

**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI SINTESIS
NANOKOMPOSIT Fe₃O₄/PANI TERHADAP WAKTU
KONTAK ION Pb (II) PADA SAMPEL AIR SUNGAI CIUJUNG**

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa



Oleh:

Hanif Fauzan Nadif
3334190004

**JURUSAN TEKNIK METALURGI FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA
CILEGON - BANTEN**

2023

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISA PENGARUH KONSENTRASI SINTESIS NANOKOMPOSIT Fe₃O₄/PANI TERHADAP WAKTU KONTAK ION Pb (II) PADA SAMPEL AIR SUNGAI CIUJUNG

SKRIPSI

Disusun untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Disetujui oleh Jurusan Teknik Metalurgi oleh:

Pembimbing I



Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc
NIP: 197804102003121001

Pembimbing II



Yus Rama Denny, Ph.D.
NIP: 198206222009121001

LEMBAR PERSETUJUAN

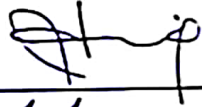


ANALISA PENGARUH KONSENTRASI SINTESIS NANOKOMPOSIT Fe₃O₄/PANI TERHADAP WAKTU KONTAK ION Pb (II) PADA SAMPEL AIR SUNGAI CIUJUNG SKRIPSI

Disusun dan diajukan oleh:

Hanif Fauzan Nadif

3334190004

Telah disidangkan di depan dewan penguji pada tanggal 21 Juli 2023

	Susunan Dewan Penguji	Tanda Tangan
Penguji I (Ketua Sidang)	Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc.	
Penguji II	Yus Rama Denny M, M.Si., Ph.D.	
Penguji III	Rahman Faiz Suwandana, S.T., M.S.	

Skrripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

Mengetahui,

Ketua Jurusan Teknik Metalurgi



Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc.
NIP. 197804102003121001

LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya sebagai penulis Skripsi berikut:

Judul : Analisa Pengaruh Konsentrasi Sintesis Nanokomposit
 $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ Terhadap Waktu Kontak Ion Pb (II) Pada
Sampel Air Sungai Ciujung.
Nama Mahasiswa : Hanif Fauzan Nadif
NIM : 3334190004
Fakultas : Teknik Metalurgi

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Skripsi tersebut di atas adalah benar-benar hasil karya asli saya dan tidak memuat hasil karya orang lain, kecuali dinyatakan melalui rujukan yang benar dan dapat dipertanggungjawabkan. Apabila dikemudian hari ditemukan hal-hal yang menunjukkan bahwa sebagian atau seluruh karya ini bukan karya saya, maka saya bersedia dituntut melalui hukum yang berlaku. Saya juga bersedia menanggung segala akibat hukum yang timbul dari pernyataan yang secara sadar dan sengaja saya nyatakan melalui lembar ini.

Cilegon, 21 Juli 2023



Hanif Fauzan Nadif
NIM. 3334190004

ABSTRAK

Logam Pb adalah salah satu jenis logam berat yang merupakan logam pencemar lingkungan. Saat ini, tingkat pencemaran lingkungan oleh logam Pb masih cukup tinggi. Akumulasi logam Pb yang berlebih dalam tubuh manusia dapat membahayakan kesehatan manusia. Oleh sebab itu, dibutuhkan adanya metode alternatif untuk menyerap Pb dari lingkungan. Metode adsorpsi yang menggunakan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ untuk menyerap Pb dari lingkungan merupakan metode alternatif yang ramah lingkungan, berbiaya rendah, dan memiliki efisiensi yang tinggi. Pada penelitian ini dilakukan uji kemampuan adsorpsi konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap ion Pb(II). Tiga adsorben yang diuji memiliki variasi yaitu 1 gram, 2 gram dan 3 gram uji kemampuan adsorben tersebut dilakukan dengan media sintesis yang telah ditambahkan ion Pb(II). Hasil pengujian *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) ion Pb pada sungai Ciujung sebesar 0,02 mg/L dan *Spektrofotometri UV-Vis* memperlihatkan absorbansi pada sampel akibat penyerapan adsorben yaitu 0,01, 0,01 dan 0,06. Penambahan NH_4OH menjadi pemicu sebagai terbentuknya endapan putih dan kekeruhan pada larutan. Endapan putih terbentuk pada reaksi PbCl_2 dan NH_4OH menjadi endapan $\text{Pb}(\text{OH})_2$. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa adsorpsi meningkat seiring dengan penambahan konsentrasi adsorben dengan jumlah $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ yang berbeda pada tiap sampel. Variasi waktu kontak yang digunakan menunjukkan peningkatan adsorpsi yang baik seiring dengan pertambahan waktu, namun ketika sudah mencapai *equilibrium time* maka ion logam yang telah terserap akan terlepas kembali (desorpsi). Karakterisasi XRD didapatkan bahwa PANI telah berhasil diintegrasikan dengan Fe_3O_4 , hasil menunjukkan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dengan indeks miller berturut-turut (220), (311), (400), (422), (511), dan (440).

Kata Kunci: Logam Pb, Fe_3O_4 , Polianilin, NH_4OH .

ABSTRACT

Pb metal is one type of heavy metal that is an environmental pollutant. Currently, the level of environmental pollution by Pb metal is still quite high. The accumulation of excess Pb metal in the human body can endanger human health. Therefore, there is a need for alternative methods to absorb Pb from the environment. The adsorption method using Fe₃O₄/PANI to adsorb Pb from the environment is an alternative method that is environmentally friendly, low cost and has high efficiency. In this study, the adsorption ability of Fe₃O₄/PANI concentration on Pb(II) ions was tested. The three adsorbents tested had variations of 1 gram, 2 grams, and 3 grams. The adsorbent ability test was carried out with synthesized media that had been added with Pb(II) ions. Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) test results of Pb ions in Ciujung River amounted to 0.02 mg/L and UV-Vis Spectrophotometry showed absorbance in the sample due to adsorbent absorption of 0.01, 0.01, and 0.06. The addition of NH₄OH triggered the formation of white precipitate and turbidity in the solution. The white precipitate is formed in the reaction of PbCl₂ and NH₄OH into Pb(OH)₂ precipitate. The results obtained show that adsorption increases with the addition of adsorbent concentration with different amounts of Fe₃O₄/PANI in each sample. The contact time variation used shows a good increase in adsorption as time increases, but when it reaches equilibrium time, the metal ions that have been absorbed will be released again (desorption). XRD characterization found that PANI has been successfully integrated with Fe₃O₄, the results showed Fe₃O₄/PANI with miller indices of (220), (311), (400), (422), (511), and (440) respectively.

Keywords: Pb *Metal*, Fe₃O₄, Polianilin, NH₄OH.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala rahmat dan karunianya-Nya, penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi. Penyusunan laporan skripsi dilakukan untuk memenuhi persyaratan mata kuliah wajib di jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Pada kesempatan ini penulis bantuan, bimbingan, dan fasilitas sangat membantu dalam menyelesaikan skripsi ini. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc. selaku Ketua Jurusan Teknik Metalurgi, dan selaku Koordinator Skripsi.
2. Bapak Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc. sebagai Pembimbing I dan Bapak Yus Rama Denny M., S.Si., M.Si., Ph.D. sebagai Pembimbing II yang telah memberikan bimbingan serta masukan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Orang tua penulis Bapak Asmui dan Ibu Khodijah yang sudah memberi doa dan dukungan baik moril maupun materil kepada penulis.
4. Teman-teman lab yang sudah membantu dan menyemangati penulis, serta keluarga Teknik Metalurgi 2019 yang sudah memberikan dukungan penulis.
5. Orang-orang baik yang selalu mensupport dan menyemangati diri penulis, panjang umur untuk hal-hal baik.

Cilegon, 21 Juli 2023



Hanif Fauzan Nadif

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Ruang Lingkup Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Cemaran Logam Berat di Sungai	6
2.2 Adsorpsi Fe ₃ O ₄ /PANI sebagai Penyerap Ion Pb (II).....	11
2.3 Kemampuan Fe ₃ O ₄ dalam Menyerap Ion Pb (II).....	18
2.4 Polianilin (PANI).....	23
BAB III METODE PENELITIAN	44
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	44
3.2 Alat dan Bahan.....	45
3.2.1 Alat	45
3.2.2 Bahan	46

3.3	Prosedur Penelitian	47
3.4	Karakterisasi	52
3.4.1	Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)	52
3.4.2	Spektrofotometri UV-Vis	53
3.4.3	X-Ray Diffraction (XRD)	53
3.4.4	Scanning Electron Microscopy (SEM)	53
3.4.5	Fourier Transform Infra Red (FTIR)	54
3.4.6	Vibrating Sample Magnetometer (VSM)	55
BAB IV	55
4.1.	Analisa Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)	55
4.2.	Analisa Spektrofotometer UV-Vis	58
4.3.	Analisa <i>X-Ray Diffraction</i>	66
BAB V	69
DAFTAR PUSTAKA	71
LAMPIRAN		

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sifat Fisik dan Magnetik Senyawa Oksida Besi	20
Tabel 2.2 Bilangan Gelombang Gugus Fungsi	44
Tabel 4.1 Konsentrasi ion Pb pada Sampel Air Permukaan Sungai Ciujung	61
Tabel 4.2 Banyaknya Pb yang diserap dengan variabel konsentrasi adsorben	68

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Pencemaran logam berat pada sungai	8
Gambar 2.2 Ikan yang Terpapar Limbah Logam Berat pada Sungai	10
Gambar 2.3 Distribusi Air di Dunia	11
Gambar 2.4 Adsorpsi dan desorpsi ke dalam pori-pori adsorben.....	13
Gambar 2.5 Adsorpsi <i>Activated Charcoal</i> dan <i>Gas Molecules</i>	14
Gambar 2.6 Representasi pemisahan ion logam teradsorpsi dari media berair menggunakan nanokomposite magnetic	16
Gambar 2.7 Mekanisme Interaksi Ion Pb pada Adsorben	18
Gambar 2.8 Struktur Fe_3O_4	21
Gambar 2.9 Nanopartikel Fe_3O_4	22
Gambar 2.10 a) TEM Fe_3O_4 , b) SEM Fe_3O_4 , c) komposit Fe_3O_4 berlapis PANI .	23
Gambar 2.11 Struktur Geometri Anilin.....	24
Gambar 2.12 Struktur Geometri Polianilin.....	25
Gambar 2.13 Bentuk-Bentuk Dasar Polianilin	26
Gambar 2.14 Kurva analisis TGA PANI/ Fe_3O_4	28
Gambar 2.15 XRD (a) Fe_3O_4 murni dan (b) nanokomposit Fe_3O_4 /PANI.....	30
Gambar 2.16 Spektrofotometer UV-Vis	33
Gambar 2.17 Skema UV-Vis.....	35
Gambar 2.18 Skema instrumen XRD	36
Gambar 2.19 Pola Difraksi pada XRD	37
Gambar 2.20 Mekanisme SEM	41
Gambar 2.21 Skema instrument FTIR.....	43
Gambar 3.1 Diagram Alir Percobaan	49
Gambar 3.2 Pencampuran Aquades dan H_2SO_4	51
Gambar 3.3 Penambahan Fe_3O_4 pada Larutan.....	52
Gambar 3.4 Perubahan Warna Larutan menjadi hijau kebiruan	53

Gambar 3.5 Pencucian adsorben dengan Aquades dan Aseton	54
Gambar 3.6 Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ yang telah di Keringkan	55
Gambar 3.7 Pencampuran antara $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap Media Sintesis.....	56
Gambar 4.1 Penyerapan AAS pada Sampel	62
Gambar 4.2 Grafik perbandingan absorbansi konsenentrasi adsorben	67

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam berat secara alamiah terdapat dalam jumlah kecil pada batu-batuan penguapan larva dan tanah. Sedangkan logam berat secara komersial terdapat dalam jumlah besar pada pembakaran batu bara, asap pabrik, pertambangan dan pembuangan gas pada kendaraan bermotor. Logam berat dimanfaatkan dalam industri sebagai bahan pembuatan baterai, pembuatan kabel listrik dan zat pewarna.

Berdasarkan toksikologinya, logam berat terbagi menjadi 2 kelompok yaitu logam berat esensial dan non esensial. Logam berat esensial adalah logam yang diperlukan oleh tubuh manusia dalam jumlah tertentu contohnya yaitu Zn, Cu, Fe, Co, Mn dan Se. Sedangkan, logam berat non esensial adalah logam yang tidak dibutuhkan oleh tubuh manusia dan jika terakumulasi dalam jumlah berlebih di dalam tubuh dapat membahayakan kesehatan contohnya yaitu Hg, Pb, Cd, Sn, Cr(VI) dan As. Beberapa penyakit yang disebabkan oleh akumulasi logam berat di dalam tubuh yaitu gangguan sistem reproduksi, gangguan mekanisme hormon pada level hypothalamic pituitary, serta penurunan tingkat produksi sperma dan testosteron.

