanomagnetik di bawah 10 nm, akan bersifat superparamagnetik pada temperatur ruang, artinya bahwa energi termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah partikel nanotunggal. Karena itu, untuk mensintesis partikel nano yang seragam dilakukan beberapa metode dengan mengatur ukurannya sehingga menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nanopartikel. Partikel dalam ukuran nanometer memiliki luas permukaan yang besar dengan mengecilnya ukuran (Abdullah dan Khairurijal, 2010).

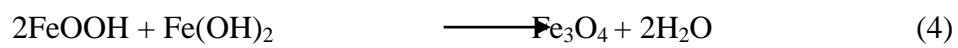
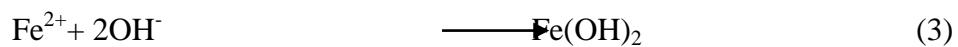
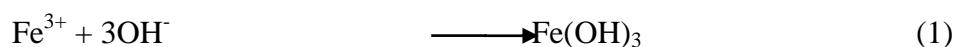
Banyak metode yang telah dilakukan peneliti untuk pembuatan Fe_3O_4 yang halus dan homogen diantaranya metode kopresipitasi, *solvothermal*, sol gel, *solid state*, dan lain-lain. Setiap metode memiliki kelebihan dan kekurangan tersendiri, namun semuanya telah terbukti dapat digunakan untuk membuat nanopartikel

Fe_3O_4 . Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi dianggap sebagai metode yang paling sederhana, ekonomis dan paling efisien. Kesederhanaan metode ini menjadi salah satu teknik yang lebih disukai untuk membuat partikel nano (Yuliani *et al.* 2013).

2.3. Kopresipitasi

Metode kopresipitasi merupakan cara mudah untuk mensintesis nanopartikel magnetik dari larutan garam. Hal ini dilakukan dengan penambahan basa dibawah atmosfer inert pada suhu kamar atau pada suhu tinggi (Faraji *et al.*, 2010). Kelebihan dari kopresipitasi adalah teknik yang ekonomis dan beberapa variasi kondisi dapat dipilih mulai dari suhu, pH, agen pengendap dan sebagainya.

Metode kopresipitasi atau pengendapan dilakukan dengan menambahkan larutan pengendap pada pH larutan yang mengandung prekursor material pendukung dan katalis, sehingga terbentuk spesi logam hidroksida yang akan bereaksi dengan gugus hidroksil permukaan yang diikuti dengan lepasnya molekul air. Metode ini umumnya digunakan untuk memperoleh distribusi fasa aktif yang sangat seragam (Nurhayati, 2008). Reaksi pembentukan Fe_3O_4 secara kopresipitasi dijabarkan sebagai berikut:



(Sun *et al.*, 2006)

Ukuran, bentuk dan komposisi nanopartikel magnetik sangat tergantung pada jenis garam yang digunakan (misalnya: klorida, sulfat, nitrat), serta rasio $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ (Faraji *et al.*, 2010). Beberapa hal yang perlu diperhatikan agar diperoleh endapan yang baik yaitu: (1) Pengendapan dilakukan dalam larutan encer, (2) Pereaksi pengendap ditambahkan perlahan-lahan sambil diaduk, (3) Pengendapan dilakukan pada daerah pH yang akan membentuk secara kuantitatif (Hermawanti, 2009).

2.4. Interaksi Magnetit dengan Logam

Magnetit merupakan salah satu jenis mineral oksida besi yang memiliki kemampuan adsorpsi cukup baik. Salah satu kelebihan magnetit sebagai adsorben adalah sifat ferromagnetitnya sehingga selain mampu mengadsorpsi ion logam melalui mekanisme ikatan koordinasi maupun ionik, zat ini juga dapat mengadsorpsi melalui kemagnetan yang dimilikinya. Selain itu, magnetit dapat secara efektif dan mudah dipisahkan dengan menggunakan medan magnet eksternal. Magnetit (Fe_3O_4) memiliki interaksi yang lebih kuat di dalam medan magnet daripada maghemit (Fe_2O_3) (Yuniarti, M., 2013).

Berdasarkan elektronegatifitasnya, atom O memiliki elektronegatifitas yang lebih besar dibandingkan atom Fe sehingga kemampuannya untuk menarik elektron-elektron lebih besar dibandingkan dengan atom Fe.

Proses adsorpsi dengan nanopartikel magnetit sebagai adsorben dimungkinkan karena atom-atom oksigen di permukaan magnetit berpotensi

mengikat ion-ion logam berat, sehingga dapat menurunkan kadar logam berat dalam air atau pun limbah cair(Teja, 2009).

Point of Zero Charge (PZC) atau titik nol muatan adalah pH dimana permukaan memiliki jumlah situs adsorpsi positif dan negatif yang sama. Penentuan pH_{pzc} dilakukan dengan titrasi potensiometri. Sun *et al* mempelajari karakteristik permukaan magnetit dari cairan suspensi menggunakan titrasi potensiometri dan mendapatkan nilai pH_{pzc} magnetit sebesar 6,4 pada temperatur ruang (Petrova *et al*, 2011).pH_{pzc} digunakan untuk stabilisasi elektrostatik dari nanopartikel dalam larutannya. Pada pH < pH_{pzc} Fe₃O₄ permukaan magnetit bermuatan positif sedangkan pada pH > pH_{pzc} Fe₃O₄ permukaan magnetit bermuatan negatif karena mengalami deprotonasi (Yuniarti, 2013).

2.5. Logam Berat

Logam berat adalah suatu terminologi umum yang digunakan untuk menjelaskan sekelompok elemen logam yang kebanyakan berbahaya apabila masuk kedalam tubuh. Logam berat adalah unsur-unsur yang mempunyai nomor atom dari 22-92 dan terletak di dalam periode tiga dalam susunan berkala, mempunyai densitaslebih besar dari 5 gram/ml. Logam berat umumnya berada disudut kanan bawah pada susunan berkala, seperti unsur-unsur Pb, Cd, dan Hg.Kebanyakan dari logam-logam tersebut mempunyai afinitas sangat besar terhadap belerang (Saeni, 1989).

Agar tidak terjadi keracunan karena mengkonsumsi makanan yang terkontaminasi logam Hg, Pb, dan Cd maka ada suatu ketentuan yang disarankan

oleh *Food Agricultural Organization*, yaitu 0,3 mg per orang / minggu untuk Hg total dan tidak lebih dari 0,2 mg Hg jika dalam bentuk metal merkuri, 0,4–0,5 mg per orang/minggu untuk Cd, dan 3 mg Pb total per orang/minggu (Saeni, 1989). Sedangkan untuk persyaratan kualitas air minum menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.492/ Menkes/ Per/ 2010 ambang batas kandungan kadmium dalam air minum adalah 0,003 mg/l.

Logam berat dikelompokan berdasarkan toksisitasnya terhadap lingkungan. Unsur yang termasuk ke dalam logam berat antara lain Fe, Mn, Cu, Zn, Co, Ba, Ag, As, Cd, Cr, Hg, Ni, Pb, Sb dan Se (Novotry *et al.*, 2000).

2.6. Kadmium

Kadmium adalah salah satu unsur logam berat yang bersama-sama dengan unsur Zn dan Hg termasuk pada golongan IIB Sistem Periodik Unsur.Kadmium jarang sekali ditemukan di alam dalam bentuk bebas. Keberadaannya di alam dalam berbagai jenis batuan, tanah, dalam batubara dan minyak (Fergusson, 1991).

Kadmium adalah logam berwarna putih perak, lunak, lentur, tahan terhadap tekanan, mengkilap, tidak larut dalam basa, dan mudah bereaksi.Kadmium umumnya terdapat dalam kombinasi dengan klor (Cd klorida) atau belerang (Cd sulfit).Kadmium memiliki nomer atom 40, berat atom 112,4 g/mol, titik leleh 321°C dan titik didih 767°C (Widowati, 2008).

Ion logam kadmium(II) merupakan ion logam berat yang berpotensi sebagai polutan bagi lingkungan perairan sehingga perlu diupayakan untuk

menurunkan atau mengurangi kadarnya. Menurut Pearson sebagaimana dikutip Shriver (1990), ion Cd²⁺ adalah asam lunak sehingga lebih suka berinteraksi dengan basa lunak. Kadmium yang bervalensi dua (Cd²⁺) merupakan bentuk terlarut stabil dalam lingkungan perairan laut pada pH dibawah 8,0. Kadar Cd di perairan alami berkisar antara 0,29-0,55 ppb dengan rata-rata 0,42 ppb. Dalam lingkungan alami yang bersifat basa, kadmium mengalami hidrolisis, teradsorpsi oleh padatan tersuspensi dan membentuk ikatan kompleks dengan bahan organik. Di perairan alami, Cd membentuk ikatan baik dengan ligan organik maupun anorganik seperti Cd(OH)⁺, CdCl⁺, CdSO₄, CdCO₃ dan Cd organik (Sanusi, 2006).

Logam kadmium merupakan salah satu jenis logam berat yang banyak digunakan dalam berbagai kegiatan industri kimia di Indonesia seperti industri pelapisan logam, industri baterai nikel kadmium, industri cat, industri PVC atau plastik dan industri lainnya. Kadmium dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri kimia tersebut karena sifat kadmium yang lunak dan tahan korosi (Darmono, 1999). Kadmium yang dihasilkan dapat merusak lingkungan serta berbahaya bagi makhluk hidup karena kadmium dapat mengendap di dalam tubuh makhluk hidup dan terakumulasi sehingga dapat menyebabkan berbagai macam penyakit hingga mengalami kematian.

Menurut Kobayashi, sebagaimana dikutip oleh Darmono (1999) pengaruh negatif kadmium yang utama terhadap manusia maupun hewan ialah terganggunya fungsi ginjal yang dapat mengakibatkan gejala glikosuria, proteinuria, aciduria dan hiperkalsiuria. Gejala tersebut bila berlanjut

akan menyebabkan gagalnya fungsi ginjal dan mengakibatkan kematian. Salah satu contoh nyata kasus pencemaran oleh kadmium yang telah menimbulkan dampak negatif adalah kasus epidemi keracunan akibat mengonsumsi beras yang tercemar kadmium yang telah terjadi di sekitar sungai Jinzu kota Toyama Pulau Honsyu, Jepang pada tahun 1960.

2.7. Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses akumulasi adsorbat pada permukaan adsorben yang disebabkan oleh gaya tarik antar molekul adsorbat dengan permukaan adsorben. Interaksi yang terjadi pada molekul adsorbat dengan permukaan kemungkinan diikuti lebih dari satu interaksi, tergantung pada struktur kimia masing-masing komponen (Setyaningtyas, 2005).

Menurut Sukardjo (2002), molekul-molekul pada permukaan zat padat atau zat cair, mempunyai gaya tarik ke arah dalam karena tidak ada gaya-gaya yang mengimbangi. Adanya gaya-gaya ini menyebabkan zat padat dan zat cair mempunyai gaya adsorpsi. Adsorpsi berbeda dengan absorpsi. Pada absorpsi zat yang diserap masuk ke dalam adsorben sedangkan pada adsorpsi, zat yang diserap hanya pada permukaan saja.

Suatu zat padat dapat menarik molekul gas atau zat cair pada permukaannya. Hal ini disebabkan adanya kesetimbangan pada permukaan padatan. Adsorpsi terjadi pada permukaan zat padat karena adanya gaya elektrostatis atau gaya tarik antar molekul pada permukaan zat padat. Penyerapan bersifat selektif, yang diserap hanya zat terlarut atau pelarut. Bila dalam larutan

terdapat dua jenis zat atau lebih, zat yang satu akan diserap lebih kuat dari yang lain. Adsorben padat yang baik yaitu porositas tinggi, permukaannya sangat luas sehingga terjadi pada banyak tempat (Sukardjo, 2002., Wardoyo, 2010).

2.7.1. Jenis Adsorpsi

Adsorpsi ada dua jenis, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia.

2.7.1.1. Adsorpsi Fisika

Terjadi karena gaya Van Der Walls dimana ketika gaya tarik molekul antara larutan dan permukaan media lebih besar daripada gaya tarik substansi terlarut dan larutan sehingga substansi terlarut akan diadsorpsi oleh permukaan media. Adsorpsi fisik ini memiliki gaya tarik Van der Walls yang kekuatannya relatif kecil (Atkins, 1997).

2.7.1.2. Adsorpsi Kimia

Terjadi karena adanya reaksi kimia antara molekul-molekul adsorbat dengan permukaan adsorben. Adsorpsi jenis ini diberi istilah sebagai “*absorption*” dan bersifat tidak reversibel hanya membentuk satu lapisan tunggal (monolayer). Umumnya terjadi ada temperatur di atas temperatur kritis adsorbat. Sehingga kalor adsorpsi yang dibebaskan tinggi. Adsorben yang mengadsorpsi secara kimia pada umumnya sulit diregenerasi (Bobi, 2008).

2.7.2. Faktor-faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi

Menurut Bahl *et al.* (1997) dan Bambang Suryawan (2004) daya adsorpsi dipengaruhi oleh lima faktor, yaitu:

- a. Ukuran molekul adsorbat

Ukuran molekul yang sesuai merupakan hal penting agar proses adsorpsi dapat terjadi, karena molekul-molekul yang dapat diadsorpsi adalah molekul-molekul yang diameternya lebih kecil atau sama dengan diameter pori adsorben.

b. Kepolaran Zat

Apabila diameter sama, molekul-molekul polar lebih kuat diadsorpsi daripada molekul-molekul tidak polar. Molekul-molekul yang lebih polar dapat menggantikan molekul-molekul yang kurang polar yang terlebih dahulu teradsorpsi.

c. Karakteristik Adsorben

1) *Kemurnian Adsorben*

Adsorben yang lebih murni lebih diinginkan karena kemampuan adsorpsi lebih baik.

2) *Luas Permukaan dan Volume Pori Adsorben*

Jumlah molekul adsorbat yang teradsorp meningkat dengan bertambahnya luas permukaan dan volume pori adsorben.

d. Tekanan (P)

Tekanan yang dimaksud adalah tekanan adsorbat. Kenaikan tekanan adsorbat dapat menaikkan jumlah yang diadsorpsi.

e. Temperatur Absolut (T) absorbat

Pada saat molekul-molekul gas atau adsorbat melekat pada permukaan adsorben akan terjadi pembebasan sejumlah energi yang dinamakan peristiwa eksotermis. Berkurangnya temperatur akan menambah jumlah yang teradsorpsi demikian juga peristiwa sebaliknya.

f. Interaksi Potensial (E)

Interaksi potensial antara adsorbat dengan dinding adsorben sangat bervariasi, tergantung dari sifat adsorbat-adsorben.

Menurut Bernasconi *et al.* (1995) adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu konsentrasi, luas permukaan, temperatur, ukuran partikel, pH, dan waktu kontak.

a. Konsentrasi

Proses adsorpsi sangat sesuai untuk memisahkan bahan dengan konsentrasi yang rendah dari campuran yang mengandung bahan lain dengan konsentrasi tinggi.

b. Luas Permukaan

Proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antara partikel-partikel adsorbat dan adsorben. Tumbukan selektif antara partikel itu akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan.

c. Temperatur

Adsorpsi akan lebih cepat berlangsung pada temperatur tinggi. Namun demikian pengaruh temperatur adsorpsi zat cair tidak sebesar pada adsorpsi gas.

d. Ukuran Partikel

Semakin kecil ukuran partikel yang diadsorpsi maka proses adsorpsinya akan berlangsung lebih cepat.

e. pH

pH mempunyai pengaruh dalam proses adsorpsi. pH optimum dari suatu proses adsorpsi ditetapkan melalui uji laboratorium.

f. Waktu Kontak

Waktu untuk mencapai keadaan setimbang pada proses serapan ion logam oleh adsorben berkisar antara beberapa menit hingga beberapa jam.