Pada dasarnya logam berat yang masuk ke perairan akan bisa diserap menggunakan metode fisika dan kimia. Pada metode tersebut logam berat dapat diserap dengan cara oksidasi dan reduksi, koagulasi dan sedimentasi, filtrasi, ion exchange, reverse osmosis, pengolahan elektrokimia dan penguapan. Namun demikian metode-metode di atas masih memiliki beberapa kekurangan, diantaranya

biaya instalasi tinggi, operasional yang tinggi, banyak membutuhkan campuran bahan kimia, dan terbentuknya lumpur yang banyak, sehingga dibutuhkan proses lanjutan dalam pengolahannya (Emmy Ratnawati, 2010). Diperlukan teknologi alternatif yang ramah lingkungan, biaya rendah, aktivitas elektrokimia tinggi dan stabilitas termal yang tinggi untuk menghilangkan pencemaran logam berat, yaitu dengan cara adsorpsi sebagai metode yang ekonomis dan fleksibel sebagai pemurnian logam berat dari air limbah.

Adsorpsi bersifat reversibel, adsorben dapat diperoleh kembali melalui proses penghilangan yang sesuai. Adsorpsi juga dapat digunakan untuk menghilangkan komponen logam berat pada konsentrasi rendah. Nano-adsorben dapat memiliki banyak manfaat dalam proses penghilangan logam berat dan ekstraksi (A.Mirabi, 2015). Di antara berbagai adsorben, nanopartikel Fe_3O_4 telah menarik banyak perhatian. Kemampuan untuk menghilangkan ion logam berat dan bahkan zat warna telah meningkatkan kemampuan dari nanopartikel magnetik selama pembentukan nanokomposit. Nanopartikel Fe_3O_4 efektif dalam menghilangkan ion berat, zat warna dan daur ulang nanokomposit. Meskipun kemajuan yang signifikan telah dibuat dalam sintesis nanopartikel Fe_3O_4 , namun nanopartikel Fe_3O_4 perlu dijaga kestabilannya untuk waktu yang lama tanpa diakumulasikan agar terlindungi dari oksidasi dengan udara atau korosi dengan asam atau basa. Oleh karena itu, salah satu strategi yang efektif adalah penggunaan pelapis polimer seperti polianilin yang mencegah partikel berkumpul dan teroksidasi dengan melapisi inti nanopartikel Fe_3O_4 . Polianilin efektif dalam menstabilkan partikel magnetik dengan membentuk tolakan elektrostatik pada nanopartikel Fe_3O_4 (M.Yaldagard 2013).

Penelitian mengenai sintesis nanokomposit Fe_3O_4 /PANI sebagai penyerap Ion Pb (II) dari sampel limbah industri sudah dilakukan (Sadeghi 2018), didapatkan pH optimal 9, jumlah adsorben optimal 3mg dan waktu kontak optimal juga didapatkan 60 menit. Analisis BET (*Brunauer Emmett Teller*) diperoleh luas permukaan 159,736 m^2/g untuk Fe_3O_4 setelah dilapisi dengan PANI, pengujian BET digunakan sebagai karakterisasi adsorben yang bertujuan untuk mengetahui ukuran luas permukaan adsorben dan pori-porinya. Kapasitas adsorpsi maksimum pada Fe_3O_4 /PANI adalah 111,11 m^2/g . Penelitian serupa mengenai penyerapan Ion Pb (II) menggunakan Fe_3O_4 dilakukan oleh D Sartika (D Sartika 2019). Pada penelitian tersebut nanopartikel Fe_3O_4 dapat mengadsorpsi Ion Pb (II) mencapai 99,98% dengan variasi konsentrasi adsorben 0,56 gram sampai dengan 0,70 gram. Pengujian karakterisasi TEM menghasilkan ukuran partikel 14,33 nm dari adsorben Fe_3O_4 . Pada penelitian ini dilakukan perkembangan mengenai penyerapan Fe_3O_4 /PANI dengan menggunakan sampel Ion Pb (II) yang berasal dari air sungai ciujung. Terdapat variasi konsentrasi Fe_3O_4 pada penelitian ini, yaitu 1 gram, 2 gram dan 3 gram. Untuk mengetahui kemampuan penyerapan dari sintesis nanokomposit Fe_3O_4 /PANI pada penelitian ini dilakukan pengujian *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dan *Spektrofotometer UV-Vis* yang bertujuan menentukan persentase penyerapan Ion Pb (II). Pengujian morfologi juga perlu dilakukan untuk mengetahui ukuran distribusi atau kerapatan pada adsorben dan morfologi dari keseluruhan permukaan adsorben hasil dari penyerapan Ion Pb (II), dengan menggunakan pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

1.2 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka rumusan masalah yang akan dilihat pada penelitian ini antara lain:

1. Bagaimana identifikasi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ secara spesifik dan optimal dapat menyerap Ion Pb (II).
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap waktu kontak penyerapan Ion Pb (II).
3. Bagaimana pengaruh pelapis polimer polianilin (PANI) terhadap nanopartikel Fe_3O_4 .

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menganalisis penyerapan adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ secara spesifik dan optimal dapat menyerap Ion Pb (II).
2. Menganalisis pengaruh konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap waktu kontak penyerapan Ion Pb (II).
3. Menganalisis pengaruh pelapis polimer polianilin (PANI) terhadap nanopartikel Fe_3O_4 .

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Adapun yang menjadi manfaat pada penelitian ini adalah:

1. Sampel air limbah pada sungai yang digunakan berasal dari sungai Ciujung Kabupaten Serang.

2. Penelitian dilakukan di laboratorium *Photovoltaic, Functional Device, and Aritifical Intelligence Center of Excellence* (CoE) Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa Banten.
3. Fe_3O_4 yang digunakan sebagai adsorben penyerap logam berat Pb.
4. PANI yang digunakan sebagai agen stabilitas adsorben.
5. Proses penelitian dilakukan menggunakan metode adsorpsi dengan variasi konsentrasi Fe_3O_4 1 gram, 2 gram, dan 3 gram dari sintesis nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap waktu kontak penyerapan ion Pb dengan variasi 1 jam, 2 jam dan 3 jam.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan skripsi ini terdiri dari 5 bab. Bab I terdiri atas latar belakang penelitian, identifikasi masalah, tujuan percobaan, batasan masalah dan sistematika penulisan. Bab II merupakan tinjauan pustaka berisi teori dasar dari cemaran logam berat di sungai, adsorpsi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ sebagai penyerap ion Pb, kemampuan Fe_3O_4 dalam menyerap ion Pb, polianilin (PANI) sebagai penunjang penelitian ini. Bab III merupakan metode penelitian berisi diagram alir penelitian dan prosedur yang digunakan saat penelitian. Bab IV menjelaskan mengenai hasil penelitian dan analisis hasil dari data yang sudah didapatkan. Bab V merupakan kesimpulan pada penelitian serta saran untuk penelitian lebih lanjut. Daftar pustaka berisi buku, jurnal dan laman web yang digunakan sebagai referensi dalam penyusunan laporan penelitian tugas akhir ini. Lampiran berisi contoh perhitungan dari data hasil penelitian yang telah dilakukan, gambar alat, dan bahan yang digunakan untuk menunjang dalam penelitian.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Cemaran Logam Berat di Sungai

Sungai merupakan suatu bentuk ekosistem aquatik yang mempunyai peran penting dalam siklus hidrologi dan berfungsi sebagai daerah tangkapan air (*catchment area*) bagi lingkungan di sekitarnya, sehingga kondisi suatu sungai sangat dipengaruhi oleh karakteristik dari lingkungan di sekitarnya. Sungai juga merupakan tempat yang mudah dan praktis untuk pembuangan limbah, baik padat maupun cair, sebagai hasil dari kegiatan rumah tangga, industri rumah tangga, garmen, peternakan, perbengkelan, dan usaha lainnya. Dengan adanya pembuangan berbagai jenis limbah dan sampah yang mengandung beraneka ragam jenis bahan pencemar ke perairan, baik yang dapat terurai maupun yang tidak dapat terurai akan menyebabkan pencemaran pada sungai tersebut. Salah satu pencemar yang menyebabkan rusaknya tatanan lingkungan hidup yaitu limbah yang mengandung logam berat. Pencemaran logam berat dapat ditemukan dalam badan air dan juga dalam bentuk padatan yang terdapat dalam perairan seperti sedimen (Anonim, 2009).

Logam berat yang terdapat pada perairan, memberikan dampak yang sangat berbahaya baik secara langsung terhadap kehidupan organisme dalam perairan tersebut, maupun efeknya secara tidak langsung akan memberikan dampak buruk terhadap kesehatan manusia. Hal ini sangat berkaitan dengan sifat pada logam berat seperti sulit untuk didegradasi, sehingga akan sangat mudah terakumulasi dalam lingkungan perairan tersebut dan keberadaan logam berat secara alami akan sangat

sulit untuk terurai, dapat mudah terakumulasi dalam organisme pada perairan termasuk kerrang dan ikan, dan akan sangat memberikan dampak yang sangat berbahaya bagi kesehatan manusia jika mengkonsumsi organisme dalam perairan tersebut (Nontji, 1993). Logam berat yang telah terlarut dalam air akan mengendap menjadi sedimen jika menempel dengan materi organik bebas dalam perairan atau materi organik yang akan melapisi permukaan pada sedimen dan penyerapan secara langsung oleh permukaan partikel pada sedimen perairan tersebut.

Unsur-unsur yang terdapat pada logam berat akan masuk ke dalam tubuh manusia melalui makanan dan minuman serta pernafasan dan pada kulit melalui pori-pori. Peningkatan kandungan logam berat dalam perairan akan sebanding dengan peningkatan logam berat dalam tubuh organisme perairan seperti ikan dan biota lainnya, sehingga pencemaran sungai oleh logam berat akan memberikan dampak buruk pada biota yang hidup di dalamnya akan tercemar dan berbahaya jika digunakan sebagai bahan makanan oleh manusia (Hutagalung, 1991).



Gambar 2.1 Pencemaran logam berat pada sungai

Logam berat merupakan zat yang beracun serta umumnya bersifat karsinogenik. Oleh karena itu, pengolahan dan penghilangan logam berat dari

perairan sangatlah diperlukan. Kontaminasi logam berat pada ekosistem perairan secara intensif berhubungan dengan pelepasan logam berat oleh limbah domestik, industri, dan aktivitas manusia lainnya. Logam berat biasanya ditemukan sangat sedikit dalam perairan. Secara alamiah, kandungan logam berat dalam perairan sebesar 1 µg/l. Saat terjadi erosi secara alamiah. Konsentrasi logam berat tersebut akan dapat meningkat. Beberapa macam logam berat biasanya lebih dominan dari pada jenis logam lainnya dan asal sumber air akan sangat mempengaruhi konsentrasi logam berat seperti air tanah dan air sungai yang telah tercemar limbah industri akan memiliki konsentrasi logam berat yang besar.

Air limbah yang berasal dari industri merupakan salah satu sumber pencemaran logam berat seperti Pb. Timbal (Pb) termasuk dalam kelompok logam yang beracun dan berbahaya bagi kehidupan makhluk hidup. Limbah Timbal (Pb) dapat masuk ke badan perairan secara alamiah yakni dengan pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan. Penggunaan Pb dalam skala yang besar dapat mengakibatkan polusi baik di daratan maupun perairan. Ion Pb (II) yang masuk ke dalam perairan sebagai dampak dari aktifitas manusia dapat membentuk air buangan atau limbah dan selanjutnya akan mengalami pengendapan yang dikenal dengan istilah sedimen. Sedimen merupakan lapisan bawah yang melapisi sungai, danau, teluk, muara dan lautan. Biasanya, kandungan logam berat dalam sedimen lebih tinggi dibandingkan kandungan logam berat yang masuk ke dalam perairan yang akan mengalami pengendapan pada sedimen. Tingginya kandungan timbal dalam sedimen akan menyebabkan biota air tercemar seperti ikan, udang dan kerang, dimana biota tersebut hidup di dasar sungai dan apabila dikonsumsi dapat berbahaya bagi kesehatan (H.G Schlegel, 1984).

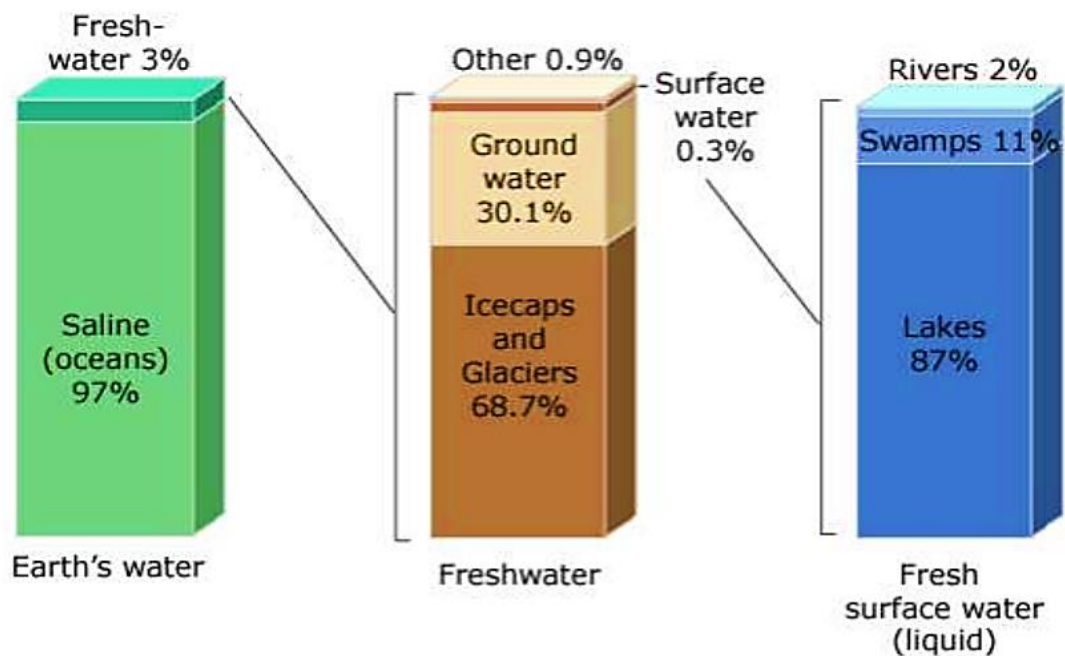
Senyawa Pb yang terdapat pada sungai yang tercemar dapat ditemukan dalam bentuk ion-ion divalen atau ion-ion tetravalen (Pb^{2+} , Pb^{4+}). Pada ion Pb divalen (Pb^{2+}) dapat digolongkan sebagai kelompok ion logam kelas antara. Sedangkan ion Pb tetravalen (Pb^{4+}) dapat digolongkan kedalam kelompok ion logam kelas B. Pada pengelompokan ion logam ini telah dibuat oleh Richardson. Bila didasarkan pada pengelompokan ion-ion logam Richardson itu, ion Pb tetravalent mempunyai kandungan daya racun yang sangat tinggi bila dibandingkan dengan ion Pb divalen. Namun dalam beberapa penelitian menunjukkan bahwa ion Pb divalen lebih berbahaya dibandingkan dengan ion Pb tetravalen (Palar, 1994).



Gambar 2.2 Ikan yang Terpapar Limbah Logam Berat pada Sungai

Organisme yang tercemar oleh logam berat Pb dengan kandungan konsentrasi yang rendah biasanya tidak berdampak pada kematian, namun akan berdampak pada pengaruh sublethal, yaitu pengaruh yang terjadi pada organisme tanpa mengakibatkan kematian pada organisme yang tercemar logam berat tersebut.

Pengaruh pada sublethal ini dapat dibedakan atas tiga macam, yaitu menghambat seperti pertumbuhan dan perkembangan pada organisme tersebut serta sistem reproduksi, sehingga akan menyebabkan terjadinya perubahan morfologi dan merubah tingkah laku pada organisme tersebut. Logam berat yang mencemari perairan sungai akan mengalami proses secara alamiah yaitu pengendapan, adsorpsi dan absorpsi oleh organisme yang ada pada perairan sungai (Bryan, 1976).



Gambar 2.3 Distribusi Air di Dunia

Logam berat Pb termasuk polutan di perairan yang sangat berbahaya, tidak hanya bagi biota yang terdapat pada perairan, tetapi akan berdampak pula bagi manusia yang telah mengkonsumsinya (Rompas, 2010). Beberapa faktor yang menyebabkan logam tersebut dikelompokkan ke dalam zat pencemar adalah:

1. Logam tidak dapat terurai melalui biodegradasi seperti pencemar organik.
2. Logam akan dapat terakumulasi dalam lingkungan terutama dalam sedimen sungai, karena dapat terikat dengan senyawa organik dan anorganik, melalui

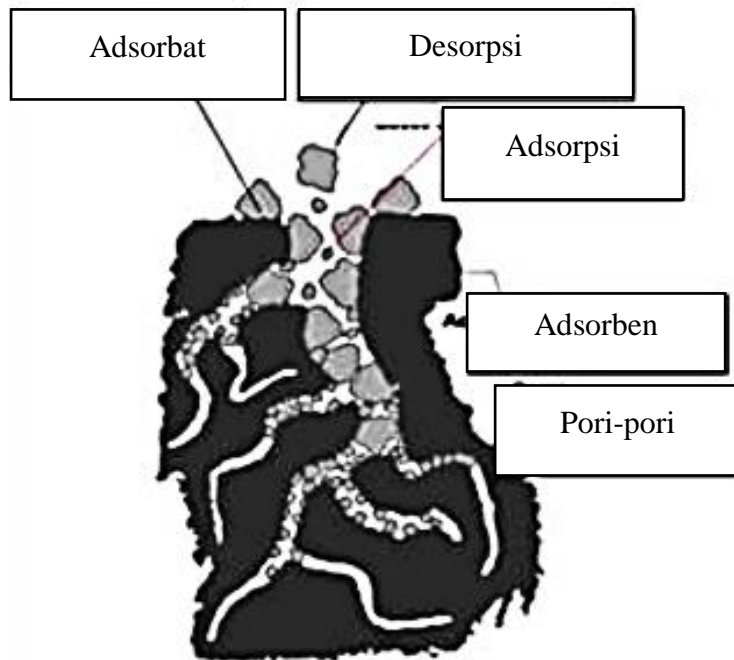
proses adsorpsi dan pembentukan senyawa kompleks. Karena logam berat Pb akan dapat terakumulasi dalam sedimen, maka kadar logam berat Pb yang berada dalam sedimen akan lebih besar dari logam dalam air.

2.2 Adsorpsi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ sebagai Penyerap Ion Pb (II)

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. Adsorpsi adalah sebuah proses fisika atau proses kimia, dan adsorpsi sebagai proses pengikatan antar ion-ion yang bebas oleh adsorben berupa air di dalam media (Kusnaedi, 2010). Metode adsorpsi bergantung pada kemampuan permukaan adsorben untuk menarik molekul-molekul gas, uap atau cairan. Walaupun adsorpsi biasanya dikaitkan dengan perpindahan dari suatu gas atau cairan ke suatu permukaan padatan, perpindahan dari suatu gas ke suatu permukaan cairan juga terjadi. Dalam proses pengolahan limbah yang bersifat cair, adsorpsi adalah proses yang berfungsi untuk menyerap zat yang telah terlarut dalam jumlah yang cukup banyak maupun satu zat terlarut. Ion dipertahankan pada permukaan yang padat dalam mekanisme adsorpsi. Adsorpsi merupakan salah satu cara yang efektif digunakan untuk menyerap kandungan berbahaya seperti logam berat yang terdapat

pada limbah cair dan sering dilakukan dalam proses penanganan limbah cair industri (Haura, 2017).

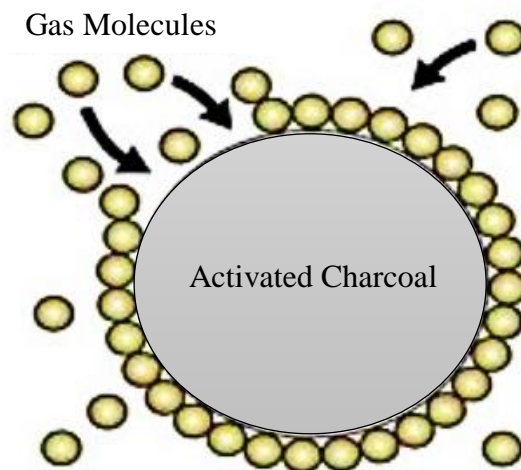
Gambar 2.4 Adsorpsi dan desorpsi ke dalam pori-pori adsorben (Lestari, 2010)



Pada proses adsorpsi terdapat dua zat yang saling berinteraksi, biasa disebut dengan adsorben dan adsorbat. Partikel yang terkumpul dan diserap oleh permukaan dinamakan adsorbat, sedangkan tempat terjadinya adsorpsi disebut adsorben. Adsorben merupakan zat yang bersifat mampu mengikat pada permukaannya dan sifat ini dimiliki oleh padatan yang memiliki pori-pori (Atkins, 1999). Dengan melalui fenomena adsorpsi, terdapat gaya tarik-menarik antara substansi yang terserap dengan penyerapnya. Pada sebuah proses adsorpsi, molekul adsorbat akan bergerak melalui *bulk* fasa gas yang akan menuju permukaan padatan dan berdifusi pada permukaan yang berpori dari padatan adsorben. Proses adsorpsi hanya akan terjadi pada permukaan adsorben dan tidak masuk ke dalam fasa

bulk/ruah. Tempat terjadinya proses adsorpsi yaitu pada bagian mikropori, sedangkan pada bagian makropori akan menjadi tempat transfer adsorbat dari permukaan luar ke permukaan mikropori. Pada peristiwa adsorpsi ini disebabkan oleh gaya tarik menarik antar molekul pada dipermukaan adsorben. Tidak hanya itu, proses adsorpsi juga dapat terjadi pada permukaan antara dua fasa, seperti cair-cair, gas-cair, gas-padat dan cair-padat.

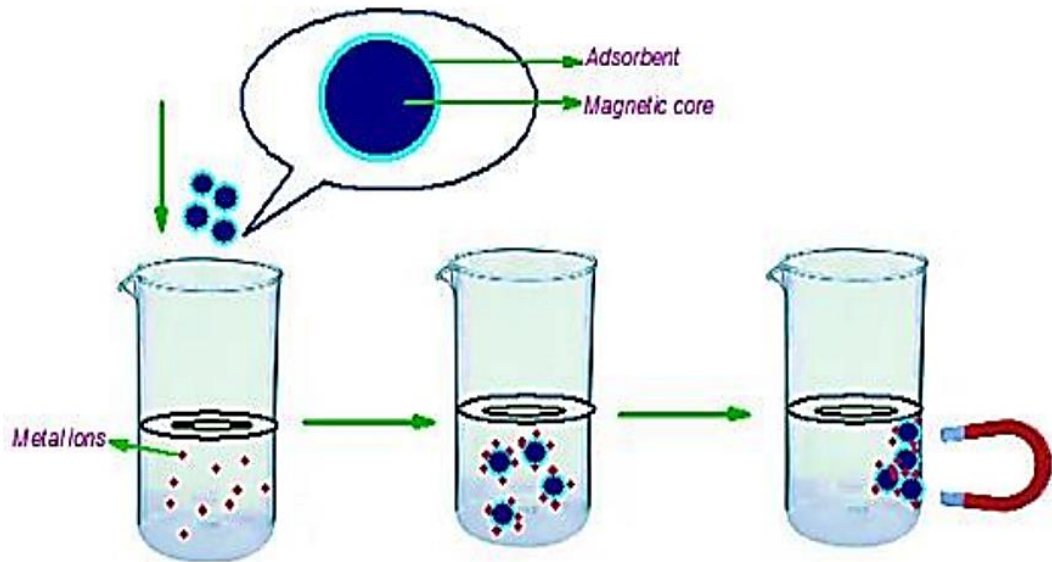
Terdapat beberapa syarat yang harus dipenuhi oleh adsorben antara lain mempunyai luas permukaan yang besar, bersifat aktif dan murni, berpori, serta tidak akan bereaksi dengan adsorbatnya (Othmer, 1984). Dalam proses adsorpsi senyawa akan terlarut oleh adsorben berlangsung terus menerus dan berhenti pada saat sistem adsorpsi telah mencapai kesetimbangan, yaitu saat konsentrasi pada adsorbat yang tinggal dalam larutan dengan konsentrasi adsorbat yang diadsorpsi oleh adsorben telah mencapai kesetimbangan.