2.8. Isoterm Adsorpsi

Ketergantungan penutupan permukaan adsorben oleh adsorbat pada tekanan dan temperatur tertentu disebut isoterm adsorpsi. Jika suatu adsorben dibiarkan kontak dengan larutan, maka jumlah zat yang teradsorpsi akan bertambah naik secara bertahap sampai suatu keadaan seimbang tercapai. Proses penyerapan biasanya dinyatakan sebagai suatu isoterm adsorpsi (Atkins, 1997).

Isoterm adsorpsi merupakan hubungan yang menunjukkan distribusi adsorben antara fasa teradsorpsi pada permukaan adsorben dengan fasa ruas saat kesetimbangan pada suhu tertentu. Dibawah ini adalah beberapa isoterm yang biasa digunakan dalam adsorpsi:

2.8.1. Isoterm Langmuir

Irving Langmuir 1918 menggunakan model sederhana untuk mendeskripsikan serapan molekul pada permukaan padatan dan menurunkan persamaan untuk isoterm (Levine, 2003). Isoterm adsorpsi Langmuir didasarkan atas beberapa asumsi, yaitu (a) adsorpsi hanya terjadi pada lapisan tunggal (monolayer), (b) panas adsorpsi tidak tergantung pada penutupan permukaan, dan (c) semua situs dan permukaannya bersifat homogen (Oscik J.,1994).

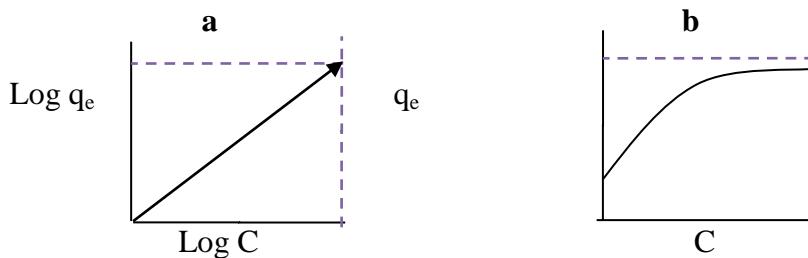
Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang

diadsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul molekul zat yang tidak teradsorpsi (Day and Underwood, 2002)

Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dituliskan pada persamaan 5.

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_L \cdot q_{max}} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad (5)$$

Dimana q_{max} adalah kapasitas maksimal adsorpsi (mg/g), q_e adalah jumlah logam yang teradsorp pada keadaan setimbang (mg/g) dan K_L adalah Konstanta Langmuir (L/g) yang mengacu pada energi ikatan ion logam dengan situs aktif (Dong *et al.*, 2010). Konstanta Langmuir (K_L) dan kapasitas adsorben maksimum (q_{max}) dapat ditentukan dari kurva linear antara C_e/q_e terhadap C_e dengan slope $1/q_{max}$ dan intersep $\frac{1}{q_{max} K_L}$. Kurva isoterm adsorpsi Langmuir dapat disajikan seperti pada Gambar 2 (b).



Gambar 2. (a) kurva Freundlich; (b) kurva Langmuir

(Oscik J., 1994)

2.8.2. Isoterm Freundlich

Isoterm Freundlich dapat diambil dengan mengubah anggapan bahwa pengikatan sorbat dapat terjadi pada berbagai macam tempat adsorpsi pada permukaan padatan. Setiap tempat adsorpsi mempunyai energi adsorpsi yang berbeda (Levine, 2003).

Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich didasarkan atas terbentuknya lapisan monolayer dari molekul-molekul adsorbat pada permukaan adsorben. Namun pada adsorpsi Freundlich situs-situs aktif pada permukaan adsorben bersifat heterogen. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dapat dituliskan pada persamaan 6.

$$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} C_e \quad (6)$$

dimana q_e adalah jumlah zat yang diadsorp pada kesetimbangan (mg/g), k_f adalah konstanta empirik isoterm Freundlich (L/mg), dan C_e merupakan konsentrasi setimbang ion logam berat dalam larutan (mg/L) (Dong *et al.*, 2010). Harga n dan K dapat ditentukan secara logaritma dengan membentuk grafik plot antar $\log q_e$ terhadap C_e , dimana nilai $1/n$ yang ditentukan merupakan slope sedangkan log k merupakan intersepnya (Williams *et al.*, 1970). Kurva isoterm adsorpsi Freundlich disajikan pada Gambar 2.(a).

2.9. Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi yaitu laju penyerapan suatu fluida oleh adsorben dalam suatu jangka waktu tertentu. Kinetika adsorpsi suatu zat dapat diketahui dengan mengukur perubahan konsentrasi zat teradsorpsi tersebut. Kinetika adsorpsi dipengaruhi oleh kecepatan adsorpsi. Kecepatan adsorpsi dapat didefinisikan sebagai banyaknya zat yang teradsorpsi per satuan waktu. Kecepatan atau besar kecilnya adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa hal, diantaranya (1) macam adsorben, (2) macam zat yang diadsorpsi (adsorbat), (3) luas permukaan adsorben, (4) konsentrasi zat yang diadsorpsi (adsorbat) dan (5) temperatur.

Seperti halnya kinetika kimia, kinetika adsorpsi juga berhubungan dengan laju reaksi. Hanya saja, kinetika adsorpsi lebih khusus, yang hanya membahas sifat penting permukaan zat. Kinetika adsorpsi yaitu laju penyerapan suatu fluida oleh adsorben dalam suatu jangka waktu tertentu. Kinetika adsorpsi suatu zat dapat diketahui dengan mengukur perubahan konsentrasi zat teradsorpsi tersebut, dan menganalisis nilai k (berupa slope/kemiringan) serta memplotkannya pada grafik. Kinetika adsorpsi dipengaruhi oleh kecepatan adsorpsi. Kecepatan adsorpsi dapat didefinisikan sebagai banyaknya zat yang teradsorpsi per satuan waktu (Raya *et al.*, 2002).

2.9.1. Persamaan Model Kinetika Langmuir-Hinshelwood

Model kinetika Langmuir-Hinselwood dapat digunakan untuk menetapkan laju adsorpsi suatu larutan pada permukaan adsorben. Model ini memiliki persamaan:

$$\frac{\ln \frac{C_o}{C_t}}{C_o - C_t} + K = \frac{k \cdot t}{C_o - C_t} \quad (7)$$

Dengan k adalah konstanta laju adsorpsi, K adalah konstanta kesetimbangan, C_o adalah konsentrasi awal ion logam, dan C_t adalah konsentrasi ion logam yang tersisa setelah adsorpsi selama waktu t . Konstanta laju adsorpsi dapat ditentukan dari nilai slope kurva linear $\ln(C_o/C_t)/(C_o - C_t)$ lawan $t/(C_o - C_t)$ (Umaningrum *et al.*, 2010).

2.9.2. Model Kinetika Orde Satu Semu

Model kinetika order satu semu yang dikemukakan oleh Lagergren berdasarkan pada kapasitas adsorpsi padatan yang secara umum dinyatakan dengan persamaan 8.

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

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

2.9.3. Model Kinetika Orde Dua Semu

Model ini dikemukakan oleh Ho dan McKay berdasarkan pada kapasitas serapan pada fase padatan yang dinyatakan dengan persamaan 9.

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{kq_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (9)$$

Jika dilakukan plot (t/q_t) vs t , maka akan diperoleh nilai $\frac{1}{kq_e^2}$ dari intersep dan $\frac{1}{q_e}$ dari slope(Danarto, 2007).

2.10. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Spektroskopi FTIR adalah metode analisis instrumentasi pada senyawa kimia yang menggunakan radiasi sinar infra merah. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar inframerah direkam, kemudian diteruskan ke interferometer. Sinar pengukuran sampel diubah menjadi interferogram.

Cara kerja alat spektrofotometer inframerah dapat dijelaskan dimana mula-mula sinar inframerah dilewatkan melalui sampel dan larutan pembanding, kemudian dilewatkan pada monokromator untuk menghilangkan sinar yang tidak diinginkan (*stray radiation*). Berkas ini kemudian didispersikan melalui prisma

atau *grating*. Dengan dilewatkannya melalui *slit*, sinar tersebut dapat difokuskan pada detektor yang akan mengubah berkas sinar menjadi sinyal listrik yang selanjutnya direkam oleh *recorder* (Khopkar, 2008).

Metode spektroskopi FTIR dalam penelitian ini digunakan untuk menentukan karakteristik dan gugus fungsi dari magnetit hasil sintesis yang terbentuk. Komponen penyusun magnetit hasil sintesis dapat dianalisis secara kualitatif menggunakan metode spektroskopi infra merah pada bilangan gelombang $4000\text{-}300\text{ cm}^{-1}$ kemudian dicocokkan dengan *peak* standar dari senyawa magnetit. Spektra FTIR senyawa Fe_3O_4 ditunjukkan dengan adanya *peak* yang lebar pada pada bilangan gelombang $570\text{-}580\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan ikatan Fe-O (Maity, D., dan D.C Agrawal, 2007).

2.11. Difraktometer Sinar-X (*X-Ray Diffraction*)

Difraktometri sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. XRD terdiri dari *slit* dan film serta monokromator (Ghozali, 2010).

Difraktometer sinar-X merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi cuplikan berupa kristal dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Hasil yang diperoleh dari percobaan ini adalah intensitas relatif (I/I₀) dan sudut hamburan (2θ). Hamburan sinar-x berasal dari atom-atom yang membentuk bidang kisis kristal dari cuplikan yang diamati (Ghozali, 2010).

Metode XRD dalam penelitian ini digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran partikel magnetit yang terbentuk. Sudut hamburan yang digunakan yaitu pada $2\theta = 10^\circ - 70^\circ$ (El-kharrag *et al.*, 2010). Ada tidaknya pengotor dalam kristal dapat diamati dengan cara membandingkan difraktogram hasil analisis dengan file *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Menurut JCPDS Fe_3O_4 standar no. 79-0419 puncak-puncak yang muncul pada difraktogram muncul pada $2\theta = 30,08^\circ; 35,43^\circ; 56,94^\circ$ dan $62,52^\circ$ (Ghozali, 2012).

Untuk penentuan ukuran partikel dapat menggunakan metode Debye-Scherrer, yaitu dengan menggunakan persamaan 10 (Ghozali, 2012).

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (10)$$

Keterangan:

D = Ukuran rata-rata partikel (nm)

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

B = Lebar $\frac{1}{2}$ puncak pada difraktogram

θ = Sudut difraksi

λ = Panjang gelombang sinar-x (0,15418 nm)

2.12. Surface Area Analyzer (SAA)

Surface Area Analyzer merupakan alat yang dapat digunakan untuk menganalisis luas permukaan suatu padatan. SAA menggunakan metode *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) yaitu metode yang diperkenalkan pada tahun 1938 oleh

Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmet, dan Edward Teller. BET adalah singkatan dari nama ketiga ilmuwan tersebut. Teori ini menjelaskan fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas di permukaan zat padat). Kuantitas molekul gas yang diadsorpsi sangat bergantung pada luas permukaan yang dialiri zat tersebut. Secara tidak langsung teori ini dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan zat padat.

Metode BET digunakan untuk mengkarakteristik luas permukaan dan ukuran pori. Prinsip kerja BET didasarkan pada proses adsorpsi gas N₂ pada padatan permukaan berpori (Chuah *et al.*, 1999). Jika zat padat berupa partikel-partikel maka luas permukaan untuk zat padat dengan massa tertentu makin besar jika ukuran partikel makin kecil. Dengan mendefinisikan luas permukaan spesifik sebagai perbandingan luas total pemukaan zat padat terhadap massanya maka luas permukaan spesifik makin besar jika ukuran partikel makin kecil.

Landasan utama teori BET adalah (a) molekul dapat teradsoprsi pada permukaan zat padat hingga beberapa lapis. Teori ini lebih umum dari teori adsorpsi satu lapis molekul dari Langmuir, (b) juga tidak ada interaksi antar molekul gas yang teradsorpsi pada permukaan zat padat. (c) Lalu, teori adsorpsi satu lapis dari Langmuir dapat diterapkan untuk masing-masing lapis gas (Abdullah, dan Khairurrijal, 2008). Adapun persamaan BET ditunjukkan oleh persamaan 11.

$$\frac{1}{W \left[\left(\frac{P_o}{P} - 1 \right) \right]} = \frac{1}{W_m C} + \left[\frac{C - 1}{W_m C} \right] \frac{P}{P_o} \quad (11)$$

Keterangan:

W = Berat gas yang diserap (adsorbat) pada tekanan relatif P/Po.

| | |
|--|--|
| W_m = Berat gas (adsorbat) yang membentuk lapisan monolayer padapermukaan zat padat. | cuplikan pada suhu rendaman pendingin. |
| | P/P_o =Tekanan relatif adsorpsi. |
| P = Tekanan kesetimbangan adsorpsi. | C = Konstanta energi. |
| P_o =Tekanan penjenuhan adsorpsi | |

Persamaan BET akan memakan garis lurus apabila dibuat grafik $\frac{1}{W\left(\left(\frac{P_o}{P}\right)-1\right)}$ vs $\frac{P}{P_o}$. Berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer (W_m), dan ditentukan dari slope (s) dan intersep (i) pada grafik BET dan dari persamaan (11) diperoleh $W_m = \frac{1}{(s+i)}$, $c = 1 + (s/i)$. Untuk menghitung luas area permukaan total dan luas permukaan spesifik menggunakan persamaan 12 dan 13.

$$S_{total} = \frac{W_m N_a A_{cs}}{V} \quad (12)$$

$$S_{spesifik} = \frac{S_{total}}{M} \quad (13)$$

Keterangan:

S_{total} = Luas area permukaan total(m^2/g).

$S_{spesifik}$ = Luas permukaan spesifik(m^2/g).

N_a = Bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul/mol)

M = Berat gas nitrogen (gram).

A_{cs} = Cross Sectional Area for Nitrogen (10,2 Å).

c = Konstanta BET.

V = Volume molar cuplikan.

(SchloglandTrunschke, 2007).

2.13. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah suatu metode analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Penyerapan tersebut menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Keadaan ini bersifat labil, elektron akan kembali ke tingkat energi dasar sambil mengeluarkan energi yang berbentuk radiasi. Dalam AAS, atom bebas berinteraksi dengan berbagai bentuk energi seperti energi panas, energi elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik. Interaksi ini menimbulkan proses-proses dalam atom bebas yang menghasilkan absorpsi dan emisi (pancaran) radiasi dan panas. Radiasi yang dipancarkan bersifat khas karena mempunyai panjang gelombang yang karakteristik untuk setiap atom bebas (Basset, 1994).

Hubungan kuantitatif antara intensitas radiasi yang diserap dan konsentrasi unsur yang ada dalam larutan cuplikan menjadi dasar pemakaian AAS untuk analisis unsur-unsur logam. Untuk membentuk uap atom netral dalam keadaan/tingkat energi dasar yang siap menyerap radiasi dibutuhkan sejumlah energi. Energi ini biasanya berasal dari nyala hasil pembakaran campuran gas asetilen-udara atau asetilen-N₂O, tergantung suhu yang dibutuhkan untuk membuat unsur analit menjadi uap atom bebas pada tingkat energi dasar (*ground state*). Pada metode ini berlaku hubungan yang dikenal dengan hukum Lambert-Beer yang menjadi dasar dalam analisis kuantitatif secara AAS sebagaimana tercantum pada persamaan 14.

$$A = \varepsilon \cdot B \cdot C \quad (14)$$

A = Absorbansi (banyaknya sinar yang diserap oleh atom)

ε = koefisien ekstingsi molar

b = tebal media penyerap/kuvet

c = konsentrasi sampel

Pada persamaan diatas ditunjukkan bahwa besarnya absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi atom-atom pada tingkat tenaga dasar dalam medium nyala.Banyaknya konsentrasi atom-atom dalam nyala tersebut sebanding dengan konsentrasi unsur dalam larutan cuplikan.Dengan demikian, dari pemplotan serapan dan konsentrasi unsur dalam larutan standar diperoleh kurva kalibrasi. Dengan menempatkan absorbansi dari suatu cuplikan pada kurva standar akan diperoleh konsentrasi dalam larutan cuplikan.