Gambar 2.5 Adsorpsi *Activated Charcoal* dan *Gas Molecules* (Raouf, 2017)

Berdasarkan kekuatan interaksi yang dilakukan oleh adsorbat dan adsorben, adsorpsi dikategorikan dalam dua macam, yaitu adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Pada adsorpsi fisik, akan terjadi sebuah gaya *Van der Waals*. Adsorpsi fisika

bersifat reversible, berlangsung secara cepat dengan penyerapan kalor yang kecil, interaksi yang terjadi dianggap hanya menghasilkan gaya *Van Der Walls* dan terjadi pada semua proses adsorpsi serta berlangsung pada temperatur yang cukup rendah. Pada adsorpsi ini, gaya tarik-menarik antara molekul fluida dengan molekul pada permukaan padatan (intermolekular) lebih kecil dibandingkan dengan gaya tarik-menarik antar molekul fluida tersebut, sehingga gaya tarik-menarik antara adsorbat dengan permukaan adsorben relatif lemah. Pada adsorpsi fisika, adsorbat tidak akan terikat kuat dengan permukaan adsorben sehingga adsorbat dapat bergerak dari suatu bagian permukaan ke permukaan yang lainnya dan pada permukaan yang ditinggalkan oleh adsorbat tersebut dapat digantikan oleh adsorbat lainnya. Adsorpsi fisika memiliki kegunaan dalam hal penentuan luas permukaan dan ukuran pori-pori (Murti, 2008). Sedangkan untuk adsorpsi kimia terjadi karena adanya ikatan kimia yang terbentuk antara molekul adsorbat dengan permukaan adsorben. Ikatan kimia dapat berupa ikatan kovalen atau ion. Ikatan yang terbentuk sangat kuat sehingga spesies aslinya tidak dapat ditemukan. Karena kuatnya ikatan kimia yang terbentuk, maka adsorbat tidak akan mudah teradsorpsi. Waktu penyerapan lebih lama dari adsorpsi fisika dan sulit diregenerasi. Reaksi berlangsung satu arah dari kiri ke kanan. Adsorpsi kimia ini diawali dengan adsorpsi fisika dimana adsorbat akan mendekat ke permukaan adsorben melalui gaya *Van der Walls* atau ikatan hidrogen kemudian diikuti oleh adsorpsi kimia. Pada adsorpsi kimia, adsorbat melekat pada permukaan dengan membentuk ikatan kimia yang biasanya merupakan ikatan kovalen (Prabowo, 2009).



Gambar 2.6 Representasi pemisahan ion logam teradsorpsi dari media berair menggunakan nanokomposite magnetik (Kalia et al., 2014)

Menurut Langmuir, molekul adsorbat ditahan pada permukaan adsorben oleh gaya valensi yang tipenya sama dengan yang terjadi antara atom-atom dalam molekul. Adsorpsi kimia biasanya digunakan untuk penentuan daerah pusat aktif dan kinetika reaksi permukaan (Murti, 2008). Menurut Botahala (2019) beberapa faktor yang akan mempengaruhi suatu proses adsorpsi, diantaranya:

1. Ukuran Partikel Adsorben

Hal yang sangat penting agar proses adsorpsi dapat terjadi dan berjalan dengan baik yaitu ukuran partikel. Semakin kecil ukuran partikel maka akan memberikan tingkat adsorpsi yang lebih tinggi. Apabila adsorben memiliki ukuran yang semakin kecil maka proses adsorpsi akan berlangsung semakin cepat (Suziyana dkk, 2017). Efisiensi penyisihan kandungan Fe yang terendah adalah pada ukuran 100 mesh dan efisiensi yang tertinggi adalah pada ukuran 200 mesh. Hal ini disebabkan luas permukaan kontak adsorben dengan logam semakin besar karena semakin

kecil ukuran diameter adsorben. Selain itu, luas permukaan juga sangat berbanding lurus dengan banyaknya pori yang dimiliki dalam per satuan partikel adsorben.

2. Waktu Kontak

Waktu yang digunakan untuk mencapai sebuah keadaan yang akan setimbang pada proses serapan adsorbat oleh adsorben disebut dengan waktu kontak. Waktu kontak dalam proses adsorpsi berlangsung beberapa menit hingga beberapa jam. Waktu kontak antara adsorben dan adsorbat memiliki batas waktu optimum yang akan meningkatkan daya serap dari adsorben, semakin lama waktu kontak maka proses adsorpsi zat warna metilen biru akan semakin efektif (Simanjuntak, 2017). Kapasitas adsorpsi sangat dipengaruhi oleh waktu kontak antara adsorben dan adsorbat, semakin lama waktu kontak maka kapasitas adsorpsi juga akan semakin meningkat. Hal ini disebabkan semakin lama waktu kontak maka semakin banyak partikel-partikel yang akan bertumbukan dan akan berinteraksi dengan larutan sampelnya sehingga adsorpsi akan semakin membaik.

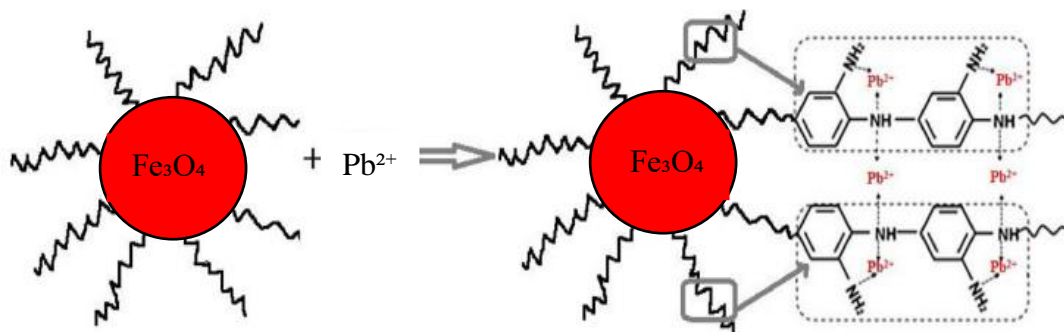
3. Massa Adsorben

Massa adsorben berpengaruh terhadap efektivitas adsorpsi. Semakin banyak adsorben yang digunakan, maka semakin tinggi efisiensi penurunan kadar adsorbat (Suziyana dkk, 2017). Luas permukaan adsorben lebih banyak tersedia sehingga terjadi peningkatan bidang akan lebih aktif pada adsorben, hal ini dikarenakan dengan meningkatnya massa adsorben. Dengan meningkatnya jumlah adsorben, laju adsorpsi ion Pb meningkat. Hal ini dapat disebabkan oleh peningkatan akseptor ion Pb. Namun

peningkatan adsorben lebih lanjut dapat memiliki efek yang negative yaitu karena akumulasi partikel adsorben yang secara bersamaan. Penggunaan jumlah adsorben yang optimal sangatlah disarankan sebagai jumlah nanokomposit yang optimal dalam situasi tertentu.

4. Kecepatan Pengadukan

Kecepatan putaran dalam sebuah pengadukan merupakan salah satu faktor yang akan mempengaruhi sebuah proses adsorpsi. Proses adsorpsi kurang optimal dikarenakan pengadukan yang berlangsung terlalu lambat, maka proses adsorpsi akan berlangsung lambat pula, namun jika pengadukan terlalu cepat maka kemungkinan adsorben akan cepat rusak (Syauqiah dkk., 2011). Semakin cepat kecepatan sebuah putaran maka proses adsorpsi zat warna metilen biru dengan adsorben karbon aktif semakin efektif. Hal ini disebabkan semakin besar pengadukan maka lapisan film semakin tipis sehingga kecepatan adsorpsi secara keseluruhan akan menjadi lebih cepat (Simanjuntak, 2017).



Gambar 2.7 Mekanisme Interaksi Ion Pb pada Adsorben (Sadeghi, 2018)

Pada gambar 2.1 menyajikan mekanisme adsorpsi Pb^{2+} pada permukaan Fe_3O_4 merupakan hasil hibridisasi antara pasangan atom nitrogen non-ikatan dari

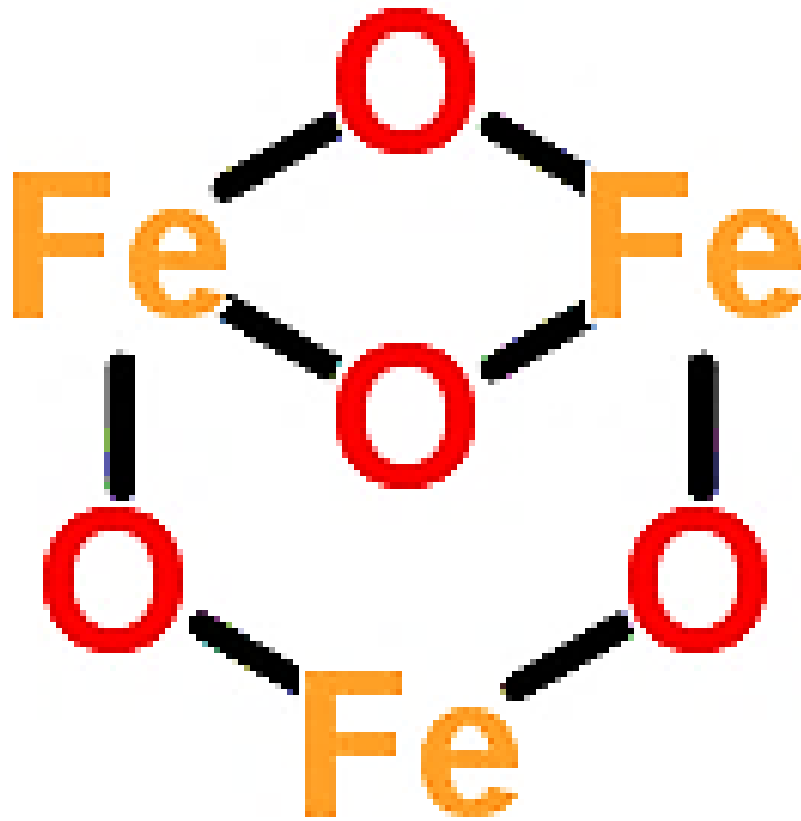
polianilin dan orbital kosong Pb^{2+} . Adsorpsi Fe_3O_4 sebagai sintesis nanokomposit yang efektif dalam menghilangkan logam berat dalam larutan karena luas permukaannya yang tinggi, fungsionalisasi yang mudah, stabilitas kimia dan fisik, struktur yang dapat dirancang dan bersifat supermagnetik. Dengan adanya sifat tersebut Fe_3O_4 menawarkan keuntungan potensial untuk mengatasi pencemaran Ion Pb (II). Namun Fe_3O_4 rentan terhadap kondisi asam, oksidasi udara dan agregasi dalam sistem perairan, maka ditambahkan PANI sebagai strategi yang efektif untuk mencegah partikel berkumpul dan teroksidasi. Dengan ditambahkan PANI diharapkan dapat mensintesis partikel nanokomposit dimana nanopartikel Fe_3O_4 dapat diselimuti oleh PANI dengan sempurna.

2.3 Kemampuan Fe_3O_4 dalam Menyerap Ion Pb (II)

Magnetit merupakan sebuah oksida besi yang memiliki rumus kimia Fe_3O_4 atau sering ditulis dalam bentuk $(FeO.Fe_2O_3)$. Material Fe_3O_4 terbentuk secara alamiah dan berbentuk secara teratur menjadi sebuah kristal. Magnetit mengadopsi bangun spinel terbalik, yaitu setengah jumlah ion Fe^{3+} menempati rongga tetrahedron dan setengah yang lain menempati rongga oktahedron dan semua ion Fe^{2+} menempati rongga oktahedron dari suatu tatanan kubus rapat muka (fcc) ion O^{2-} (Sugiyarto, 2003). Magnetit merupakan suatu mineral yang paling banyak memiliki sifat magnet dari pada semua mineral alam yang ada di bumi ini. Magnetit berwarna hitam dan abu-abu sedikit coklat jika direfleksikan pada sinar matahari. Bentuk perawakan magnetik berupa oktahedral, granular halus sampai besar dan memiliki berat jenis 5500 sampai 6500 kg/m^3 (Khairil, 2019).

Tabel 2.1 Sifat Fisik dan Magnetik Senyawa Oksida Besi

Sifat	Oksida Besi		
	Hematit	Magnetit	Magemit
Rumus molekul	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Fe_3O_4	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$
Densitas (g/cm^3)	5,25	5,18	4,87
Titik leleh ($^\circ\text{C}$)	1350	1583-1597	-
Ph	6,5	5,5	5
Sifat kemagnetan	Ferromagnetik lemah atau Antiferromagnetic	Ferromagnetik	Ferrimagnetik
Struktur kristal	Rombohedral, heksagonal	Kubus	Kubus atau tetrahedral
Tipe struktur	Corundum	Spinel terbalik	Spinel cacat
Gugus ruang	R3c (Heksagonal)	Fd3m	P43 32 (kubus) P41212 (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)



Gambar 2.8 Struktur Fe₃O₄

Magnetit dikenal juga sebagai *magnetic iron ore*, *black iron oxide*, *loadstone*, *ferrous ferrit*, atau *hercules stone* yang menunjukkan sifat 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 mampu dimanfaatkan sebagai adsorben logam berat pada limbah industri. Proses adsorpsi dengan nanopartikel magnetit sebagai adsorben dimungkinkan karena atom-atom oksigen di permukaan magnetit berpotensi akan mampu mengikat ion-ion logam berat, sehingga dapat menurunkan kadar logam berat dalam air atau pun limbah cair.

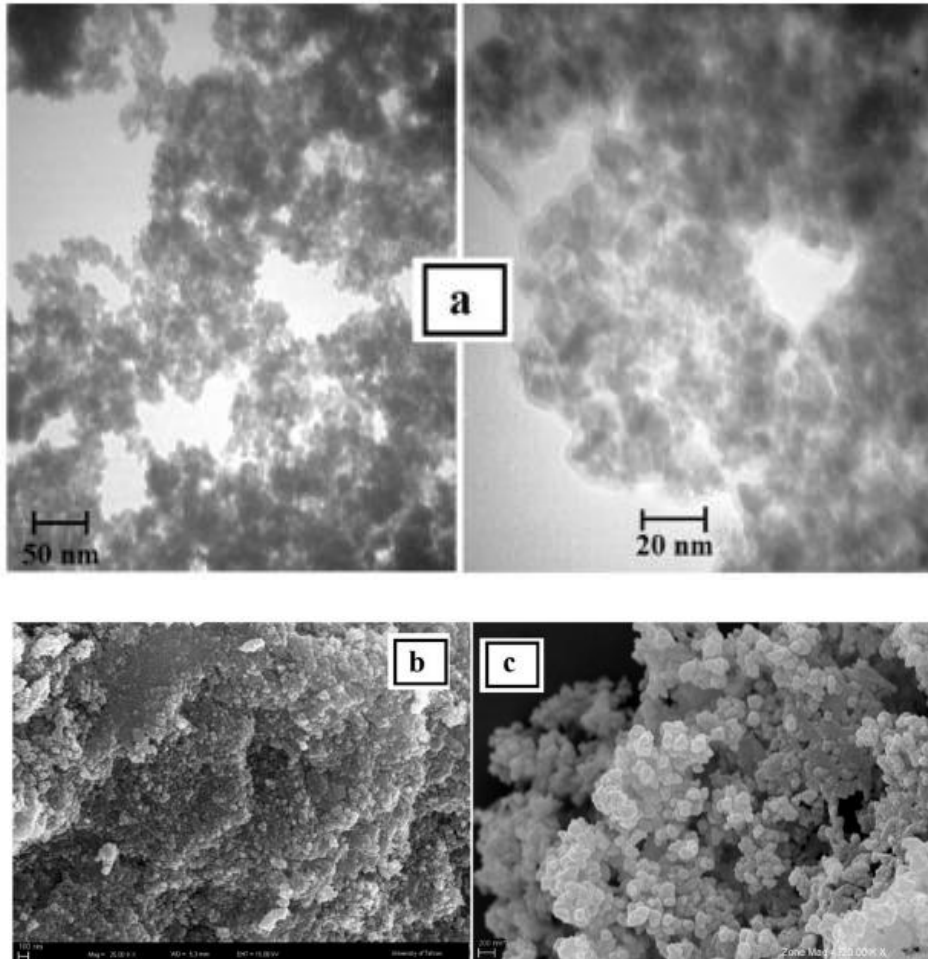


Gambar 2.9 Nanopartikel Fe_3O_4

Nanopartikel magnetik, oksida besi magnetit (Fe_3O_4) merupakan material yang menarik dan memiliki aplikasi yang sangat luas. Pada ukuran *bulk*-nya, *bulk* didefinisikan magnetit dalam ukuran besar (Permana, 2017). Material ini merupakan kelompok bahan ferrimagnetik, dan memiliki sifat-sifat yang lebih baik seperti magnetisasi saturasi yang tinggi (90 emu/gram), *biological compatibility*, dan *environmental stability*. Selain itu, pada ukuran dibawah 20nm dengan morfologi partikel berbentuk bulat, material ini dapat diaplikasikan dengan lebih baik karena kemampuannya untuk mempengaruhi nilai relaksasi proton pada air. Material ferrimagnetik seperti Fe_3O_4 mempunyai beberapa sifat seperti rapuh, keras, tahan panas, dan tahanan jenis listrik yang tinggi. Material ferrimagnetik dapat berubah menjadi paramagnetic pada *temperatur currie* karena material ini termagnetisasi secara spontan pada *temperature currie* (Chrismant, 1988).

Pada proses adsorpsi, Fe_3O_4 berperan sebagai adsorben untuk menyerap zat pencemar yang terkandung dalam suatu limbah. Kelebihan dari Fe_3O_4 dalam menyerap logam berat timbal (Pb) karena memiliki sifat magnet, stabilitas kimia yang tinggi, kemudahan dalam sintesis dan memiliki kemampuan daur ulang yang

baik. Berdasarkan dari sifat kimianya Fe_3O_4 cenderung mengelompok, membentuk sebuah aglomerat, kecuali jika Fe_3O_4 permukaannya dilapis dengan material non-magnetik seperti PANI.



Gambar 2.10 TEM Fe_3O_4 (a), SEM Fe_3O_4 (b), komposit Fe_3O_4 berlapis PANI (c)

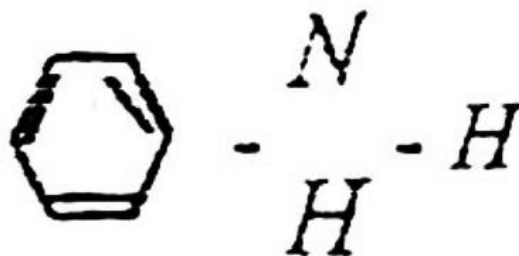
(Sadeghi, 2018).

Pada pengujian TEM dan SEM dapat digunakan untuk menentukan ukuran rongga nanopartikel. Namun tidak seperti nanopartikel Fe_3O_4 , PANI tidak dapat dibedakan dengan TEM. Berdasarkan gambar pengujian TEM dari nanokomposit di gambar (a), dapat dilihat bahwa nanopartikel Fe_3O_4 berukuran kurang dari 50 nm yang dapat mengkonfirmasi efisiensi nanopartikel. Semakin kecil ukuran

nanopartikel Fe₃O₄ maka akan memberikan tingkat adsorpsi yang lebih tinggi. Pada gambar (b) nanopartikel berbentuk seperti bola, nanopartikel Fe₃O₄ bersifat masif dan cenderung akan mengendap saat berada di dalam larutan. Hasil SEM menegaskan pengendapan nanopartikel Fe₃O₄ yang terisolasi (b), namun formasi dari nanopartikel Fe₃O₄ dan PANI dapat mencegah pengendapan nanokomposit yang dihasilkan (c).

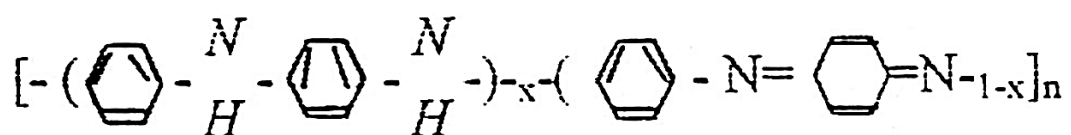
2.4 Polianilin (PANI)

Polianilin merupakan polimer terkonjugasi yang memiliki tingkat kestabilan yang tinggi dan bersifat reversible dalam proses *doping-dedoping* dan polianilin memiliki optoelektrik yang dapat dikontrol yaitu dengan mengubah derajat oksidasi pada rantai utama dan dengan melakukan protonasi pada rantai amina. Polianilin adalah salah satu jenis polimer konduktif yang dihasilkan dari proses polimerisasi monomer anilin (C₆H₅NH₂) dengan suasana yang asam. Anilin adalah salah satu senyawa yang termasuk kedalam kelompok amina, anilin merupakan senyawa turunan dari benzena yang salah satu atom H diganti dengan gugus -NH₂.



Gambar 2.11 Struktur Geometri Anilin (Sri, 1998).



Adapun struktur geometri polianilin secara umum adalah:



Gugus tereduksi

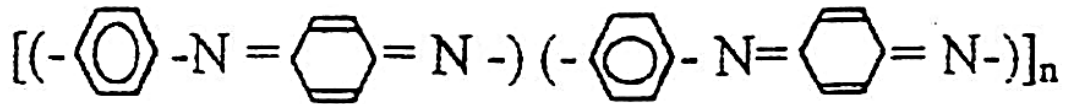
Gugus teroksidasi

Gambar 2.12 Struktur Geometri Polianilin (Sri, 1998).

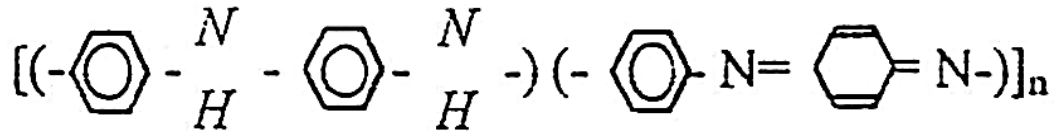
Gugus tereduksi terdiri dari dua molekul yang terbentuk cincin benzoid () dan dua gugus amin, sedang pada gugus teroksidasi salah satu cincin benzoid berubah menjadi cincin quinoid () dan gugus amin menjadi imin.

Nilai x ($0 \leq x \leq 1$) dapat menentukan tingkat oksidasi polianilin. Nilai $x = 0$, menunjukkan tingkat teroksidasi penuh yang menghasilkan polianilin berbentuk basa pernigranilin (PNB) dimana rantai polimer hanya terdiri dari gugus teroksidasi. Nilai $x = 0,5$ menunjukkan tingkat setengah teroksidasi yang menghasilkan polianilin berbentuk basa emeraldin (EB). Sementara nilai $x = 1$ menunjukkan tingkat pereduksi penuh yang menghasilkan polianilin berbentuk basa leukoemeraldin (LEB).

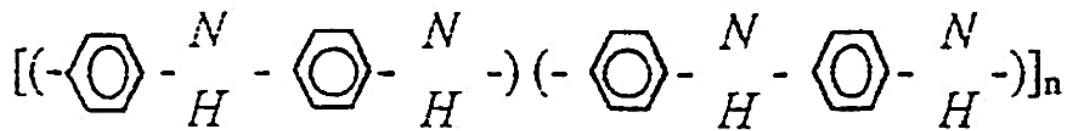
Polianilin dibuat dengan mengoksidasi anilin menggunakan ammonium persulfate melalui media larutan asam dan akan menghasilkan berupa endapan. Metode dasar dari sintesis polianilin yaitu dengan pencampuran dalam larutan antara lain asam, anilin dan oksidator. Hasil yang akan didapatkan berupa emeraldin terprotonasi (garam emeraldin) (Putrianti, 2009). Dalam reaksi oksidasinya, polianilin dapat disintesis dalam beberapa bentuk yaitu bentuk leukoemeraldina (tereduksi penuh), bentuk emeraldine (setengah teroksidasi), dan pernigranilina (teroksidasi penuh) (Rahayu, 2015). Bentuk tingkatan oksidasi polianilin dapat dilihat pada gambar 2.6.



Pernigranilin



Emeraldin



Leukoemeraldin

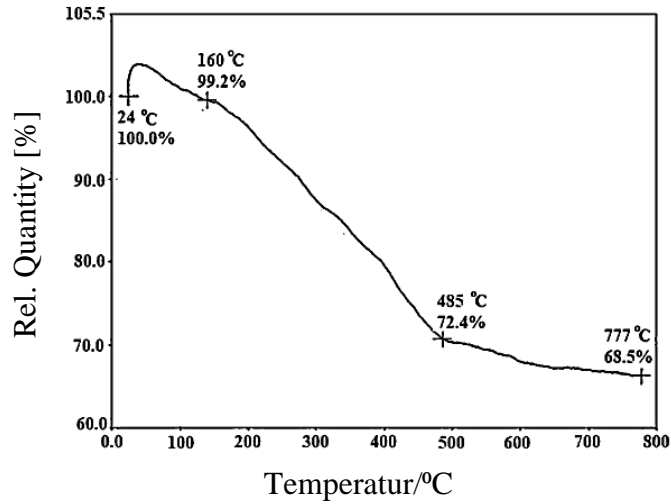
Gambar 2.13 Bentuk-Bentuk Dasar Polianilin (Agustiani, 2013).

Polianilin disintesis dengan cara polimerisasi oksidasi kimia dan polimerisasi elektrokimia. Polianilin disintesis dengan cara oksidasi kimia dengan mereaksikan anilin dengan ammonium peroksidisulfat (APS) pada suasana asam dan diperoleh endapan. Dasar dari sintesis polianilin adalah pencampuran dalam larutan aqua, antara asam, anilin dan oksidator. Hasil yang akan didapatkan emeraldin terprotonasi atau garam emeraldin (J. Stejskal, 2005).