2.14. Penelitian Terdahulu

Penelitian yang dilakukan oleh Danget *al.* (2008) berhasil mensintesis senyawa magnetit menggunakan metode sonokimia menggunakan larutan etanol-air dengan iradiasi ultrasonik. Penelitian ini membuktikan bahwa iradiasi ultrasonik efektif untuk meningkatkan sifat kemagnetan suatu senyawa nanopartikel.

Penelitian yang dilakukan oleh Kim *et al.*(2007) mengenai senyawa magnetit yang disintesis menggunakan metode ultrasonifikasi dengan larutan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Metode ini merupakan metode yang baru dikembangkan. Kim Chul

et al., berhasil mensintesis senyawa magnetit dengan ukuran partikel 6 nm dengan bentuk *sphere* serta daya magnet sebesar 3,7 emu/g.

Penelitian yang dilakukan oleh Aminet *al.*(2010) berhasil mensintesis magnetit dari FeCl_3 dan FeCl_2 menggunakan metode sol-gel. Magnetit yang dihasilkan memiliki ukuran partikel 40-300 nm, kemurnian hingga 90% dan kemagnetan 3,5 emu/g. Kemudian, magnetit yang sudah dikarakterisasi digunakan untuk adsorpsi Cr(VI) dalam air simulasi. Hasilnya, magnetit efektif dalam mengurangi Cr(VI) sebesar 82% pada pH 2.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Anorganik Kimia FMIPA UNNES untuk sintesis magnetit sedangkan untuk karakterisasi dengan FTIR, dan SAA dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang, XRD di laboratorium kimia Universitas Gadjah Mada, dan untuk penentuan kondisi optimum larutan Cd menggunakan AAS di laboratorium teknik kimia Universitas Negeri Semarang.

3.2. Variabel Penelitian

Variabel-variabel dalam penelitian ini antara lain:

3.2.1. Variabel bebas

Variabel bebas pada uji efektifitas magnetit sebagai adsorben logam kadmium adalah pH larutan kadmium, waktu kontak dan konsentrasi larutan kadmium.

3.2.2. Variabel terikat

Variabel pada uji efektifitas magnetit sebagai adsorben ion logam kadmium adalah konsentrasi ion logam Cd yang teradsorp dalam satuan ppm yang akan diukur menggunakan AAS.

3.2.3. Variabel terkendali

- a) Variabel terkendali dalam preparasi magnetit adalah suhu reaksi pembentukan Fe_3O_4 yaitu 55°C , dan pH akhir reaksi yaitu 11.
- b) Variabel terkendali dari penentuan efektifitas sebagai adsorben ion logam kadmium yaitu kecepatan pengadukan selama reaksi yaitu 250 rpm, temperatur reaksi 27°C , dan volume larutan kadmium yaitu 10 ml.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, *hotplate* dan *magnetic stirrer*, neraca analitik, buret, statif dan klem, Erlenmeyer, pHmeter, thermometer, *vacuum buchner* dan magnet eksternal. Selain itu diperlukan pula instrumen karakteristik berupa *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-ray Diffractrometer* (XRD), *Surface Area Analyzer* (SAA), dan *Atomic Absorption Spectrofotometer* (AAS).

3.3.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*), serbuk $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*), NH_3 25% $\rho = 0,91 \text{ g/cm}^3$ (*Merck*), $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*), HNO_3 65% $\rho = 1,39 \text{ g/cm}^3$ (*Merck*), kertas whattman dan aquades.

3.4. Prosedur Kerja

Prosedur kerja dalam penelitian ini dibagi menjadi dua tahap yaitu:

3.4.1. Preparasi Magnetit

Pada tahapan ini Fe_3O_4 disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi. Pertama-tama, larutan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 1 M dibuat dengan cara melarutkan 6,95 gram serbuk $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ke dalam 25 ml aquades. Selanjutnya pembuatan larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1,5 M dengan melarutkan 10,14 gram ke dalam 25 ml aquades. Kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan dan dititrasi dengan NH_3 3,5 M sambil dipanaskan dan diaduk (Meng, 2004). Reaksi berlangsung hingga mencapai pH 11. Suhu selama reaksi yaitu 55°C. Larutan kemudian disaring menggunakan saringan *vacuum*. Endapan Fe_3O_4 yang terbentuk dicuci dengan aquades hingga pH netral lalu dikeringkan pada suhu 65°C selama 6 jam (Hariani, 2013). Nanopartikel Fe_3O_4 yang terbentuk selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SAA.

3.4.2. Penentuan Kondisi Optimum Penyerapan Ion Cd

Kondisi optimum adsorpsi akan ditentukan menggunakan adsorben Fe_3O_4 yang telah disintesis dan dikarakterisasi. Kondisi optimum yang akan ditentukan antara lain: pH, waktu kontak, dan konsentrasi zat yang akan diadsorp.

3.4.2.1. Pembuatan Larutan Induk Cd(II)

Larutan induk Cd(II) 1000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 2,7436 gram $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan aquades dalam *beaker glass* sampai semua padatan larut lalu dimasukkan larutan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Setelah itu dikocok hingga homogen (Ningsih, 2013).

3.4.2.2. Pembutan Kurva Kalibrasi

Tahap pertama yaitu pembuatan larutan standar Cd(II) 0; 1,0; 1,5 dan 2,0 ppm dengan cara mengambil 5 buah labu takar 100 mL, masing-masing diisi 0; 0,1; 0,15 dan 0,2 mL larutan induk Cd²⁺ 1000 ppm, kemudian ditambah aquades sampai tanda batas lalu dikocok hingga homogen. Pembuatan kurva kalibrasi ini dapat dilakukan dengan cara mengukur absorbansi larutan standar pada berbagai variasi konsentrasi dengan menggunakan AAS kemudian dibuat kurva dengan konsentrasi sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y (Ningsih, 2013).

3.4.2.3. Optimasi pH

Larutan kadmium 3 ppm sebanyak 10 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer dengan pH yang berbeda yaitu 4, 5, 6, 8, dan 9. pH diatur dengan cara menambahkan HNO₃ untuk suasana asam dan NH₃ untuk suasana basa. Larutan-larutan tersebut kemudian diukur absorbansinya sebagai absorbansi awal. Setelah itu sebanyak 0,01 gram magnetit yang sudah disintesis dimasukkan ke dalam masing-masing erlenmeyer. Kemudian masing-masing larutan dikocok dengan menggunakan *orbital shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit. Setelah itu adsorben dipisahkan menggunakan magnet eksternal. Larutan akan diukur absorbansinya dengan AAS untuk menentukan kadar ion logam Cd(II) dalam larutan setelah adsorpsi (Ningsih, 2013).

3.4.2.4. Optimasi Waktu Kontak

Larutan kadmium 3 ppm dimasukan ke dalam erlenmeyer masing-masing 10 mL dengan pH optimum. Kemudian larutan-larutan tersebut diukur absorbansinya sebagai absorbansi awal. Setelah itu sebanyak 0,01 gram magnetit

yang telah disintesis dimasukkan ke dalam masing-masing erlenmeyer. Kemudian masing-masing larutan dikocok dengan menggunakan *orbital shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama 10, 20, 30, 40, 50, 60 dan 120. Setelah itu adsorben dipisahkan menggunakan magnet eksternal. Larutan akan diukur absorbansinya dengan AAS untuk menentukan kadar ion logam Cd(II) dalam larutan setelah adsorpsi (Ningsih, 2013).

3.4.2.5. Optimasi Konsentrasi Adsorbat

Pembuatan larutan sampel dengan cara mengambil 5 buah erlenmeyer, masing-masing diisi 10 mL larutan Cd lalu diatur variasi konsentrasiannya 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 10, 15, dan 16 ppm dengan pH optimum. Setelah itu sebanyak 0,01 gram magnetit yang disintesis dimasukkan ke dalam masing-masing erlenmeyer. Kemudian masing-masing larutan dikocok dengan menggunakan *orbital shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama waktu optimum (x menit). Setelah itu adsorben dipisahkan menggunakan magnet eksternal. Larutan akan diukur absorbansinya dengan AAS untuk menentukan kadar ion logam Cd(II) dalam larutan setelah adsorpsi (Ningsih, 2013).

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat ditarik kesimpulan:

1. pH optimum adsorpsi ion logam Cd²⁺ menggunakan Fe₃O₄ adalah 8.
2. Waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Cd²⁺ menggunakan Fe₃O₄ adalah 60 menit.
3. Konsentrasi optimum adsorbat pada adsorpsi ion logam Cd²⁺ menggunakan Fe₃O₄ adalah sebesar $1,3202 \times 10^{-4}$ mol/L.
4. Isotherm adsorpsi ion logam Cd²⁺ dengan Fe₃O₄ mengikuti model isotherm langmuir sedangkan model kinetika adsorpsi ion logam Cd²⁺ dengan Fe₃O₄ mengikuti kinetika pseudo orde dua Ho.

5.2. Saran

1. Pada proses sintesis bisa dilakukan dengan menggunakan aliran gas N₂ dan rasio molar Fe³⁺:Fe²⁺ sebesar 2:1.
2. Diperlukan penelitian mengenai variasi massa adsorben hingga didapatkan kondisi optimum.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial, Teori, Penerapan dan Pengolahan Data*. Bandung: CV. Rezeki Putra Bandung.
- Abdullah, M., V. Yudistira, Nirmin, dan Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 1(1):33 – 36.
- Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2008. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 2(1).
- Adamson, A.W., 1990. Physical Chemistry of Surface, 5th ed., Toronto: John Wiley and Sons Inc.
- Ameta, R., J. Vardia, P.B. Punjabi, and S. C. Ameta. 2006. Use of Semiconducting Iron(III) Oxide in Photocatalytic Bleaching of Some Dyes. *Indian Journal of Chemical Technology*, 13(2):114-118.
- Amin, M. M., A. Khodabakhshi, M. Mozafari, B. Bina and S. Kheiri. 2010. Removal of Cr(VI) From Simulated Electroplating Wastewater By Magnetit Nanoparticles. *Environmental Engineering and Management Journal*, 9(7):921-927.
- Anis, S., dan Gusrizal. 2006. Pengaruh pH dan Penentuan Kapasitas Adsorpsi Logam Berat pada Biomassa Eceng Gondok (*Eichhornia crassipes*). *Indonesian Journal of Chemistry*, 6(1):56–60.
- Atkins, P.W., 1997. *Kimia Fisika. Jilid 2. Edisi Keempat*. Jakarta: Erlangga.
- Bahl, B.S., G.D Tuli and A. Bahl. 1997. *Essential of Pysical Chemistry*. S. New Delhi: Chand and Company, ltd.
- Basset, J. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisa Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: EGC.
- Bernasconi, G., Handoyo, dan Lienda. 1995. *Teknologi Kimia*. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Danarto, Y. C., 2007. Kinetika Adsorpsi Logam Berat Cr(IV) dengan Adsorben Pasir yang Dilapisi Besi Oksida. *Ekuilibrium*, 6(2):65-70.
- Dang, F., N. Enomoto, J. Hojo and K. Enpuku. 2009. Sonochemical Synthesis of Monodispersed Magnetit Nanoparticles by Using an Ethanol–water Mixed Solventmistry. *Ultrasonics Sonochemical*, 16(5):649-654.

- Darmono. 1999. Kadmium (Cd) dalam Lingkungan dan Pengaruhnya Terhadap Kesehatan dan Produktivitas Ternak. *Wartazoa*, 8(1):28-32.
- Day, R.A. dan Underwood, A.L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Jakarta. Penerbit Erlangga.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 2010. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.492 Tahun 2010 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum. Sekretariat Negara. Jakarta.
- Dong, L., Z. Zhu, Y. Qiu, and J. Zhao. 2010. Removal of Lead From Aqueous Solution by Hidroxyapatite/Magnetite Composite Adsorbent. *Chemical Engineering Journal*, 16(1):827-834.
- El-kharrag, R., A. Amin, and Y.E. Greish. 2011. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles. *Ceramics International* (2011), doi: 10.1016/j.ceramint.2011.07.052.
- Faraji, M., Y.Yamini, and M. Rezaee. 2010. Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Stablization, Functionalization. Characterization, and Aplication. *Journal of Iran Chemical Society*. 7(1):1-37.
- Fergusson, J.E. 1991. *The Heavy Elements Chemistry Environmental Impact and Health Effects*. Pergamon Press.
- Ghozali, A.I. 2010. *Fotodegradasi Zat Warna Remazol Red Menggunakan Katalis α -Fe₂O₃/Fe₃O₄ Core Shel Nanostruktur*. Skripsi. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Hariani, P.L., M. Faizal, Ridwan, Marsi, and D. Setiabudidaya. 2013. Synthesis and Properties of Fe₃O₄ Nanoparticles by Co-precipitation Method to Removal Procion Dye. *International Journal of Environmental Science and Development*, 4(3):336-340.
- Hermawanti, S. 2009. *Analisis Tembaga Melalui Proses Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dibutilditiokarbonat Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Tugas Akhir II. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Hu, J., G. Chen, and I.M.C. Lo. 2005. Removal and Recovery of Cr(VI) From Wastewater by Maghemite Nanoparticles. *Water Research*, 39(18):4528-4536.
- Illes, E., and Tombacz. 2003. The role of Variable Surface Charge and Surface Complexation in The Adsorption of Humic Acid on Magnetite. *Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 230(1):99-109.

- Khopkar, S.M. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press.
- Kim, C.K., E.K. Kim, J.W. Lee, S.L. Maeng and Y.S. Kim. 2008. Synthesis and Characterization of Magnetit Nanopowders. *Current Applied Physics*, 8(6):758-760.
- Kobayashi, J. 1978. *Pollution by Kadmium and Itai-itai Disease in Japan.In : Toxicity of Heavy Metals in The Environment. Part 1*. New York: Marcel and Decker Inc.
- Liem, V., A. Putranto, dan A. Andreas. 2015. Sintesis Arang Aktif dari Kulit Salak Aktivasi Kimia-Senyawa KOH Sebagai Adsorben Proses Adsorpsi Zat Warna Metilen Biru. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*. Bandung: Universitas Katolik Parahyangan.
- Levine, I.N. 2003. *Physical Chemistry*. New York: University of New York Brooklyn.
- Maity, D., and D.C. Agrawal. 2007. Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Under Oxidizing Environment and Their Stabilization In Aqueous and Non-aqueous Media. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 308(1):46-55.
- Meng, J., G.Q. Yang, L.M. Yan and X.Y. Wang. 2005. Synthesis and Characterization of Magnetic Nanometer Pigment Fe_3O_4 . *Dyes and Pigments*, 66(2):109-113.
- Ningsih, D.W., F. Fajarah, dan S. Wonorahardjo. 2013. *Aplikasi Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetite) Hasil Sintesis Elektrokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium(II)*. Skripsi. Malang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Malang.
- Novotry K., A. Turzikova, and J. Komarek. 2000. Speciation of Copper, Lead and Kadmium in Aquatic Systems by Circulating Dialysis Combined with Flame AAS. *Fresenius. Journal Analitic Chemistry*, 366(2): 209-212.
- Oscik, J. 1998. *Adsorption*. New York: John Wiley and Sons.
- Palar, H. 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Pang, Y., G. Zeng, L.Tang, Y. Zhang, Y. Liu, X. Lei, Z. Li, and G. Xie. 2011. PEI-Grafted Magnetic Porous Powder for Highly Effective Adsorption of Heavy Metals Ions. *Desalination*, 281(1): 278-284.

- Raya, I., Narsito dan Bambang, R. 2002. Kinetika Adsorpsi Ion Logam Aluminium (III) dan Kromium (III) oleh Biomassa haetoceros calcitrans yang Terimobilisasi pada Silika Gel. *Jurnal Kimia Indonesia*.
- Riyanto A., D. Listiawati, E. Suharyadi, dan K. Abraha. 2012. Analisis Struktur Kristal dan Sifat Magnetik pada Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) sebagai Bahan Aktif Biosensor Surface Plasmon Resonance (SPR). *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI Jateng & DIY*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- Rosyid, M., E. Nawangsih, Dewita. 2012. Perbaikan *Surface Area Analyzer NOVA-1000* (Alat Penganalisis Luas Permukaan Serbuk). *Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*. Yogyakarta Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN.
- Saeni, M.S. 1989. *Kimia Lingkungan*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Dirjen Perguruan Tinggi PAU Ilmu Hayat Institut Pertanian Bogor: Bogor.
- Sanusi, H.S. 2006. *Kimia Laut*. Proses Fisik Kimia dan Interaksinya dengan Lingkungan. Bogor: Departemen Ilmu dan Teknologi Kelautan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.
- Saputra, B.W. 2008. *Desain Sistem Adsorpsi dengan Dua Adsorben*. Skripsi. Jakarta: Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- Seader, J.D. E.J. Henley, and D.K. Roper. 2011. *Separation Process Principles Chemical and Biochemical Operations*, edisi ketiga. USA: John Wiley & Sons Inc.
- Setyaningtyas, T., dan S. Sriyanti. 2003. Pengaruh Pemanasan Tanah Diatom Terhadap Kemampuan Adsorpsi Cd(II) dalam Pelarut Air. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 6(3):21-31.
- Sholihah, L.K., 2010. *Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe_3O_4 yang Berasal dari Pasir Besi dan Fe_3O_4 Bahan Komersial (Aldrich)*. Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Shriver, D.F., Atkins, P.W. and Langford, C.H., 1990, Inorganic Chemistry, Oxford University Press, Oxford
- Siswati. 2005. *Studi Penelitian Konsentrasi BOD (Biological Oxygen Demand) dan COD (Chemical Oxygen Demand) di Sungai Kali Brantas Kota Batu*. Student-Research. Malang: Jurusan Teknik Sipil Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah.

- Solomon, S.D., M. Bahadory, A.V. Jeyarajasingam, S.A. Rutkowsky, and C. Boritz. 2007. Synthesis and Study of Silver Nanoparticles. *Journal of Chemistry Education.*, 84(2):322-325.
- Sugiyarto, K.H. 2003. *Common Textbook Kimia Anorganik II*. Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Sukardjo. 2002. *Kimia Fisika*. Yogyakarta: Bina Aksara.
- Sun, J., S. Zhou, Y. Yang, J. Weng, X. Li, and M. Li. 2006. Synthesis and Characterization of Biocompatible Fe_3O_4 Nanoparticles. *Wiley InterScience*.
- Sunaryo, T.M., T. Waluyo, dan A. Hamanto. 2005. *Pengelolaan Sumber Daya Air: Konsep dan Penerapannya* Edisi Pertama. Malang: Bayumedia Publishing.
- Suryawan, B. 2004. *Karakteristik Zeolit Indonesia sebagai Adsorben Uap Air*. Disertasi. Jakarta: Universitas Indonesia
- Susilowati, E.K., F. Fajaroh, dan S. Wonorahardjo. Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) Secara Elektrokimia dan Aplikasinya Sebagai Penjerap Pb(II). Skripsi. Malang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Malang.
- Tan, W.L. and A. Bakar. 2006. The Effect of Additives on The Size of Fe_3O_4 Particle. *Journal of Physical Science*, 17(2):37-50.
- Teja, A.S. and Koh, P. 2009. Synthesis, Properties, and Application of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55(1):22-45.
- Schlogl, R., and A. Trunschke. 2007. *Surface Area and Pore Size Determination. Modern Methods in Heterogeneous Catalysis Research*. Jerman: Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft.
- Umaningrum, D., U.T. Santoso, R. Nurmasari, dan R. Yunus. 2010. Adsorption Kinetics of Pb(II), Cd(II) and Cr(III) on Adsorbent Produced by Protected-Crosslinking of Humic Acid-Chitosan. *Indonesian Journal of Chemistry*, 10 (1):80-87.
- Wahyono, H.D. 1999. *Pengembangan Sistem Informasi Teknologi Pengolahan Air*. Jakarta: Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi.
- Wang, N., L. Zhu, D. Wang, M. Wang, Z. Lin, and H. Tang. 2010. Sono-assisted Preparation of Highly-efficient Peroxidase-like Fe_3O_4 Magnetic

- Nanoparticles for Catalytic Removal of Organic Pollutants with H₂O₂. *Ultrasonic Sonochemistry*, 17(3):526-533.
- Wang, K., H. Wang, R. Wang, J. Key, V. Linkov, and S. Ji. 2013. Palygorskite Hybridized Carbon Nanocomposite as a High-Performance Electrocatalyst Support for Formic Acid Oxidation. *South African Journal of Chemistry*, 66(1):86-91.
- Wardoyo, F.A. 2010. *Studi Kemampuan Adsorpsi Monmorilont Terhadap Ion Pb²⁺*. Skripsi. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Widowati, W., Sastiono A., dan Jusuf R.R. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Penertbit Andi.
- Widegren, J. A. and R. G. Finke. 2003. A review os soluble transition-metal nanocluster as arene hydrogenation catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 191(2):187-207.
- Williams, D., B. Alberty, Cornwell and Harriman. 1990. *Experiment Physical Chemistry*. Mc Graw-Hill Book Company.
- Yuliani, N.R., S. Arief, dan U. Septiani. 2013. Penggunaan Reduktor Organik dan Anorganik pada Proses Sintesis Fe₃O₄ dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Kimia Unand*, 2(1):93-97.
- Yuniarti, M. 2013. *Studi Adsorpsi-Reduksi Ion [AuCl₄] pada Magnetit Terlapisi Asam Humat (Fe₃O₄/HA)*. Skripsi. Yogyakarta: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada.

LAMPIRAN 1**Pembuatan Larutan**

- a. FeSO_4 1 M 25 ml

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 6,95 gram dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml lalu menambahkan aquades hingga tanda batas.

- b. FeCl_3 1,5 M 25 ml

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 10,14 gram dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml, lalu menambahkan aquades hingga tanda batas.

- c. Cd^{2+} 1000 ppm 500 ml

$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1, 37 gram dimasukkan ke dalam labu ukur 500 ml, lalu ditambahkan aquades hingga tanda batas.

- d. Larutan NH_3 3,5 M

NH_4OH pekat sebanyak 22,4 mL dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, tambahkan aquades sampai tanda batas.

- e. Larutan NH_3 0,01 M

NH_4OH pekat sebanyak 0,75 mL dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL, menambahkan aquades hingga tanda batas.

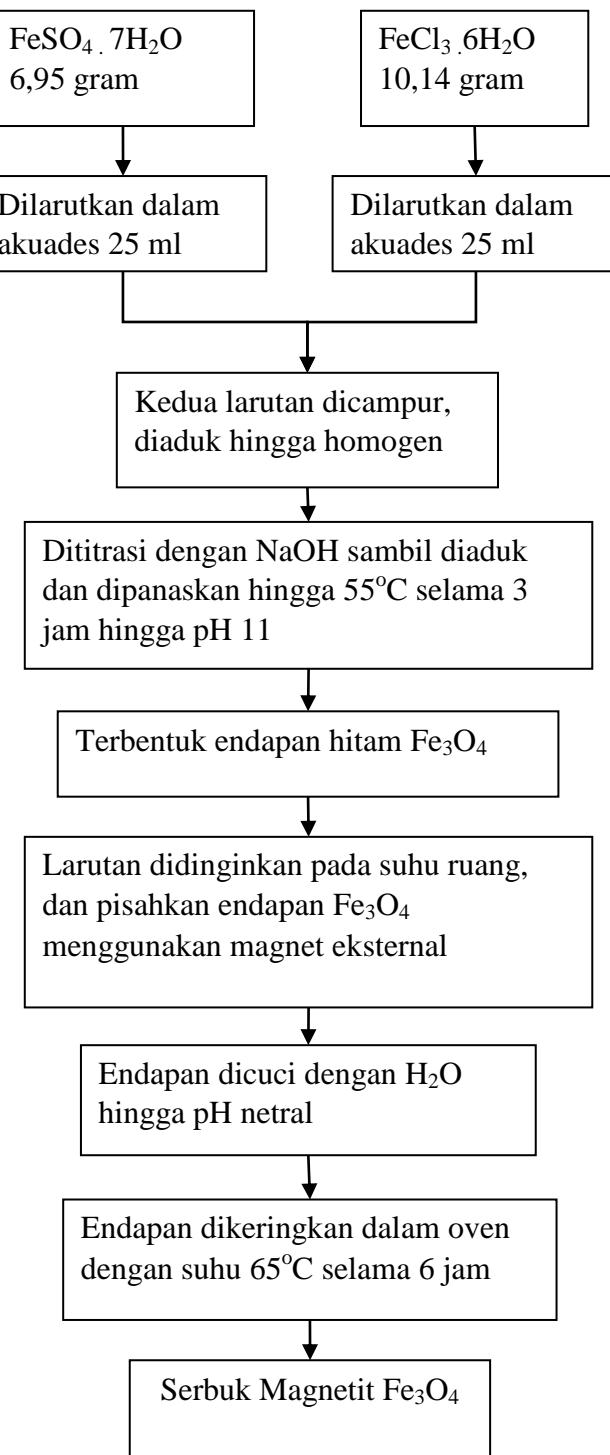
- f. Larutan HNO_3 0,01 M

HNO_3 pekat 0,69 mL dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL, menambahkan aquades hingga tanda batas.