Sifat dari polianilin yang akan mempengaruhi terdiri dari morfologi, massa berat, konduktivitas listrik dan kinerja elektrokimianya secara signifikan, tergantung dengan kondisi sintesis yang akan dipilih yaitu pH dari media polimerisasi, konsentrasi reaktan, suhu yang digunakan dan waktu pada saat polimerisasi, kondisi pengadukan, ukuran dan jenis dopan, dan lainnya (Al-Zohbi, 2021).

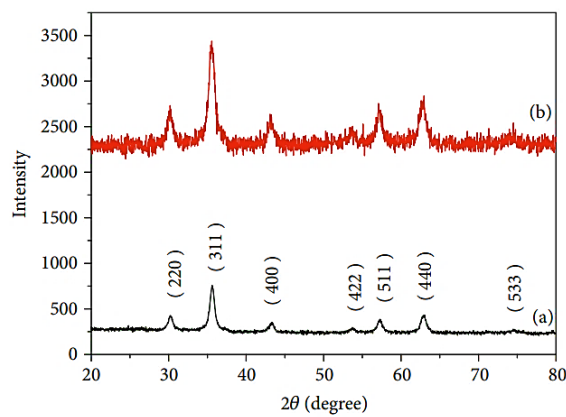
Polimerisasi anilin biasanya diiringi dengan meningkatnya temperatur pada reaksi yang berlanjut dengan penurunan kembali temperatur reaksi. Dalam proses polimerisasi anilin melibatkan beberapa tahap yaitu inisiasi, propagasi dan terminasi, polimerisasi anilin didahului oleh oksidasi anilin menjadi kation pada potensial mendekati 0,9 V yang akan langsung dibarengi dengan formasi dimer p-aminodifenilamin (PADPA) (Gospodivona, 1998). Pada tahap ini disebut sebagai tahap inisiasi polimerisasi anilin. PADPA adalah *growing site* pada reaksi polimerisasi selanjutnya. Kemudian PADPA teroksidasi menjadi N-fenil-1,4-benzokuinondiimin (PBQ). Propagasi rantai polimer berlangsung dengan adanya penambahan dari monomer pada ujung rantai melalui proses redoks antara rantai yang teroksidasi penuh dan sedang tumbuh sebagai oksidator sedangkan anilin sebagai reduktor proses tersebut bersifat eksotermik.

Sifat Polianilin (PANI) diantaranya seperti mudah untuk disintesis, kestabilan yang tinggi terhadap lingkungan, mudah diubah konduktivitasnya dengan cara doping dan tahan akan korosi. Sehingga PANI dapat digunakan sebagai kandidat yang ideal sebagai penyerap zat warna dan polutan yang berasal dari ekosistem yang ada di lingkungan sekitar. Jenis polimer polianilin dapat memberikan kinerja adsorpsi yang luar biasa dengan biaya yang cukup rendah, ketersediaan yang tinggi dan beragam gugus fungsi aktif yang dapat dipersiapkan sebagai pengembangan platform penyerapan yang cukup kompleks (Karthik dan Meenakshi, 2015). Polianilin juga dapat digunakan dalam berbagai platform seperti halnya jika dikombinasikan dengan nanopartikel akan meningkatkan stabilitas bahan nano.



Gambar 2.14 Kurva analisis TGA PANI/ Fe_3O_4 (Sadeghi, 2018).

Polianilin juga memiliki stabilitas termal yang sangat tinggi. Seperti pada gambar 2.4 polianilin tidak terdegradasi pada suhu diatas 500°C hingga pada suhu 800°C dan tidak ada penurunan berat yang signifikan hal ini dapat menunjukkan stabilitas termal polianilin yang sangat tinggi sehingga telah mengungguli dari jenis polimer lainnya. Dengan penambahan nanopartikel Fe_3O_4 akan mengarah pada stabilitas termal polianilin yang lebih stabil dengan meningkatnya sifat fisik dan kimia pada rantai polimer.



Gambar 2.15 Analisis XRD (a) Fe_3O_4 murni dan (b) nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$

(Di Zhang, 2019)

Pola XRD dari nanokomposit Fe₃O₄/PANI, terlihat bahwa puncak difraksi baru muncul pada 20°-30° karena periodisitas dari PANI menunjukkan bahwa PANI telah berhasil diintegrasikan dengan Fe₃O₄. Setelah integrasi dengan PANI puncak karakterisasi Fe₃O₄ tetap ada dan hanya luas intensitas puncak yang berubah, peningkatan luas intensitas dalam O-H puncak vibrasi peak teramati pada Fe₃O₄/PANI, yang menunjukkan bahwa adsorpsi PANI ke permukaan Fe₃O₄ terjadi melalui ikatan hidrogen antara gugus N-H pada PANI dan OH yang terikat, menghasilkan pelapisan nanopartikel Fe₃O₄ oleh PANI. Nanopartikel Fe₃O₄/PANI masih bertipe spinel terbalik, hasil pelapisan PANI tidak mengubah struktur kristal nanopartikel Fe₃O₄ (Di Zhang, 2019).

1.5 Karakterisasi

Terdapat beberapa alat karakterisasi yang digunakan, berikut merupakan penjelasan dari beberapa alat tersebut.

1.5.1 AAS (*Atomic Absorbtion Spectroscopi*)

Atomic Absorbtion Spectroscopi (AAS) merupakan alat instrument yang digunakan sebagai metode analisis unsur logam secara kuantitatif berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom-atom pada logam dalam keadaan bebas. Prinsip utama dari *Atomic Absorbtion Spectroscopi* (AAS) adalah bila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas maka sebagian cahaya akan diserap dan intensitas penyerap berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas dalam sel tersebut. Senyawa dalam sel akan diuapkan oleh sumber cahaya dan diuraikan menjadi uap-uap atom bebas dalam proses

atomisasi yaitu pemecahan cairan menjadi semburan halus. Proses atomisasi dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu dengan nyala (*flame*), tungku grafit (*graphite furnace*) dan dengan penguapan (*vapour generation*). Uap-uap atom bebas tersebut akan diserap oleh lampu katoda dan sebagiannya lagi akan transmisikan. Kemudian detector akan mengukur absorbansi dari uap-uap atom bebas yang telah ditransmisikan (Yulianto, 2011).

Prinsip kerja AAS berdasarkan penguapan larutan pada sampel, setelah logam yang terkandung di dalamnya akan diubah menjadi atom bebas dalam AAS dengan alat penyemprot atau atomizer. Larutan unsur pertama disedot ke dalam nebulizer yang berfungsi untuk mengubah larutan aerosol, yang merupakan berbentuk butiran cair yang sangat halus sehingga tersebar di udara. Kemudian larutan tersebut diubah ke dalam bentuk kabut atau tetesan yang sangat halus dalam fase gas atau aerosol di dalam spray chamber, fungsinya untuk membuat campuran homogen dari gas oksidan dan bahan bakar aerosol. Kemudian dengan penambahan gas, campuran homogen terjadi tepat sebelum dimasukkan ke dalam pembakar. Atom menyerap radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Jumlah penyerapan radiasi kemudian diukur pada Panjang gelombang tertentu sesuai dengan jenis logamnya (Darmono, 1995). Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi sama dengan panjang gelombang yang akan diserap oleh atom-atom dalam nyala api. Absorbansi mengikuti hukum Lambert-Beer, yaitu absorbansi berbanding lurus dengan panjang nyala api yang melaluinya cahaya dan

konsentrasi uap atom berada dalam nyala api. Adapun komponen dasar suatu alat spektrofotometri serapan atom adalah :

a. Sumber sinar (lampu katoda berongga)

Berguna untuk memancarkan sinar dengan panjang gelombang yang tepat sama dengan panjang gelombang logam yang dianalisis.

b. Nyala api (*flame*)

Berguna untuk mengubah unsur logam yang di analisis menjadi atom-atom netral yang masih berada dalam tingkat encer dasar. Proses ini disebut pengatoman atau atomisasi.

c. Monokromator

Berguna untuk meneruskan panjang gelombang emisi dari lampu katoda berongga yang diadsorpsi paling kuat oleh atom di dalam nyala api (panjang gelombang maksimum) dan menahan garis-garis emisi lain dari lampu katoda berongga yang tidak digunakan dalam analisis.

d. Detektor

Berguna untuk mengamati atau mendeteksi datangnya berkas sinar dari sistem monokromator dan mengubah energi sinar yang masuk menjadi energi listrik yang sebanding.

e. Amplifier

Berguna untuk menggerakkan system elektronik digital atau menggerakkan pada rekorder.

f. Spray Chamber (ruang penyemprot/pengabut)

Berguna untuk membuat campuran yang homogen dari gas oksigen dan sampel yang mengandung larutan contohnya yaitu sebelum campuran ini menjadi burnernya.

g. Nebulizer (ruang pengabut)

Berguna untuk mengubah larutan yang diisap melalui pipa kapiler menjadi aerosol (kabut atau butiran cairan halus).

1.5.2 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik dengan kuantitatif maupun kualitatif yang didasarkan pada interaksi antara materi atau sampel dengan cahaya. Peralatan yang digunakan dalam spektrofotometri disebut dengan spektrofotometer. Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorbans suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrofotometer merupakan gabungan dari alat optic dan elektronika serta sifat-sifat kimia dan fisiknya. Dimana detektor dapat mengukur intensitas cahaya yang dipancarkan secara tidak langsung cahaya pada Panjang gelombang tertentu tergantung pada senyawa atau warna yang terbentuk (Riyanto, 2011).



Gambar 2.16 Spektrofotometer UV-Vis

Pada Spektrofotometer UV-Vis, sinar dari sumber cahaya akan dibagi menjadi dua berkas oleh cermin yang berputar pada bagian dalam spektrofotometer. Berkas pertama akan melewati kuvet berisi blanko, sementara berkas kedua akan melewati kuvet berisi sampel. Blanko dan sampel akan diperiksa secara bersamaan. Adanya blanko, berguna untuk menstabilkan absorpsi akibat perubahan voltase dari sumber cahaya (Riyanto, 2011). Spektrofotometri UV-Vis mengacu pada hukum Lambert-Beer. Apabila cahaya monokromatik melalui suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut akan diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan.

Berdasarkan hukum Lambert-Beer, rumus yang digunakan untuk menghitung banyaknya cahaya yang hamburkan:

$$T = \frac{I_t}{I_o} \text{ atau } \%T = \frac{I_t}{I_o} \times 100\% \quad (2.1)$$

dan absorbansi dinyatakan dengan rumus:

$$A = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_o} \quad (2.2)$$

dimana I_o merupakan intensitas cahaya datang dan I_t adalah intensitas cahaya setelah melewati sampel. Rumus yang diturunkan dari Hukum Beer dapat ditulis sebagai:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c = a \cdot b \cdot c \quad (2.3)$$

dimana:

A = absorbansi

b = tebal larutan (tebal kuvet diperhitungkan umumnya 1 cm)

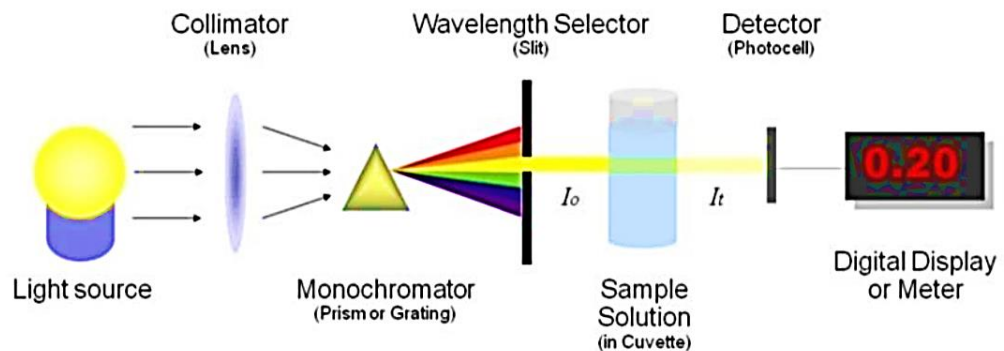
c = konsentrasi larutan yang diukur

ϵ = tetapan absorptivitas molar (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam molar)

a = tetapan absorptivitas (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam ppm).

Faktor-faktor yang sering menyebabkan kesalahan dalam menggunakan spektrofotometer dalam mengukur konsentrasi suatu analit:

- Adanya serapan oleh pelarut. Hal ini dapat diatasi dengan penggunaan blangko, yaitu larutan yang berisi selain komponen yang akan dianalisis termasuk zat pembentuk warna.
- Serapan oleh kuvet. Kuvet yang ada biasanya dari bahan gelas atau kuarsa, namun kuvet dari kuarsa memiliki kualitas yang lebih baik.
- Kesalahan fotometrik normal pada pengukuran dengan absorbansi sangat rendah atau sangat tinggi, hal ini dapat diatur dengan pengaturan konsentrasi, sesuai dengan kisaran sensitivitas dari alat yang digunakan (melalui pengenceran atau pemekatan)(Riyanto, 2011).