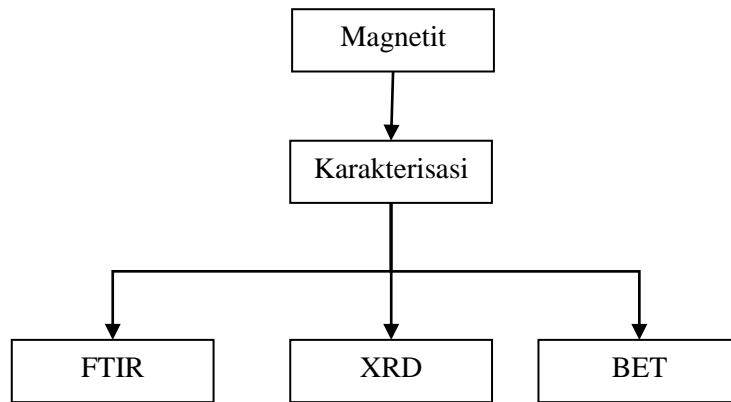
LAMPIRAN 2

Diagram Alir Prosedur Penelitian

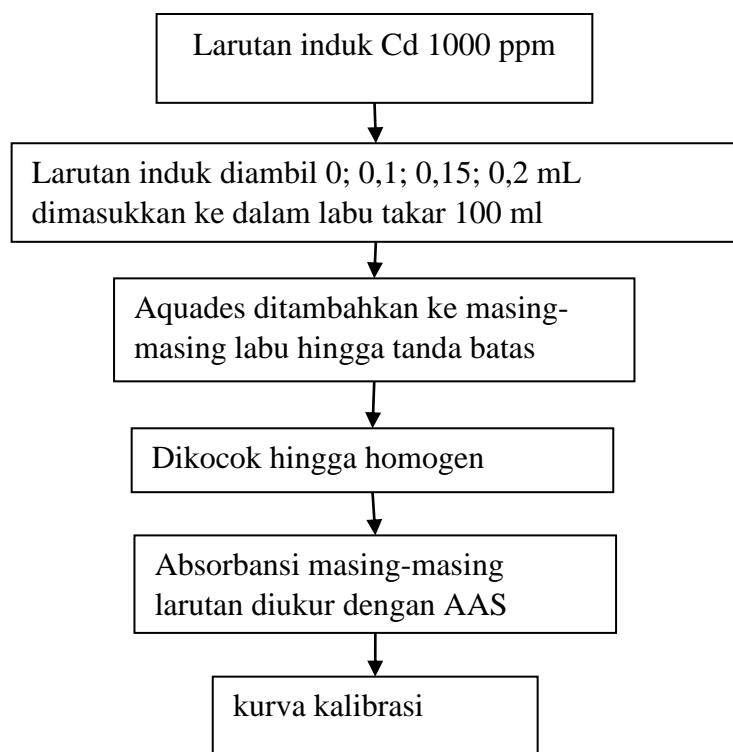
2. Preparasi Magnetit

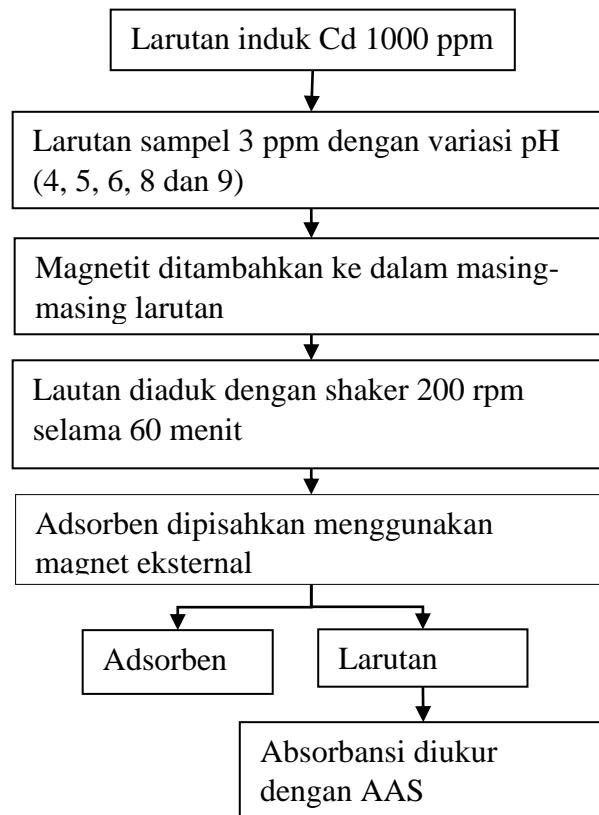


3. Karakterisasi Magnetit

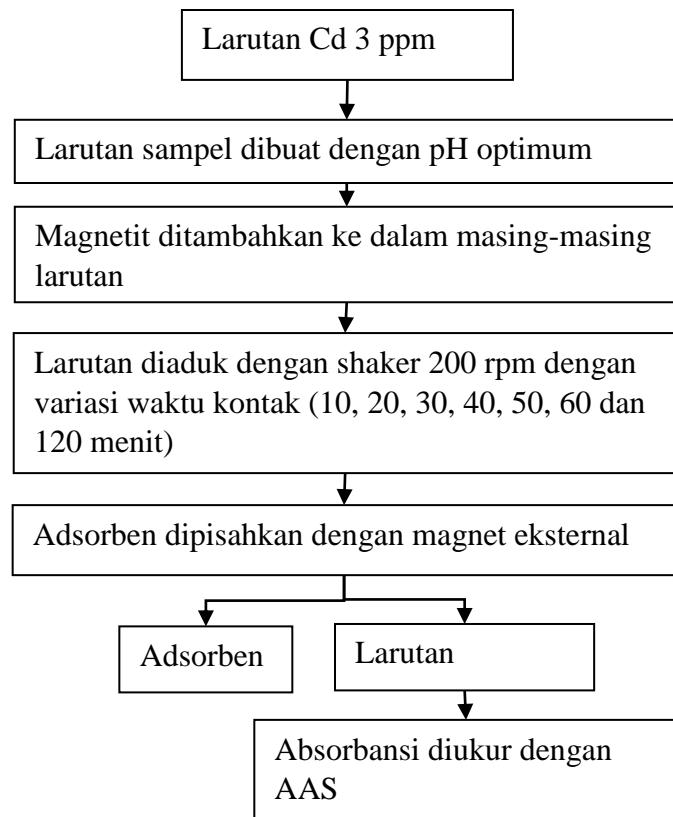


4. Pembuatan Kurva Kalibrasi Cd²⁺

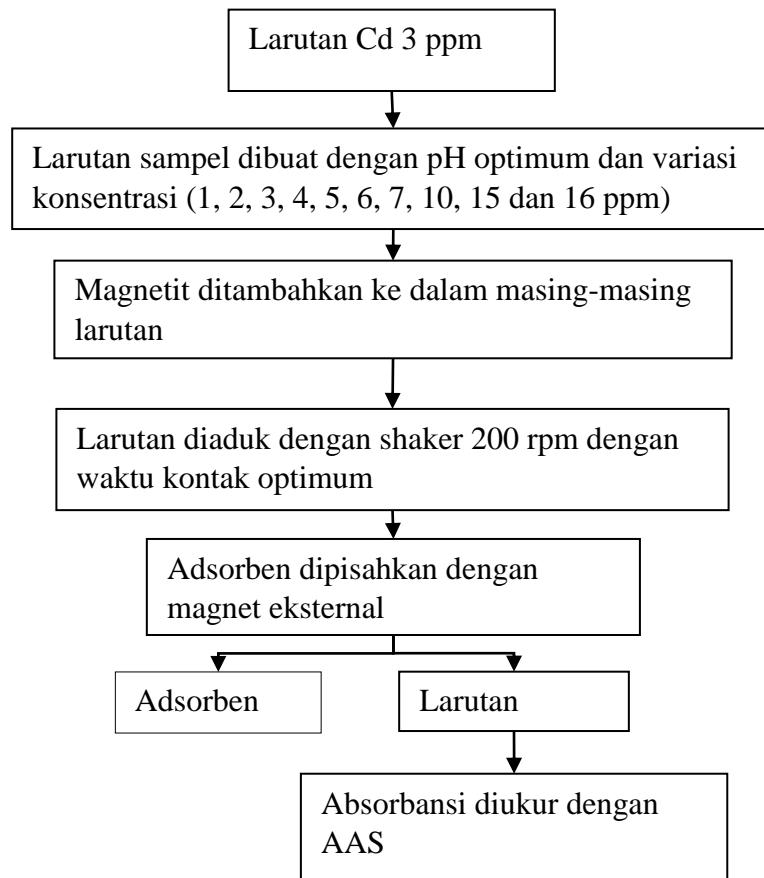


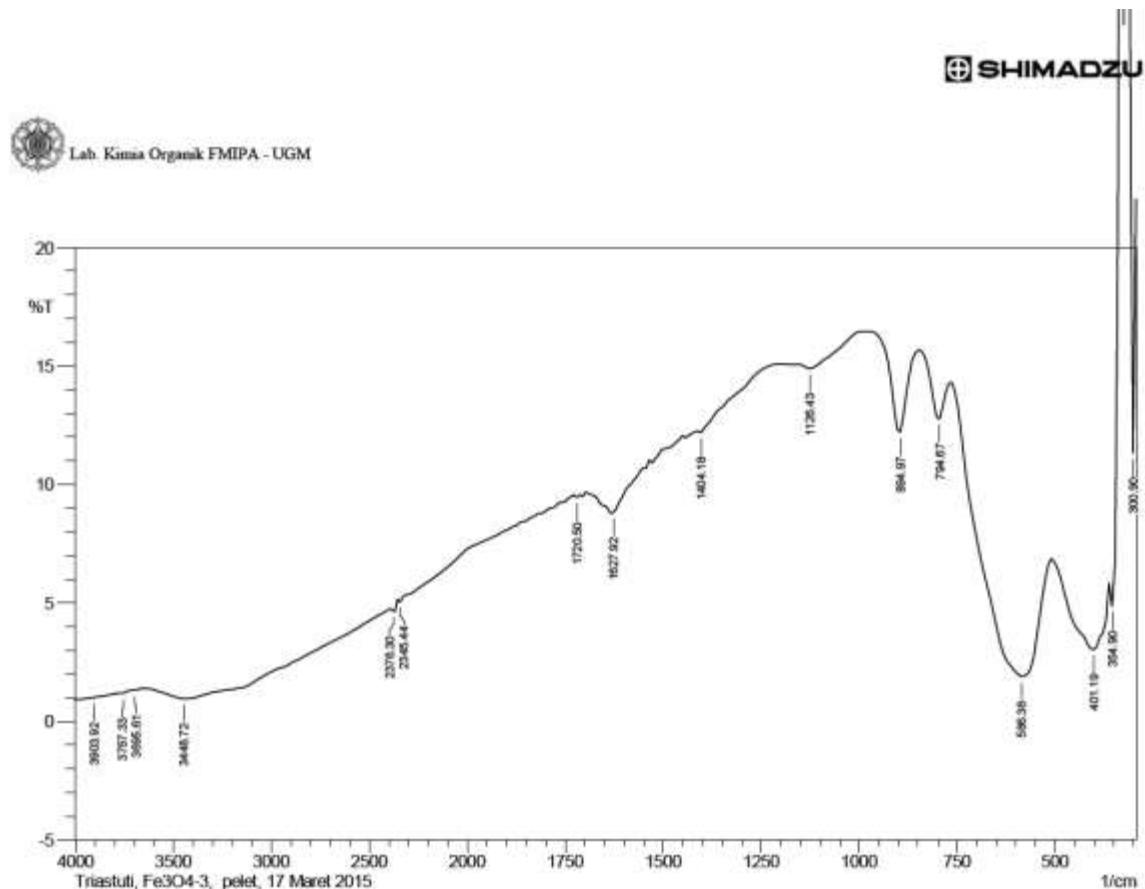
5. Menentukan Kondisi Optimum sebagai Adsorben Logam Cd²⁺**a. pH Optimum**

b. Waktu Kontak



c. Konsentrasi Optimum



LAMPIRAN 3**Hasil Karakterisasi FTIR**

| | Peak | Intensity | Corr. Intensity | Base (H) | Base (L) | Area | Corr. Area |
|----|---------|-----------|-----------------|----------|----------|----------|------------|
| 1 | 300.9 | 11.307 | 14.527 | 308.61 | 293.18 | 12.374 | 2.732 |
| 2 | 354.9 | 4.852 | 11.927 | 362.62 | 316.33 | 31.715 | 5.952 |
| 3 | 401.19 | 3.028 | 3.036 | 501.49 | 362.62 | 191.996 | 24.496 |
| 4 | 586.36 | 1.884 | 7.214 | 763.81 | 509.21 | 338.962 | 81.872 |
| 5 | 794.67 | 12.761 | 1.939 | 840.96 | 771.53 | 59.507 | 1.968 |
| 6 | 894.97 | 12.193 | 3.72 | 987.55 | 848.68 | 115.039 | 4.65 |
| 7 | 1126.43 | 14.872 | 0.444 | 1157.29 | 995.27 | 131.04 | 1.078 |
| 8 | 1404.18 | 12.176 | 0.179 | 1411.89 | 1203.58 | 178.814 | 0.093 |
| 9 | 1627.92 | 8.793 | 1.444 | 1689.64 | 1450.47 | 236.263 | 5.087 |
| 10 | 1720.5 | 9.438 | 0.127 | 1728.22 | 1697.36 | 31.511 | 0.112 |
| 11 | 2345.44 | 5.034 | 0.17 | 2353.16 | 1735.93 | 715.139 | 2.61 |
| 12 | 2376.3 | 4.623 | 0.281 | 2391.73 | 2353.16 | 50.859 | 0.609 |
| 13 | 3448.72 | 0.943 | 0.856 | 3610.74 | 2399.45 | 2050.724 | 116.989 |
| 14 | 3695.61 | 1.305 | 0.032 | 3703.33 | 3664.75 | 72.27 | 0.397 |
| 15 | 3757.33 | 1.181 | 0.03 | 3765.05 | 3726.47 | 73.636 | 0.241 |
| 16 | 3903.92 | 0.985 | 0.021 | 3911.64 | 3795.91 | 227.85 | 0.579 |

Comment:

Triastuti, Fe3O4-3, pelet, 17 Maret 2015

LAMPIRAN 4**Hasil Karakterisasi XRD**

```

*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2015
Data Name : Triastuti-3
File Name : Triastuti-3.PKR
Sample Name : Fe3O4 (3)
Comment : Fe3O4 (3)

# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta      d          I/I1    FWHM      Intensity   Integrated Int
         no. (deg)       (A)        (deg)      (deg)      (Counts)   (Counts)
 1   52   35.3533  2.53685   100  0.49330     127      3230
 2   99   62.6600  1.48144    42  0.48000      53      1014
 3   43   29.9700  2.97912    39  0.42660      49      1166

# Peak Data List
peak 2Theta      d          I/I1    FWHM      Intensity   Integrated Int
no. (deg)       (A)        (deg)      (deg)      (Counts)   (Counts)
 1   4.2133  20.95502   4  0.04000      5      18
 2   5.0600  17.45031   6  0.12000      7      70
 3   5.9266  14.90049   6  0.21330      8      128
 4   6.7300  13.12342   6  0.20000      8      75
 5   7.1000  12.44034   4  0.20000      5      70
 6   7.5650  11.67667   12 0.31000     15      320
 7   8.4266  10.48459   10 0.09330     13      121
 8   9.6491  9.15881    9  0.11170     11      106
 9   10.0800 8.76824   12 0.24000     15      256
10   10.8400 8.15514    5  0.00000      6      0
11   11.4116 7.74790    9  0.10330     11      100
12   11.8020 7.49247   17 0.28400     22      288
13   12.1800 7.26078    7  0.16000      9      106
14   12.6780 6.97667   10 0.35600     13      264
15   13.3091 6.64723    7  0.15170      9      108
16   13.7400 6.43972    4  0.00000      5      0
17   14.6300 6.04991    9  0.34000     12      268
18   15.4325 5.73707    8  0.05500     10      50
19   15.7916 5.60740    3  0.03670      4      10
20   16.8733 5.25029    7  0.05330      9      83
21   17.4825 5.06868    6  0.09500     10      76
22   18.2033 4.86957   16 0.23330     20      336
23   18.6200 4.76152    6  0.03000      7      15
24   19.4033 4.57103    9  0.04670     11      70
25   19.7650 4.48819    5  0.07000      6      52
26   20.2540 4.38092    5  0.10800      6      29
27   21.0675 4.21356   23 0.58500     29      859
28   22.0273 4.03208   20 0.24130     26      355
29   22.6550 3.92176   13 0.23000     17      269
30   23.4950 3.78342   21 0.39000     27      682
31   23.8600 3.72636    7  0.00000      9      0
32   23.9960 3.70555    8  0.07200     10      83
33   24.6600 3.60725   13 0.46000     17      397
34   25.0400 3.55337   13 0.16000     16      186
35   25.3734 3.50743   11 0.10110     14      121
36   25.8400 3.44514    6  0.08000      7      40
37   26.1733 3.40202   10 0.09330     13      129
38   26.8896 3.31300   20 0.29270     25      422
39   27.4380 3.24801   14 0.35600     18      411
40   28.5091 3.12837   11 0.11170     14      130
41   28.9583 3.08086   10 0.09670     13      122
42   29.2000 3.05590    5  0.04000      6      38
43   29.9700 2.97912   39 0.42660     49      1166
44   30.4466 2.93356   13 0.13330     17      186
45   30.8200 2.89887    5  0.00000      6      0
46   31.2000 2.86442    6  0.00000      7      0
47   31.8550 2.80700   31 0.45000     40      966

```

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å) | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 48 | 32.5500 | 2.74864 | 9 | 0.08660 | 11 | 60 |
| 49 | 33.0730 | 2.70636 | 6 | 0.11400 | 7 | 62 |
| 50 | 33.5283 | 2.67064 | 9 | 0.15670 | 12 | 131 |
| 51 | 34.4000 | 2.60493 | 13 | 0.24000 | 17 | 400 |
| 52 | 35.3533 | 2.53685 | 100 | 0.49330 | 127 | 3230 |
| 53 | 35.8200 | 2.50486 | 24 | 0.20800 | 31 | 476 |
| 54 | 36.3500 | 2.46954 | 18 | 0.18000 | 23 | 329 |
| 55 | 37.2195 | 2.41382 | 13 | 0.11100 | 16 | 163 |
| 56 | 37.7066 | 2.38375 | 7 | 0.10670 | 9 | 62 |
| 57 | 38.1380 | 2.35777 | 10 | 0.11600 | 13 | 120 |
| 58 | 38.5733 | 2.33216 | 6 | 0.10670 | 8 | 64 |
| 59 | 39.6966 | 2.26872 | 10 | 0.12670 | 13 | 107 |
| 60 | 40.0400 | 2.25005 | 3 | 0.02660 | 4 | 9 |
| 61 | 40.4266 | 2.22942 | 5 | 0.10670 | 6 | 73 |
| 62 | 41.2233 | 2.18815 | 13 | 0.27330 | 16 | 243 |
| 63 | 42.0150 | 2.14873 | 7 | 0.09000 | 9 | 84 |
| 64 | 42.7000 | 2.11584 | 6 | 0.00000 | 7 | 0 |
| 65 | 43.1000 | 2.09712 | 23 | 0.44000 | 29 | 739 |
| 66 | 43.8840 | 2.06146 | 12 | 0.12800 | 15 | 127 |
| 67 | 44.2033 | 2.04730 | 6 | 0.15330 | 8 | 72 |
| 68 | 44.7233 | 2.02470 | 15 | 0.15330 | 19 | 195 |
| 69 | 45.2560 | 2.00210 | 9 | 0.08800 | 11 | 62 |
| 70 | 45.6800 | 1.98450 | 6 | 0.16000 | 8 | 96 |
| 71 | 46.3166 | 1.95869 | 11 | 0.12670 | 14 | 104 |
| 72 | 46.7893 | 1.94000 | 6 | 0.12140 | 8 | 62 |
| 73 | 47.3309 | 1.91905 | 14 | 0.16470 | 18 | 199 |
| 74 | 48.3075 | 1.88252 | 11 | 0.25500 | 14 | 325 |
| 75 | 48.7400 | 1.86682 | 9 | 0.16000 | 12 | 136 |
| 76 | 49.1000 | 1.85397 | 13 | 0.20000 | 17 | 221 |
| 77 | 49.7833 | 1.83011 | 16 | 0.28670 | 20 | 318 |
| 78 | 50.2200 | 1.81521 | 17 | 0.37600 | 21 | 447 |
| 79 | 50.7036 | 1.79903 | 20 | 0.16070 | 25 | 262 |
| 80 | 51.1891 | 1.78310 | 20 | 0.17170 | 25 | 379 |
| 81 | 51.3700 | 1.76128 | 14 | 0.22000 | 18 | 290 |
| 82 | 52.3510 | 1.74623 | 21 | 0.19800 | 27 | 310 |
| 83 | 52.8685 | 1.73035 | 17 | 0.13710 | 21 | 178 |
| 84 | 53.4835 | 1.71189 | 21 | 0.38710 | 27 | 664 |
| 85 | 54.1500 | 1.69239 | 5 | 0.06000 | 6 | 32 |
| 86 | 55.0125 | 1.66787 | 9 | 0.32500 | 11 | 224 |
| 87 | 55.8603 | 1.64455 | 20 | 0.20730 | 26 | 293 |
| 88 | 56.4030 | 1.63001 | 22 | 0.21400 | 28 | 309 |
| 89 | 56.9975 | 1.61441 | 36 | 0.52500 | 46 | 1171 |
| 90 | 57.6100 | 1.59870 | 16 | 0.18000 | 20 | 205 |
| 91 | 58.7633 | 1.57004 | 5 | 0.04670 | 6 | 27 |
| 92 | 59.2633 | 1.55798 | 9 | 0.15330 | 12 | 147 |
| 93 | 59.6200 | 1.54951 | 5 | 0.00000 | 6 | 0 |
| 94 | 60.1966 | 1.53604 | 11 | 0.04670 | 14 | 87 |
| 95 | 60.9981 | 1.51776 | 20 | 0.20960 | 26 | 312 |
| 96 | 61.3913 | 1.50898 | 16 | 0.16930 | 20 | 168 |
| 97 | 61.8950 | 1.49790 | 17 | 0.19000 | 21 | 216 |
| 98 | 62.3800 | 1.48742 | 29 | 0.35000 | 37 | 539 |
| 99 | 62.6600 | 1.48144 | 42 | 0.48000 | 53 | 1014 |
| 100 | 63.1200 | 1.47175 | 18 | 0.09340 | 23 | 149 |
| 101 | 63.3725 | 1.46649 | 9 | 0.08500 | 12 | 78 |
| 102 | 63.9460 | 1.45471 | 10 | 0.21200 | 13 | 181 |
| 103 | 64.7275 | 1.43903 | 6 | 0.09500 | 8 | 42 |
| 104 | 65.0916 | 1.43185 | 9 | 0.31670 | 11 | 216 |
| 105 | 65.4433 | 1.42501 | 9 | 0.08670 | 11 | 55 |
| 106 | 65.8740 | 1.41673 | 13 | 0.14800 | 16 | 122 |
| 107 | 66.3440 | 1.40783 | 15 | 0.20800 | 19 | 295 |
| 108 | 66.9850 | 1.39591 | 6 | 0.05000 | 7 | 37 |
| 109 | 67.4000 | 1.38832 | 9 | 0.24000 | 11 | 128 |

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å) | I/I ₁₁ | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|-------------------|------------|--------------------|-------------------------|
| 110 | 67.6900 | 1.38307 | 9 | 0.26000 | 11 | 130 |
| 111 | 68.2750 | 1.37264 | 12 | 0.23000 | 15 | 194 |
| 112 | 68.9375 | 1.36106 | 14 | 0.25500 | 18 | 281 |
| 113 | 69.5658 | 1.35029 | 14 | 0.25830 | 18 | 212 |
| 114 | 70.0300 | 1.34248 | 3 | 0.14000 | 4 | 27 |
| 115 | 70.4513 | 1.33548 | 13 | 0.24930 | 16 | 200 |
| 116 | 71.1933 | 1.32337 | 10 | 0.10670 | 13 | 103 |
| 117 | 71.7575 | 1.31434 | 14 | 0.24500 | 18 | 254 |
| 118 | 72.3400 | 1.30519 | 4 | 0.12000 | 5 | 57 |
| 119 | 72.7658 | 1.29860 | 7 | 0.08170 | 9 | 62 |
| 120 | 73.0983 | 1.29351 | 7 | 0.13670 | 9 | 61 |
| 121 | 73.6675 | 1.28491 | 6 | 0.05500 | 7 | 32 |
| 122 | 74.0980 | 1.27851 | 15 | 0.35600 | 19 | 349 |
| 123 | 74.4740 | 1.27298 | 11 | 0.13200 | 14 | 87 |
| 124 | 74.9475 | 1.26611 | 15 | 0.18500 | 19 | 188 |
| 125 | 75.4520 | 1.25889 | 6 | 0.06400 | 7 | 36 |
| 126 | 75.9062 | 1.25249 | 8 | 0.06750 | 10 | 34 |
| 127 | 76.4383 | 1.24509 | 17 | 0.22330 | 22 | 229 |
| 128 | 76.9140 | 1.23857 | 20 | 0.25200 | 26 | 336 |
| 129 | 77.4983 | 1.23068 | 12 | 0.18060 | 15 | 127 |
| 130 | 77.9625 | 1.22451 | 6 | 0.07500 | 7 | 38 |
| 131 | 78.3533 | 1.21938 | 12 | 0.29330 | 15 | 197 |
| 132 | 78.8976 | 1.21233 | 24 | 0.29810 | 30 | 436 |
| 133 | 79.2941 | 1.20726 | 17 | 0.24170 | 22 | 264 |
| 134 | 80.0000 | 1.19837 | 24 | 0.24000 | 30 | 230 |

2. Perhitungan ukuran kristal dengan metode Debye-Scherrer

Untuk menghitung ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

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

D= ukuran kristal (nm)

k= faktor bentuk

λ = panjang gelombang sinar X yang digunakan pada waktu pengukuran (nm)

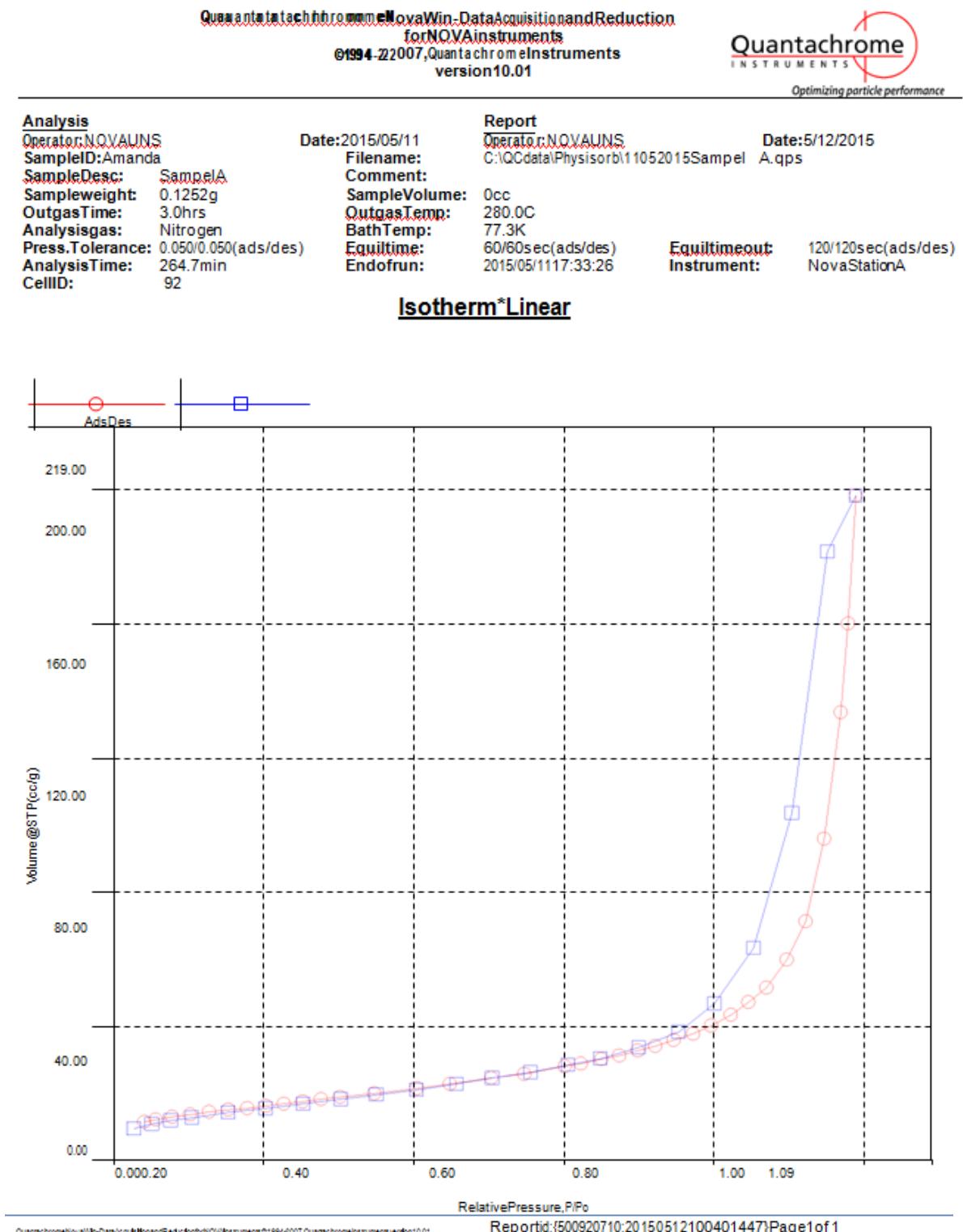
β = lebar setengah puncak pada difraktogram (radian)

θ = sudut Bragg (radian)

| peak | 2θ | θ | θ (rad) | $\cos \theta$ | FWHM | B | k | λ | D |
|--------------|-----------|----------|----------------|---------------|--------|--------|------|-----------|---------|
| 52,0000 | 35,3533 | 17,6767 | 0,3085 | 0,9528 | 0,4933 | 0,0086 | 0,94 | 0,1541 | 17,6566 |
| 99,0000 | 62,6600 | 31,3300 | 0,5467 | 0,8542 | 0,4800 | 0,0084 | 0,94 | 0,1541 | 20,2396 |
| 43,0000 | 29,9700 | 14,9850 | 0,2615 | 0,9660 | 0,4266 | 0,0074 | 0,94 | 0,1541 | 20,1382 |
| D rata-rata= | | | | | | | | | 19,3448 |

LAMPIRAN 5

Hasil Karakterisasi BET



**Quantachrome NovaWin-Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments**
©1994-2007 Quantachrome Instruments
version 10.01



Optimizing particle performance

| Analysis | | Report | |
|------------------|----------------------|---------------|---|
| Operator: | NOVA UNS | Date: | 2015/05/11 |
| SampleID: | Amanda | Filename: | C:\QCdata\Physisorb\11052015\Sample A.qps |
| SampleDesc: | SampleA | Comment: | |
| SampleWeight: | 0.1262g | SampleVolume: | 0cc |
| OutgasTime: | 3.0hrs | OutgasTemp: | 280.0C |
| AnalysisGas: | Nitrogen | BathTemp: | 77.3K |
| Press.Tolerance: | 0.050/0.050(ads/des) | Equitime: | 60/60sec(ads/des) |
| AnalysisTime: | 264.7min | Endofrun: | 2015/05/11 17:33:26 |
| CellID: | 92 | Equitimeout: | 120/120sec(ads/des) |
| | | Instrument: | NovaStationA |

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

| | | | |
|-----------|-------------------|----------------|----------------------|
| Adsorbate | Nitrogen | Temperature | 77.350K |
| | Molec.Wt.:28.013g | Cross Section: | 16.200Å ² |

Multi-Point BET Data

| Relative Pressure | Volume@STP | 1/[W((Po/P)-1)] | Relative Pressure | Volume@STP | 1/[W((Po/P)-1)] |
|-------------------|------------|-----------------|-------------------|------------|-----------------|
|-------------------|------------|-----------------|-------------------|------------|-----------------|

| | | | | | |
|-------------|---------|------------|-------------|---------|------------|
| [P/Po] | [cc/g] | | [P/Po] | [cc/g] | |
| 3.70770e-02 | 10.8354 | 2.8433e+00 | 1.99771e-01 | 15.7169 | 1.2709e+01 |
| 5.25370e-02 | 11.5511 | 3.8409e+00 | 2.24531e-01 | 16.3306 | 1.4186e+01 |
| 7.46470e-02 | 12.3478 | 5.2271e+00 | 2.49453e-01 | 16.9553 | 1.5684e+01 |
| 9.90840e-02 | 13.0931 | 6.7209e+00 | 2.74214e-01 | 17.6087 | 1.7167e+01 |
| 1.24224e-01 | 13.8033 | 8.2221e+00 | 2.99030e-01 | 18.2536 | 1.8699e+01 |
| 1.49392e-01 | 14.4641 | 9.7153e+00 | 3.44973e-01 | 19.4430 | 2.1673e+01 |
| 1.74895e-01 | 15.0988 | 1.1209e+01 | | | |

BET summary

Slope= 60.463
 Intercept= 6.630e-01
 Correlation coefficient,r= 0.999939
 C constant= 92.196

Surface Area= 56.973m²/g

Quantachrome NovaWin Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

**Analysis**

Operator: NOVAUNS
SampleID: Amanda
SampleDesc: SampleA
SampleWeight: 0.1252g
OutgasTime: 3.0hrs
AnalysisGas: Nitrogen
Press.Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)
AnalysisTime: 264.7min
CellID: 92

Report

Date: 2015/05/11 Operator: NOVAUNS Date: 5/12/2015
Filename: C:\QCdata\Physisorb\11052015Sample A.qps
Comment:
SampleVolume: 0cc
OutgasTemp: 280.0C
BathTemp: 77.3K
Equitime: 60/60sec(ads/des)
Endofrun: 2015/05/11 17:33:26
Equitimeout: 120/120sec(ads/des)
Instrument: NovaStationA

SinglePointSurfaceArea**DataReductionParametersData**

| | | | |
|-----------|--------------------|----------------|----------------------|
| Adsorbate | Nitrogen | Temperature | 77.350k |
| | Molec.Wt.: 28.013g | Cross Section: | 16.200A ² |

SinglePointSurfaceAreaData

| RelativePressure [P/Po] | Volume@STP [cc/g] | 1/[W((P/Po)- 1)] | Slope | Surf.Area [m ² /g] |
|----------------------------|----------------------|------------------|---------|----------------------------------|
| 2.99030e-01 | 18.2536 | 1.8699e+01 | 62.5319 | 55.6919 |
| 3.44973e-01 | 19.4430 | 2.1673e+01 | 62.8245 | 55.4325 |

**Quantachrome NovaWin Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments**
©1994-2007 Quantachrome Instruments
version 10.01



Optimizing particle performance

| Analysis | | Report | |
|------------------|----------------------|---------------|---|
| Operator: | NOVAUNS | Date: | 2015/05/11 |
| SampleID: | Amanda | Filename: | C:\QCdata\Physisorb\11052015\Sample A.qps |
| SampleDesc: | SampA | Comment: | |
| Sampleweight: | 0.1252g | SampleVolume: | 0cc |
| OutgasTime: | 3.0hrs | OutgasTemp: | 280.0C |
| Analysisgas: | Nitrogen | BathTemp: | 77.3K |
| Press.Tolerance: | 0.050/0.050(ads/des) | Equitime: | 60/60sec(ads/des) |
| AnalysisTime: | 264.7min | Endofrun: | 2015/05/11 17:33:26 |
| CellID: | 92 | Equitimeout: | 120/120sec(ads/des) |
| | | Instrument: | NovaStationA |

Area-Volume Summary

Data Reduction Parameters Data

| | | | |
|------------------|-------------------|--------------------|----------------------|
| Adsorbate | Nitrogen | Temperature | 77.350K |
| | Molec.Wt.:28.013g | Cross Section: | 16.200Å ² |

Surface Area Data

| | |
|--|-----------------------------|
| MultiPoint BET..... | 5.697e+01 m ² /g |
| Langmuir surface area..... | 9.273e+01 m ² /g |
| BJH method cumulative adsorption surface area..... | 4.494e+01 m ² /g |
| BJH method cumulative desorption surface area..... | 6.185e+01 m ² /g |
| DH method cumulative adsorption surface area..... | 4.535e+01 m ² /g |
| DH method cumulative desorption surface area..... | 6.264e+01 m ² /g |
| t-method external surface area..... | 5.697e+01 m ² /g |
| DR method micropore area..... | 7.266e+01 m ² /g |

Pore Volume Data

| | |
|--|----------------|
| Total pore volume for pores with Radius less than 992.10 Å at P/Po = 0.990241..... | 3.076e-01 cc/g |
| BJH method cumulative adsorption pore volume..... | 2.993e-01 cc/g |
| BJH method cumulative desorption pore volume..... | 3.095e-01 cc/g |
| DH method cumulative adsorption pore volume..... | 2.899e-01 cc/g |
| DH method cumulative desorption pore volume..... | 3.027e-01 cc/g |
| DR method micropore volume..... | 2.582e-02 cc/g |
| HK method cumulative pore volume..... | 2.249e-02 cc/g |
| SF method cumulative pore volume..... | 2.306e-02 cc/g |