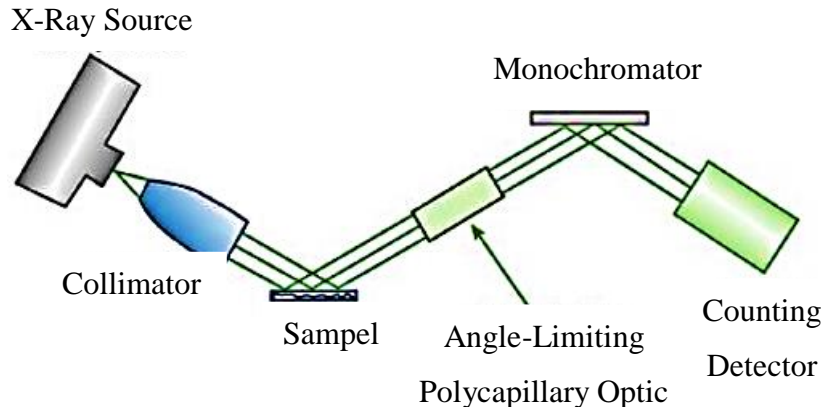
Gambar 2.17 Skema UV-Vis

Sebagai sumber cahaya biasanya digunakan lampu hydrogen atau deuterium untuk pengukuran uv dan lampu tungsten untuk pengukuran pada cahaya tampak. Panjang gelombang dari sumber cahaya akan dibagi oleh

pemisah panjang gelombang (*wavelength separator*) seperti prisma atau monokromator. Spektrum didapatkan dengan cara scanning oleh wavelength separator sedangkan pengukuran kuantitatif bisa dibuat dari spektrum atau pada panjang gelombang tertentu. Skema diatas ini adalah skema alat spektrofotometer UV-Vis yang memiliki sumber cahaya tunggal, dimana sinyal pelarut dihilangkan terlebih dahulu dengan mengukur pelarut tanpa sampel, setelah itu larutan sample dapat diukur. (Dachriyanus, 2004)

1.5.3 XRD (*X-Ray Diffraction*)

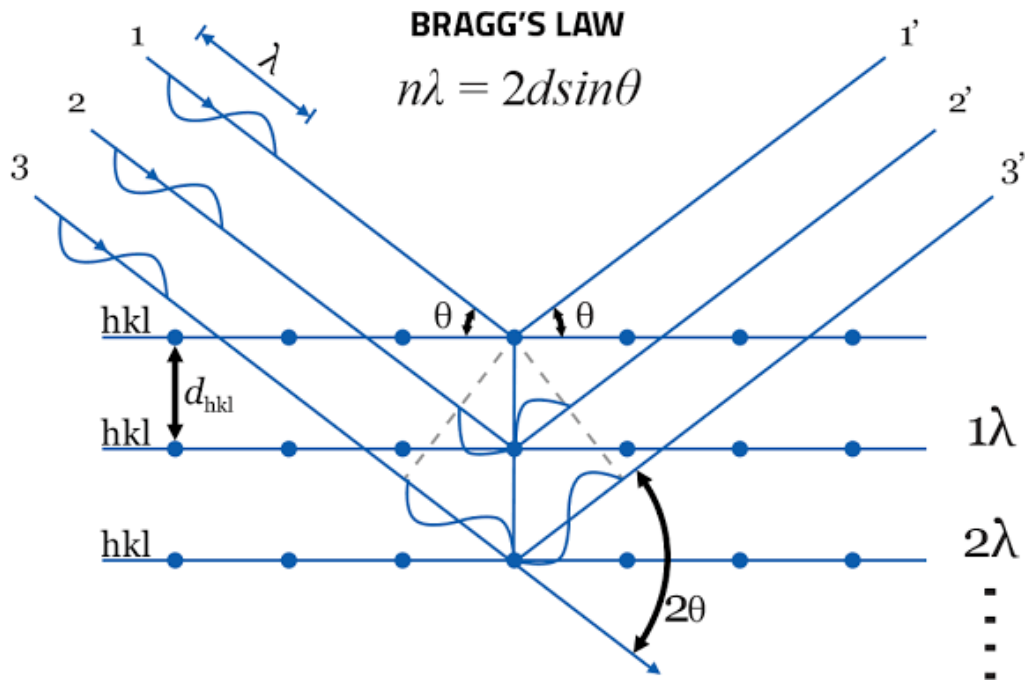
XRD atau *X-Ray Diffraction* merupakan salah satu teknologi yang terkait dengan fisika kuantum tentang hamburan. *X-Ray diffraction* (XRD) merupakan metode yang sangat penting dalam bidang karakterisasi material. Metode karakterisasi XRD dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal, analisis reaksi kimia dan sintesis material, analisis kemurnian suatu spesi, baik pada material kristal maupun nonkristal (amorf). Kondisi jenis sample bisa berbentuk padatan berupa lembaran, maupun serbuk yang sudah dihaluskan (Setiabudi, 2012). Prinsip karakterisasi XRD adalah memanfaatkan sinar x yang ditembakkan pada sampel membuat hamburan dari elektron yang mengenai permukaan kristal suatu material yang membentuk suatu pola difraksi material.



Gambar 2.18 Skema instrumen XRD (Agus, 2012)

Difraksi sinar-X merupakan peristiwa fisika ketika sinar-X yang jatuh mengenai kristal bahan tertentu dihamburkan oleh kristal tersebut. Sinar-X yang dihamburkan oleh kristal ada yang saling menguatkan dan ada yang saling melemahkan. Difraksi terjadi ketika gelombang elektromagnetik mengenai bahan dengan struktur yang periodik. Jarak yang berulang dalam struktur periodik sekitar panjang gelombang elektromagnetik yang berinteraksi. Sinar-X mempunyai gelombang yang berdekatan dengan jarak atom didalam kristal. Jika sinar datang mengenai bidang yang tersusun secara paralel dan berjarak d satu sama lain maka terdapat kemungkinan sinar datang akan dipantulkan kembali oleh bidang dan saling berinterferensi secara konstruktif menghasilkan penguatan terhadap sinar pantul menyebabkan terjadinya difraksi. Interferensi

pada sinar pantul memiliki fasa yang sama yang dapat ditemukan pada pantulan sinar x tertentu.



Gambar 2.19 Pola Difraksi pada XRD

(<https://www.veqter.co.uk/residual-stress-measurement/x-ray-diffraction>)

Sinar datang (1,2,3...) dengan panjang gelombang λ mengenai rangkaian atom yang membentuk pola teratur pada bidang hkl dengan jarak antar bidang d_{hkl} akan menghasilkan sinar pantul (1',2',3'...) dengan intensitas yang diukur sebagai fungsi sudut pantul terhadap sudut datang (2θ). Interferensi konstruktif hanya dapat terjadi jika Hukum Bragg dipenuhi (Christyaningsih, 2020).



Gambar 2.20 Alat Karakterisasi *X-Ray Diffraction*

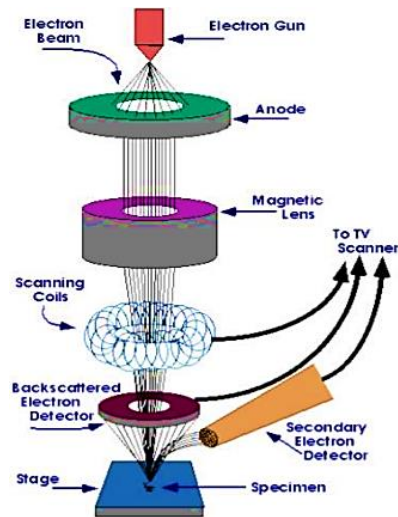
Prinsip kerja dari *X-Ray Diffraction* adalah Sinar -X yang dihasilkan pada tabung sinar X ditembakkan ke spesimen melewati rangkaian celah logam dengan nomor atom tinggi, seperti molibdenum atau tantalum. Celah logam ini digunakan sebagai penyejajar berkas sinar-X. Setelah terdifraksi oleh spesimen, berkas ini akan melewati rangkaian celah yang lain. Celah anti-hambur mengurangi radiasi latar dan meningkatkan rasio puncak dengan latar dengan cara memastikan bahwa detektor hanya dapat menerima sinar-X hanya dari area spesimen. Berkas yang telah melewati celah penerima akan menjadi konvergen. Konvergensi berkas menentukan lebar berkas yang sampai ke detektor. Peningkatan lebar celah akan meningkatkan intensitas refleksi maksimum pada pola difraksi namun, sebaliknya, akan menurunkan resolusi. Puncak difraksi atau refleksi pada pola difraksi sesuai dengan sinar-X yang

didifraksikan dari bidang kristal tertentu. Setiap puncak memiliki intensitas atau ketinggian yang berbeda, dimana intensitas ini sebanding dengan jumlah foton sinar-X atau energi tertentu yang terhitung oleh detektor pada setiap sudut 2θ . Posisi puncak difraksi tergantung pada struktur kristal, khususnya bentuk dan ukuran sel satuan, pada material spesimen. Posisi ini dapat pula dipengaruhi oleh panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Jumlah puncak difraksi suatu material akan bertambah seiring dengan menurunnya tingkat simetri struktur kristal material tersebut. (Christyaningsih, 2020).

Analisis rietveld merupakan metode pencocokan antara pola difraksi teoritis (data standar) dari kristalografi yang valid terhadap pola difraksi terukur (data eksperimen) sampai terdapat kesesuaian antara kedua kurva secara keseluruhan. Kesesuaian kedua pola diusahakan dengan metode kuadrat terkecil (least square) yang dilakukan berulang (iterasi) sehingga terdapat kecocokan antara kedua kurva. Perubahan pola difraksi teoritis untuk dapat mendekati pola difraksi terukur melalui metode penghalusan (refinement).

1.5.4 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning electron microscope (SEM) merupakan mikroskop elektron yang digunakan untuk mengetahui morfologi atau struktur mikro permukaan dari material melalui pemindaian menggunakan berkas elektron yang difokuskan. SEM memiliki perbesaran 10-3000.000 kali, *depth of field* 4-0,4 mm, dan resolusi sebesar 1-10 nm.



Gambar 2.20 Mekanisme SEM (Agus, 2012)

Cara kerja SEM adalah dengan menembakkan elektron dari elektron gun lalu melewati condensing lenses dan pancaran elektron akan diperkuat dengan sebuah kumparan, setelah itu elektron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada dibagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel akan ditangkap oleh backscattered electron detector dan secondary electron detector yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk gambar pada display. Ada beberapa sinyal yang penting yang dihasilkan oleh SEM. Dari pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal backscattered electron. (Wijayanto, 2014). Instrumen SEM dilengkapi oleh EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) merupakan detektor dispersi energi yang digunakan untuk mengetahui komposisi elemen-elemen pada sampel yang dilakukan analisis melalui sinar X yang diemisikan akibat tumbukan elektron pada atom-atom sampel. Prinsip EDS bergantung kepada interaksi antara eksitasi sinar x terhadap elektron dari kulit terluar (Kannan, 2018).

1.5.5 Spektrofotometer Inframerah (FTIR)

Spektroskopi inframerah (FTIR) salah satu metode yang biasa digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah dengan rentang panjang gelombang 0.75 - 1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000 - 10 cm^{-1} . Prinsip kerja spektrofotometer inframerah sama dengan spektrofotometer yang lainnya yakni interaksi energi dengan suatu materi yang diujinya. Spektroskopi inframerah berfokus pada radiasi elektromagnetik pada rentang frekuensi 400 - 4000 cm^{-1} , dimana cm^{-1} yang disebut sebagai *wavenumber* (1/wavelength), yang merupakan sebuah ukuran unit untuk frekuensi.

Setiap molekul memiliki harga energi tertentu. Bila suatu senyawa menyerap energi dari sinar IR maka tingkatan energi di dalam molekul itu akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi. Sesuai dengan energi yang diserap maka yang akan terjadi pada molekul itu adalah perubahan energi vibrasi yang diikuti dengan perubahan energi rotasi. Interaksi ini terjadi dengan syarat adanya perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Radiasi medan listrik berubah-ubah akan berinteraksi secara langsung dengan molekul dan akan menyebabkan perubahan amplitudo di salah satu gerakan molekul. Selain itu energi yang dihasilkan oleh sinar IR harus sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom untuk bervibrasi. Senyawa seperti O_2 dan N_2 tidak memiliki perubahan dipol dalam vibrasinya sehingga tidak dapat mengadsorpsi sinar IR (Earnshaw A, 1997).

Hasil dari FTIR adalah sebuah grafik frekuensi gelombang yang menunjukkan sebuah gugus fungsi tertentu, seperti berikut.