Pore Size Data

| | |
|--|-------------|
| Average pore Radius | 1.080e+02 Å |
| BJH method adsorption pore Radius (Mode D _v (r))..... | 1.701e+01 Å |
| BJH method desorption pore Radius (Mode D _v (r))..... | 8.951e+01 Å |
| DH method adsorption pore Radius (Mode D _v (r))..... | 1.701e+01 Å |
| DH method desorption pore Radius (Mode D _v (r))..... | 8.951e+01 Å |
| DR method micropore Half pore width..... | 1.617e+01 Å |
| DA method pore Radius (Mode)..... | 9.000e+00 Å |
| HK method pore Radius (Mode)..... | 1.838e+00 Å |
| SF method pore Radius (Mode)..... | 2.261e+00 Å |

**Quantachrome NovaWin Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments**
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01



Optimizing particle performance

| Analysis | | Report | |
|------------------|----------------------|---------------|--|
| Operator: | NOVAUNS | Date: | 2015/05/11 |
| SampleID: | Amanda | Filename: | C:\QCdata\Physisorb\11052015\SampleA.qps |
| SampleDesc: | SampleA | Comment: | |
| Sampleweight: | 0.1252g | SampleVolume: | 0cc |
| OutgasTime: | 3.0hrs | OutgasTemp: | 280.0C |
| Analysisgas: | Nitrogen | BathTemp: | 77.3K |
| Press.Tolerance: | 0.050/0.050(ads/des) | Equiltime: | 60/60sec(ads/des) |
| AnalysisTime: | 264.7min | Endofrun: | 2015/05/11 17:33:26 |
| CellID: | 92 | Instrument: | 120/120sec(ads/des) NovaStationA |

TotalPoreVolume

DataReductionParametersData

| | | | |
|------------------|-------------------|--------------------|----------------------|
| Adsorbate | Nitrogen | Temperature | 77.350K |
| | Molec.Wt.:28.013g | Cross Section: | 16.200Å ² |

TotalPoreVolumeSummary TotalPoreVolume

Totalporevolume=3.076e-01cc/g for
pores smaller than 992.1Å(Radius)
at R/Ro=0.99024

Quantachrome NovaWin Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2007 Quantachrome Instruments
version 10.01



Optimizing particle performance

Analysis

Operator: NOVA UNS
SampleID: Amanda
SampleDesc: SampleA
Sampleweight: 0.1252g
OutgasTime: 3.0hrs
Analysisgas: Nitrogen
Press.Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)
AnalysisTime: 264.7min
CellID: 92

Report

Date: 2015/05/11 Operator: NOVA UNS Date: 5/12/2015
Filename: C:\QCdata\Physisorb\11052015\Sample A.qps
Comment:
SampleVolume: 0cc
OutgasTemp: 280.0C
BathTemp: 77.3K
Equitime: 60/60sec(ads/des)
Endofrun: 2015/05/11 17:33:26
Equittimeout: 120/120sec(ads/des)
Instrument: NovaStationA

Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data

| | | | |
|---|--------------------|---------------|---------|
| <input checked="" type="checkbox"/> Adsorbate | Nitrogen | Temperature | 77.350K |
| | Molec.Wt.: 28.013g | CrossSection: | 16.200Å |

Average Pore Size Summary

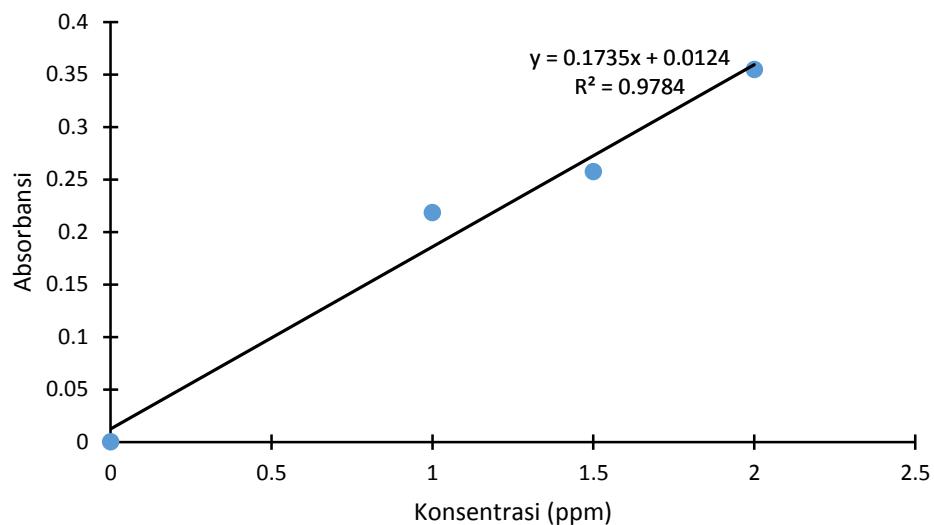
AveragePoreRadius = 1.07969e+02 Å

LAMPIRAN 6

Kondisi Optimum Adsorpsi

1. pH Optimum

1.1. Kurva Kalibrasi



1.2. Perhitungan Hasil Uji AAS

$$y = 0,1735x + 0,0124$$

y= absorbansi, x = konsentrasi

a. pH 4,01

$$C_o = \frac{(y - 0,0124)}{0,1735}$$

$$C_t = \frac{(y - 0,0124)}{0,1735}$$

$$C_o = \frac{(0,3569 - 0,0124)}{0,1735}$$

$$C_t = \frac{(0,2237 - 0,0124)}{0,1735}$$

$$= 1,985 \text{ mg/L}$$

$$= 1,218 \text{ mg/L}$$

b. pH 4,99

$$C_o = \frac{(y - 0,0124)}{0,1735}$$

$$C_o = \frac{(0,3460 - 0,0124)}{0,1735}$$

$$= 1,924 \text{ mg/L}$$

$$C_t = \frac{(y - 0,0124)}{0,1735}$$

$$C_t = \frac{(0,2034 - 0,0124)}{0,1735}$$

$$= 1,101 \text{ mg/L}$$

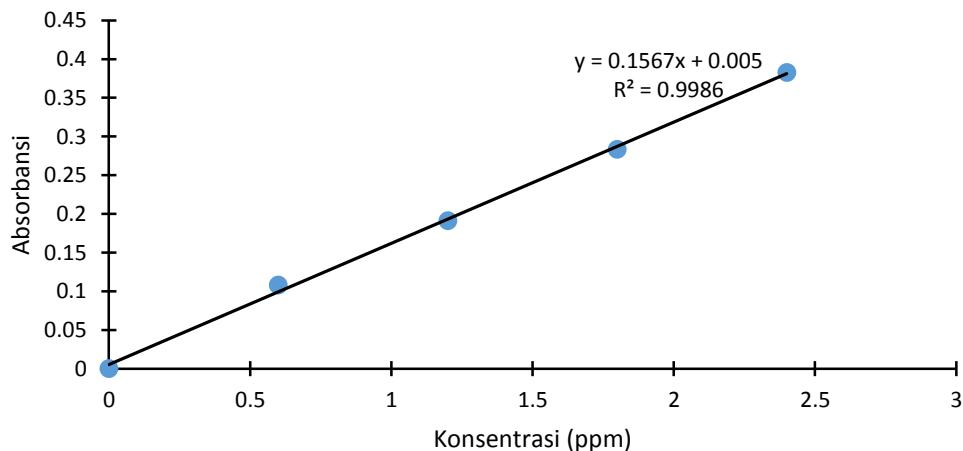
1.3. Hasil Perhitungan

Tabel 9. Data Pengamatan Variasi pH

| No. | pH | Massa adsorben (g) | Volume larutan (L) | Ao | At | Co (mg/L) | Ct (mg/L) | Co-Ct (mg/L) | Ce (mg/g.L) | qe (mg/g) |
|-----|------|--------------------|--------------------|--------|--------|-----------|-----------|--------------|-------------|-----------|
| 1. | 4,01 | 0,0143 | 0,01 | 0,3569 | 0,2237 | 1,9856 | 1,2179 | 0,7677 | 53,6869 | 0,5369 |
| 2. | 4,99 | 0,0101 | 0,01 | 0,3464 | 0,2034 | 1,9251 | 1,1009 | 0,8242 | 81,6047 | 0,8160 |
| 3. | 6,03 | 0,01 | 0,01 | 0,3256 | 0,1374 | 2,0455 | 0,8368 | 1,2087 | 120,8657 | 1,2087 |
| 4. | 8,01 | 0,0111 | 0,01 | 0,2611 | 0,0234 | 1,4334 | 0,0634 | 1,3700 | 123,4260 | 1,2343 |
| 5. | 8,99 | 0,01 | 0,01 | 0,0972 | 0,006 | 0,5786 | -0,0071 | 0,5857 | 58,5704 | 0,5857 |

2. Waktu Kontak Optimum

2.1. Kurva Kalibrasi



2.2. Perhitungan Hasil Uji AAS

$$y = 0,1567x + 0,005$$

y = absorbansi, x = konsentrasi

a. Waktu Kontak 10 menit

$$C_o = \frac{(y-0,005)}{0,1567}$$

$$C_t = \frac{(y-0,005)}{0,1567}$$

$$C_o = \frac{(0,1854-0,005)}{0,1567}$$

$$C_t = \frac{(0,0335-0,005)}{0,1567}$$

$$= 1,151 \text{ mg/L}$$

$$= 0,182 \text{ mg/L}$$

b. Waktu Kontak 120 menit

$$C_o = \frac{(y-0,005)}{0,1567}$$

$$C_t = \frac{(y-0,005)}{0,1567}$$

$$C_o = \frac{(0,1854-0,005)}{0,1567}$$

$$C_t = \frac{(0,0221-0,005)}{0,1567}$$

$$= 1,151 \text{ mg/L}$$

$$= 0,109 \text{ mg/L}$$

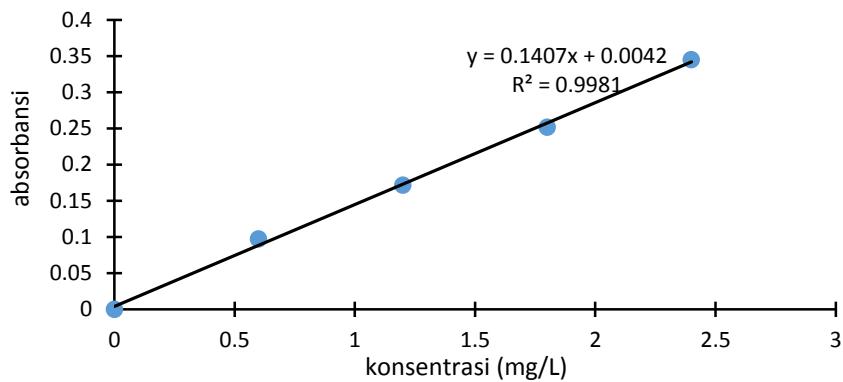
2.3. Hasil Perhitungan

Tabel 10. Data Pengamatan Variasi Waktu Kontak

| No. | Waktu (t) | Massa adsorben (g) | Volume larutan (L) | A awal | A akhir | Co (mg/L) | Ct (mg/L) | Co-Ct (mg/L) | Co- Ct/g | qe (mg/g) |
|-----|--------------|--------------------------|--------------------------|-----------|------------|--------------|--------------|-----------------|-------------|--------------|
| 1 | 10 | 0,01 | 0,01 | 0,1854 | 0,0335 | 1,1514 | 0,1819 | 0,9695 | 96,95 | 0,9695 |
| 2 | 30 | 0,01 | 0,01 | 0,1854 | 0,0227 | 1,1514 | 0,113 | 1,0384 | 103,84 | 1,0384 |
| 3 | 40 | 0,01 | 0,01 | 0,1854 | 0,0219 | 1,1514 | 0,1079 | 1,0435 | 104,35 | 1,0435 |
| 4 | 50 | 0,01 | 0,01 | 0,1854 | 0,0205 | 1,1514 | 0,0989 | 1,0525 | 105,25 | 1,0525 |
| 5 | 60 | 0,01 | 0,01 | 0,1854 | 0,0198 | 1,1514 | 0,0945 | 1,0569 | 105,69 | 1,0569 |
| 6 | 120 | 0,01 | 0,01 | 0,1854 | 0,0221 | 1,1514 | 0,1091 | 1,0423 | 104,23 | 1,0423 |

3. Optimasi Konsentrasi

3.1. Kurva Kalibrasi



3.2. Perhitungan Hasil Uji AAS

$$y = 0,1407x + 0,0042$$

y= absorbansi, x= konsentrasi

a. Konsentrasi Awal Terukur 0,968 ppm

$$C_o = \frac{(y - 0,0042)}{0,1407}$$

$$C_o = \frac{(0,1404 - 0,0042)}{0,1407}$$

$$= 0,968 \text{ mg/L}$$

$$C_t = \frac{(y - 0,0042)}{0,1407}$$

$$C_t = \frac{(0,0086 - 0,0042)}{0,1407}$$

$$= 0,031 \text{ mg/L}$$

(2x pengenceran)

$$= 1,936 \text{ mg/L}$$

b. Konsentrasi Awal Terukur 3,622 ppm

$$C_o = \frac{(y - 0,0042)}{0,1407}$$

$$= 3,622 \text{ mg/L}$$

$$C_o = \frac{(0,25910,0042)}{0,1407}$$

$$= 1,811 \text{ mg/L}$$

$$C_t = \frac{(y - 0,0042)}{0,1407}$$

(2x pengenceran)

$$C_t = \frac{(0,0130 - 0,0042)}{0,1407}$$

$$= 0,063 \text{ mg/L}$$

3.3. Hasil Perhitungan

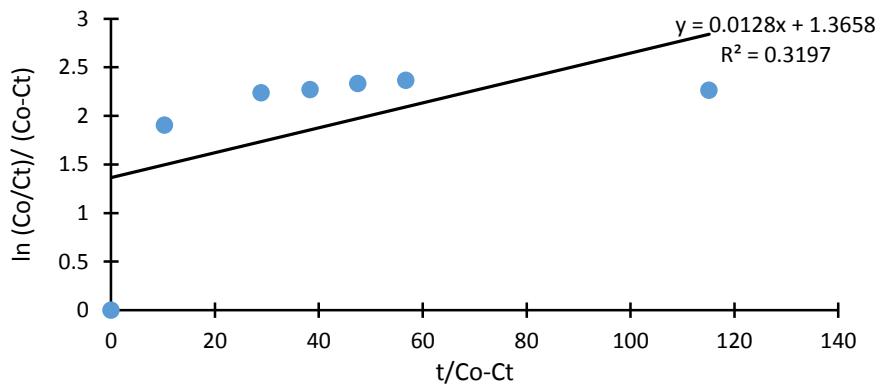
Tabel 11. Data Pengamatan Variasi Konsentrasi Adsorbat

| No. | massa adsorben (g) | volume larutan (L) | A awal | A akhir | 1/f x Co (mg/L) | Co (mg/L) | Ce (mg/L) | Co-Ce (mg/L) | qe (mg/g) |
|-----|--------------------|--------------------|--------|---------|-----------------|-----------|-----------|--------------|-----------|
| 1 | 0,01 | 0,01 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0,01 | 0,01 | 0,0486 | 0,001 | 0,338 | 0,338 | 0,001 | 0,337 | 0,337 |
| 3 | 0,01 | 0,01 | 0,968 | 0,0086 | 0,968 | 1,936 | 0,031 | 1,905 | 1,905 |
| 4 | 0,01 | 0,01 | 0,3768 | 0,0162 | 2,648 | 2,648 | 0,086 | 2,562 | 2,562 |
| 5 | 0,01 | 0,01 | 0,1984 | 0,0076 | 1,38 | 2,76 | 0,025 | 2,735 | 2,735 |
| 6 | 0,01 | 0,01 | 0,228 | 0,0103 | 1,59 | 3,18 | 0,043 | 3,137 | 3,137 |
| 7 | 0,01 | 0,01 | 0,013 | 0,0013 | 1,811 | 3,622 | 0,063 | 3,559 | 3,559 |
| 8 | 0,01 | 0,01 | 0,3722 | 0,029 | 2,616 | 5,232 | 0,176 | 5,056 | 5,056 |
| 9 | 0,01 | 0,01 | 0,2005 | 0,0238 | 1,395 | 6,975 | 0,14 | 6,835 | 6,835 |
| 10 | 0,01 | 0,01 | 0,2049 | 0,0776 | 1,484 | 14,84 | 0,551 | 14,289 | 14,289 |
| 11 | 0,01 | 0,01 | 0,2198 | 0,2024 | 1,593 | 15,93 | 1,465 | 14,465 | 14,465 |