Tabel 2.2 Bilangan Gelombang Gugus Fungsi

Ikatan	Tipe Senyawa	Daerah Frekuensi (cm ⁻¹)
C-H	Alkana	2850-2970
		1340-1470
C-H	Alkena	3010-3095
		675-995
C-H	Alkana	3300
O-H	Cincin Aromatik	3010-3100
		690-900
N-H	Fenol, monomer, alkohol, alkohol ikatan hydrogen	3590-3650
		3200-600
	Monomer asam karboksilat, ikatan hydrogen asam karboksilat	3500-650
		2500-2700
C=C	Amina, amida	3300-3500
C=C	Alkena	1610-1680
C=C	Cincin aromatic	1500-1600
C-N	Alkuina	2100-2260
C=N	Amina amida	1180-1360
C-O	Nitril	2210-2280
C=O	Alcohol, Eter, Asam karboksilat, Ester	1690-1760
NO ₂	Senyawa nitro	1500-1570

Spektrofotometer inframerah berfungsi untuk mengidentifikasi gugus fungsional, mengidentifikasi sebuah senyawa, menentukan struktur pada molekul, mengetahui kemurnian dan mempelajari reaksi yang sedang berjalan. Setiap molekul memiliki harga energi tertentu. Bila suatu senyawa menyerap energi dari sinar IR maka tingkatan energi di dalam molekul itu akan tereksitasi keingkatan energi yang lebih tinggi. Sesuai dengan energi yang diserap maka yang akan terjadi pada molekul itu adalah perubahan energi vibrasi yang diikuti dengan perubahan energi rotasi. Interaksi ini terjadi dengan syarat adanya perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Radiasi medan listrik berubah-ubah akan berinteraksi dengan molekul dan akan menyebabkan perubahan amplitudo salah satu gerakan molekul. Selain itu energi yang dihasilkan oleh sinar IR harus sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom untuk bervibrasi. Senyawa seperti O₂ dan N₂ tidak memiliki perubahan dipol dalam vibrasinya sehingga tidak dapat mengadsorpsi sinar inframerah (Earnshaw A, 1997).

Karbon aktif memiliki gugus fungsi seperti O-H alkohol, C-H alifatik, C=O ester, C=C alifatik, C=C aromatik, C-O alkohol dan C-H aromatik (Jankowska, 1991). Apabila karbon aktif diimbangkan dengan logam Fe dan Ti, akan terjadi perbedaan serapan dan intensitas, daerah serapan logam terdapat pada serapan daerah fingerprint 424-454 cm⁻¹. Daya serap karbon aktif dan luas permukaan karbon aktif ditingkatkan dengan gugus fungsi tersebut. Semakin banyak gugus fungsi pada analisis FTIR maka intensitas % (persen) transmisi akan semakin menurun, penurunan tersebut menandakan bahwa proses modifikasi mengakibatkan bertambahnya gugus fungsi (Hessler, 1951).

1.5.6 *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

Vibrating Sample Magnetometer (VSM) merupakan perangkat alat yang digunakan untuk mengetahui dan mempelajari sifat magnetik suatu bahan . sifat magnetik pada bahan terjadi akibat dari perubahan suhu, dan sifat-sifat magnetik sebagai fungsi sudut pengukuran atau kondisi anisotropik bahan (Unand, 2019). Dimana, sifat magnet suatu bahan seperti nilai magnetisasi saturasi (M_s), magnetisasi remanen (M_r) dan medan koersivitas. Magnetisasi saturasi merupakan besarnya magnetisasi setelah seluruh momen dipol magnet spin memiliki arah arah yang sama.

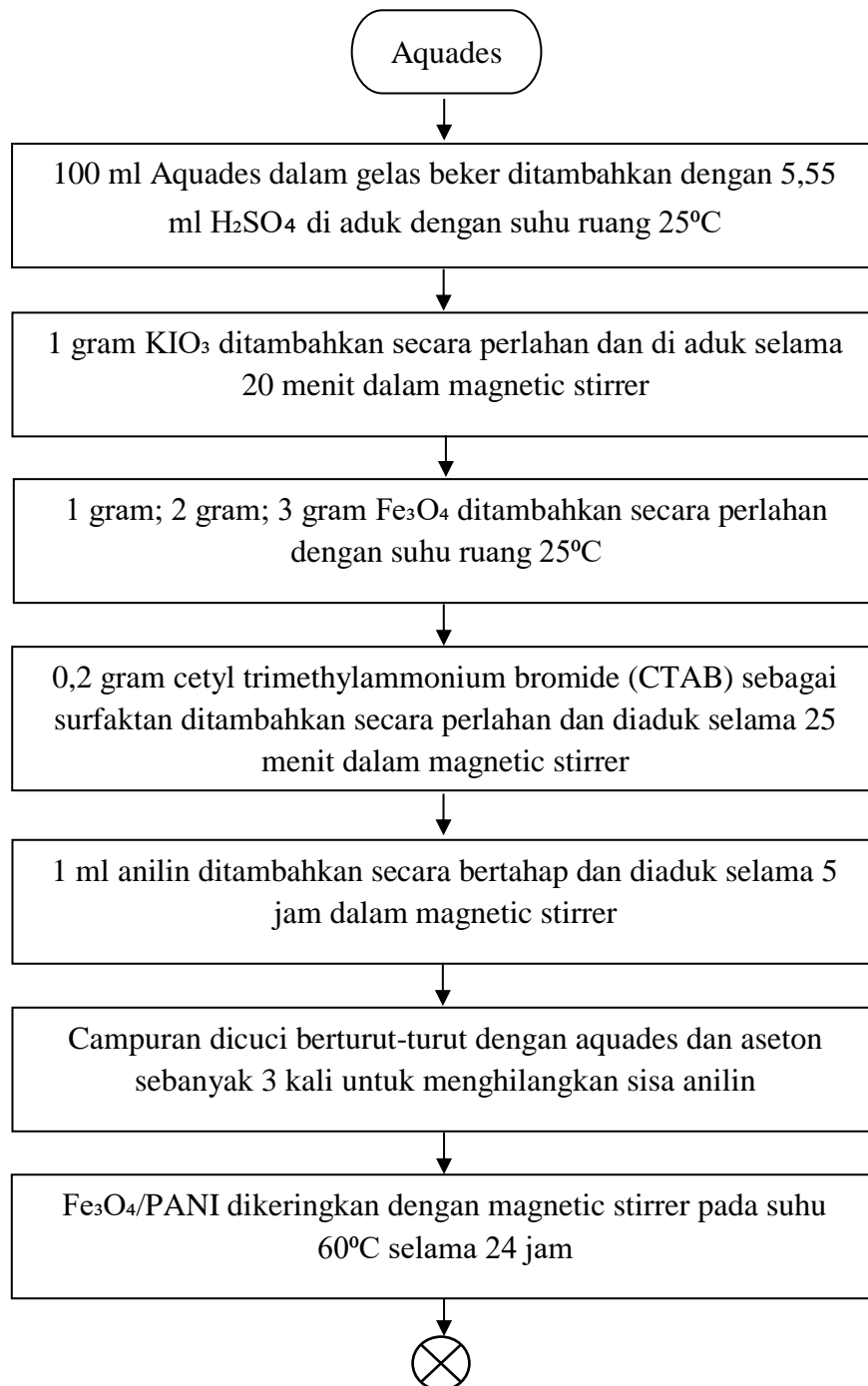
Salah satu keistimewaan VSM adalah merupakan vibrator elektrodinamik yang dikontrol menggunakan arus balik. Sampel dimagnetisasi dengan medan magnet homogen. Jika sampel bersifat magnetik, maka medan magnet akan memagnetisasi sampel dengan meluruskan domain magnet. Momen dipol magnet sampel akan menciptakan medan magnet di sekitar sampel, yang biasa disebut *magnetic stray field*. Ketika sampel bergetar, *magnetic stray field* dapat ditangkap oleh *coil*. Medan magnet tersebar tersebut akan menginduksi medan listrik dalam *coil* yang sebanding dengan momen magnetik sampel. Semakin besar momen magnetik, maka akan menginduksi arus yang semakin besar. Dengan mengukur arus sebagai fungsi medan magnet luar, suhu maupun orientasi sampel, berbagai sifat magnetik bahan dapat dipelajari. Karakterisasi sifat magnetik dengan VSM, data yang diperoleh dari karakterisasi sifat magnet berupa kurva histeresis dengan sumbu x merupakan medan magnet yang menginduksi sampel dalam satuan Tesla atau Oersted dan sumbu y merupakan magnetisasi sampel dalam satuan emu/gram.

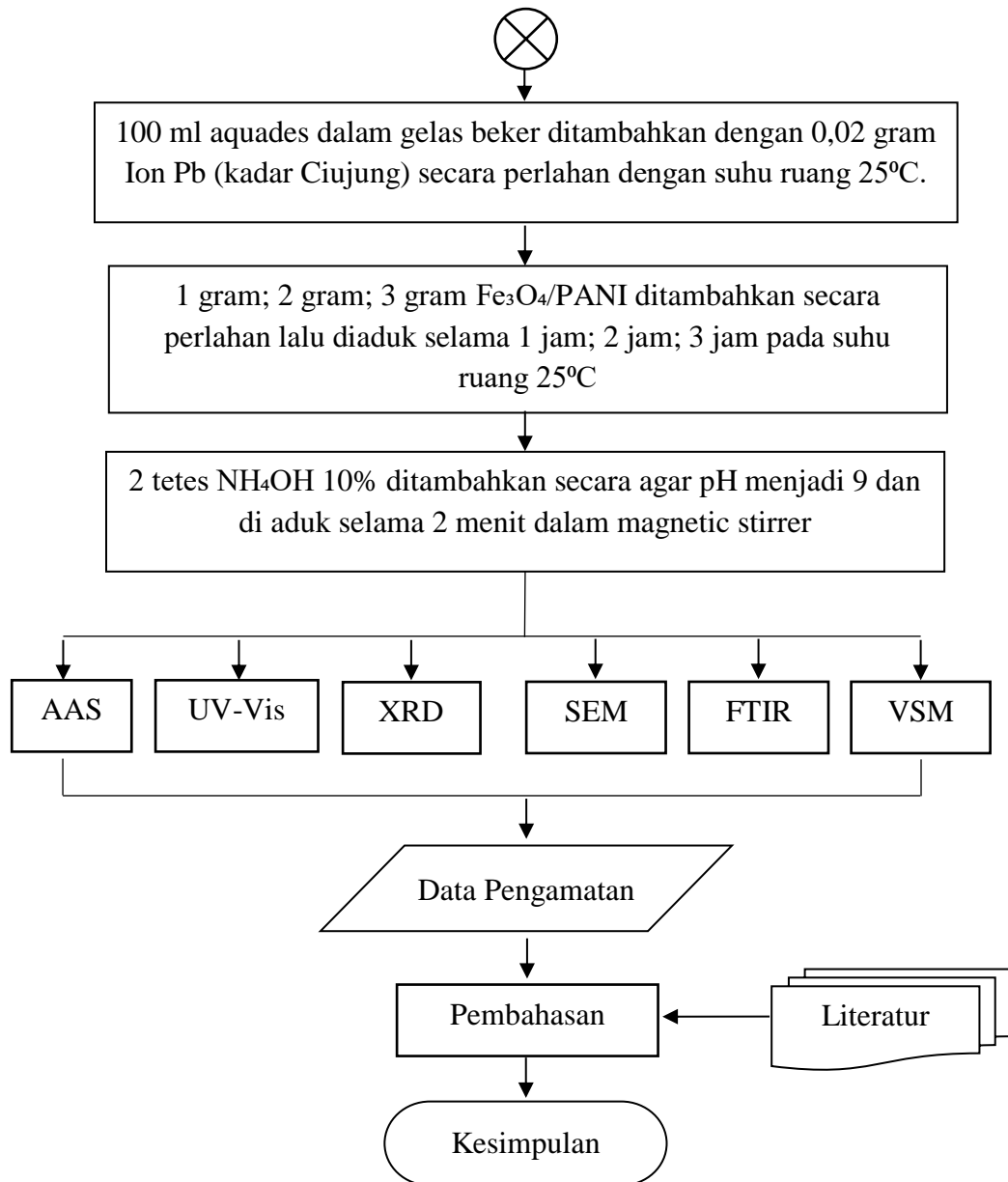
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Berikut ini merupakan diagram alir penelitian dapat dilihat pada gambar 3.1.





Gambar 3.1 Diagram Alir Percobaan

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Gelas beker 250 ml; 500 ml; dan 1000 ml
2. Gelas ukur

3. Corong
4. Pipet tetes
5. Spatula
6. *Thermometer*
7. *Magnetic stirrer*
8. Magnet permanen
9. *pH indicator universal*
10. Mikropipet
11. Neraca