LAMPIRAN 7

Kinetika Adsorpsi

8.1. Model Kinetika Langmuir-Hinselwood



Persamaan:

$$\frac{\ln \frac{C_o}{C_t}}{C_o - C_t} + K = \frac{k \cdot t}{C_o - C_t}$$

Perhitungan:

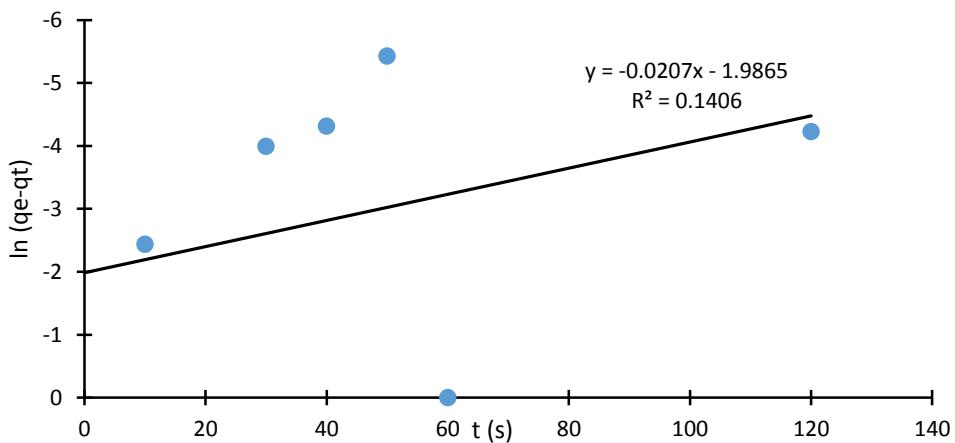
$$Y = 0,0128x + 1,3658$$

$$k_1 = \text{slope} = 0,0128 / \text{menit}$$

$$k_0 = \text{intersept} = 1,3951 \text{ L/mol}$$

8.2. Model Kinetika Lagergren

| No | Waktu (t) | Co (mg/L) | Ct (mg/L) | Co-Ct (mg/L) | Co-Ct/g | qt (mg/g) | qe-qt (mg/g) | ln (qe-qt) |
|----|-----------|-----------|-----------|--------------|---------|-----------|--------------|------------|
| 1 | 0 | 1,1514 | 1,1514 | 0 | 0 | 0 | 1,0569 | 0,05534 |
| 2 | 10 | 1,1514 | 0,1819 | 0,9695 | 96,95 | 0,9695 | 0,0874 | -2,43726 |
| 3 | 30 | 1,1514 | 0,113 | 1,0384 | 103,84 | 1,0384 | 0,0185 | -3,98998 |
| 4 | 40 | 1,1514 | 0,1079 | 1,0435 | 104,35 | 1,0435 | 0,0134 | -4,3125 |
| 5 | 50 | 1,1514 | 0,0989 | 1,0525 | 105,25 | 1,0525 | 0,0044 | -5,42615 |
| 6 | 60 | 1,1514 | 0,0945 | 1,0569 | 105,69 | 1,0569 | 0 | #NUM! |
| 7 | 120 | 1,1514 | 0,1091 | 1,0423 | 104,23 | 1,0423 | 0,0146 | -4,22673 |



Persamaan:

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

Perhitungan:

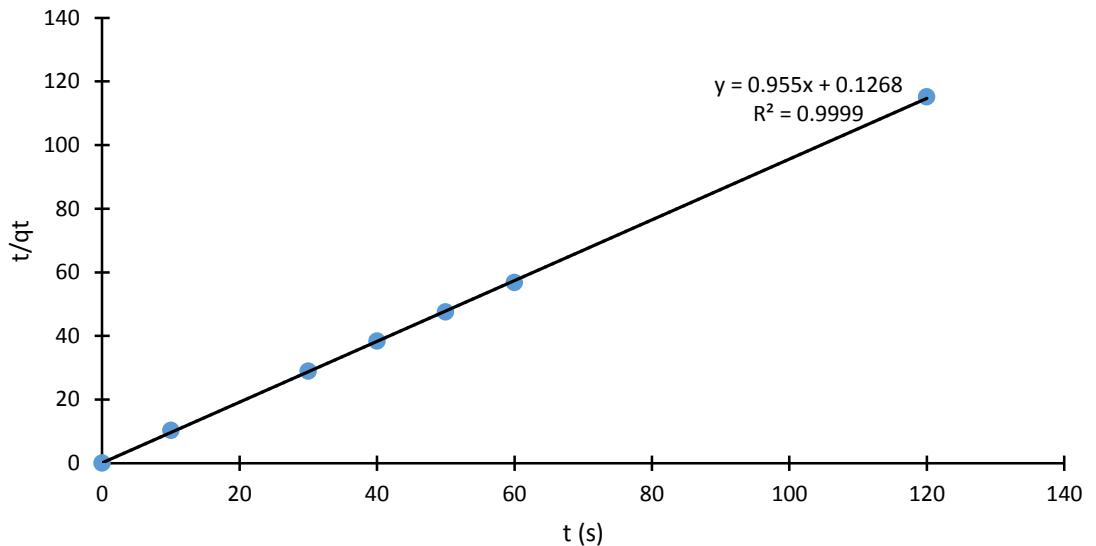
$$y = -0,0207x + 1,9865$$

$$k_1 = \text{Slope} = 0,0207$$

$$q_e = \text{intersep} = 1,9865 \text{ mg/g.}$$

8.3. Model Kinetika Ho

| no | waktu (t) | massa adsorben (g) | volume larutan (L) | C_o (mg/L) | C_t (mg/L) | $C_o - C_t$ (mg/L) | $C_o - C_t/g$ | q_t (mg/g) | t/q_t |
|----|--------------|--------------------------|--------------------------|-----------------|-----------------|-----------------------|---------------|-----------------|----------|
| 1 | 0 | 0,00 | 0,01 | 1,1514 | 1,1514 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| 2 | 20 | 0,01 | 0,01 | 1,1514 | 0,2183 | 0,9331 | 93,3100 | 0,9331 | 21,4339 |
| 3 | 30 | 0,01 | 0,01 | 1,1514 | 0,1130 | 1,0384 | 103,8400 | 1,0384 | 28,8906 |
| 4 | 40 | 0,01 | 0,01 | 1,1514 | 0,1079 | 1,0435 | 104,3500 | 1,0435 | 38,3325 |
| 5 | 50 | 0,01 | 0,01 | 1,1514 | 0,0989 | 1,0525 | 105,2500 | 1,0525 | 47,5059 |
| 6 | 60 | 0,01 | 0,01 | 1,1514 | 0,0945 | 1,0569 | 105,6900 | 1,0569 | 56,7698 |
| 7 | 120 | 0,01 | 0,01 | 1,1514 | 0,1091 | 1,0423 | 104,2300 | 1,0423 | 115,1300 |



Persamaan:

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{h} + \frac{1}{q_e} t$$

Perhitungan:

$$Y = 0.955x + 0.1268$$

$$\text{Slope} = 1/q_e, \text{ maka } q_e = 1,0471 \text{ mg/g}$$

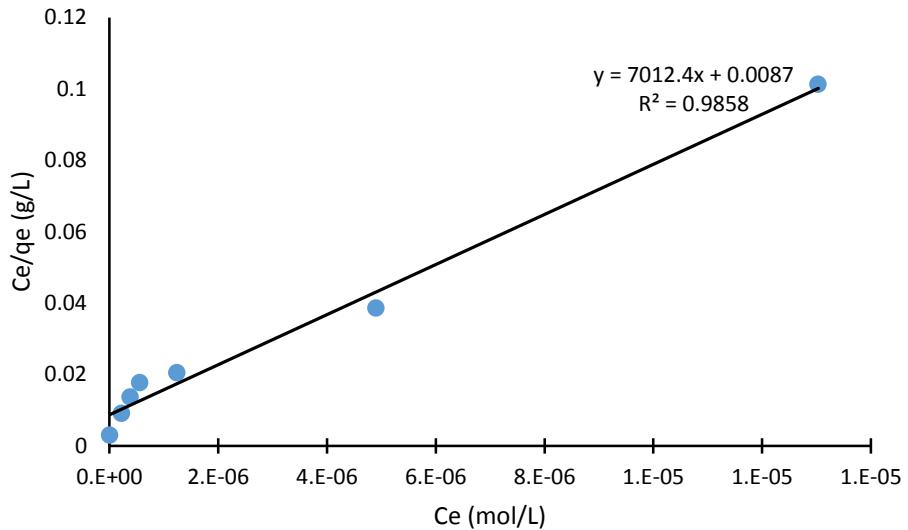
$$\text{Intersep} = 1/h, \text{ maka } h = 7,8864 \text{ mg/g menit}$$

$$h = kq_e^2, \text{ maka } k = 7,1926 \text{ g/mg menit}$$

LAMPIRAN 8**Isotherm Adsorpsi**

| massa (g) | volume (L) | A awal | A akhir | Co (mg/L) | Co x f (mg/L) | Ce (mg/L) | Ce (mol/L) | qe (mg/g) | qe (mol/L) | Ce/qe (g/L) | ln Ce | ln qe |
|--------------|---------------|--------|---------|--------------|------------------|--------------|-------------|--------------|---------------|----------------|----------|----------|
| 0,01 | 0,01 | 0,0486 | 0,0024 | 0,338 | 0,338 | 0,001 | 8,89601E-09 | 0,337 | 2,998E-06 | 0,0029674 | -18,5377 | -12,7176 |
| 0,01 | 0,01 | 0,1984 | 0,0076 | 1,38 | 2,76 | 0,025 | 2,224E-07 | 2,735 | 2,433E-05 | 0,0091408 | -15,3188 | -10,6238 |
| 0,01 | 0,01 | 0,228 | 0,0103 | 1,59 | 3,18 | 0,043 | 3,82528E-07 | 3,137 | 2,791E-05 | 0,0137074 | -14,7765 | -10,4866 |
| 0,01 | 0,01 | 0,013 | 0,0013 | 1,811 | 3,622 | 0,063 | 5,60448E-07 | 3,559 | 3,166E-05 | 0,0177016 | -14,3945 | -10,3604 |
| 0,01 | 0,01 | 0,2005 | 0,0238 | 1,395 | 6,975 | 0,14 | 1,24544E-06 | 6,835 | 6,08E-05 | 0,0204828 | -13,596 | -9,70785 |
| 0,01 | 0,01 | 0,2049 | 0,0776 | 1,484 | 14,84 | 0,551 | 4,9017E-06 | 14,289 | 0,0001271 | 0,0385611 | -12,2259 | -8,97042 |
| 0,01 | 0,01 | 0,2198 | 0,2024 | 1,593 | 15,93 | 1,465 | 1,30326E-05 | 14,465 | 0,0001287 | 0,1012789 | -11,2481 | -8,95818 |

7.1. Model Isotherm Langmuir



Persamaan:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_L q_{max}} + \frac{C_e}{q_{max}}$$

Perhitungan:

$$Y = 7012,4x + 0,0087 \quad r^2 = 0,9858$$

$$\text{Slope} = \frac{1}{q_{max}}$$

$$q_{max} = \frac{1}{7012,4}$$

$$= 0,0001426 \text{ mol/g} = 16,0302 \text{ mg/g}$$

$$\text{Intersep} = \frac{1}{q_{max} K_L}$$

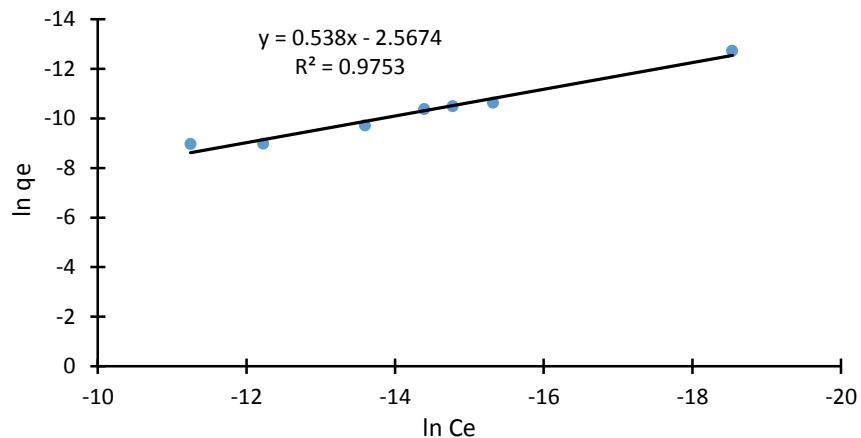
$$K_L = \frac{1}{0,0001426 \times 0,0087}$$

$$= 806048,5886 \text{ L/mol}$$

$$E = RT \ln K$$

$$\begin{aligned}
 &= 8,314 \text{ JK}^{-1} \times (27+273) \times \ln 806048,5886 \\
 &= 8,314 \times 300 \text{ K} \times 13,5999 \\
 &= 33920,8688 \text{ J/mol} \\
 &= 33,92086 \text{ kJ/mol}
 \end{aligned}$$

7.2. Model Isotherm Freundlich



Persamaan:

$$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} \ln C_e$$

Perhitungan:

$$\text{Slope} = \frac{1}{n}$$

$$n = \frac{1}{0,538}$$

$$= 1,8587$$

$$\text{Intersep} = \log K_f$$

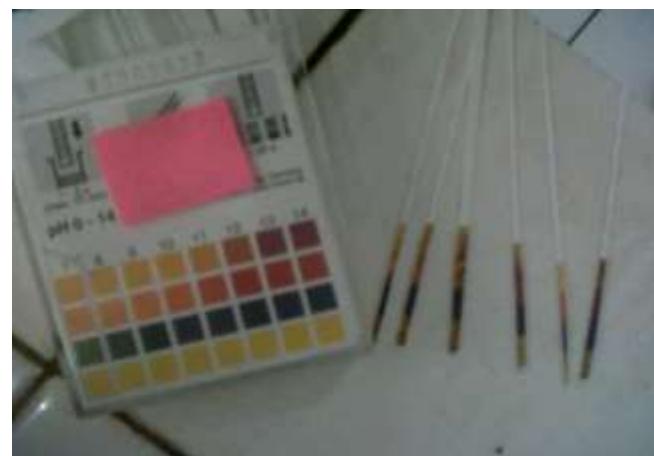
$$K_f = 0,0767 \text{ mol/g}$$

$$= 8621,847 \text{ mg/g}$$

LAMPIRAN 9**Foto Dokumentasi Penelitian****1. Proses Titrasi****2. Endapan Fe₃O₄ mulai terbentuk**



3. pH akhir titrasi tercapai



4. Serbuk Fe₃O₄ telah terbentuk dan dapat ditarik magnet



5. Pengaturan pH larutan ion logam kadmium (II)



6. Proses adsorpsi



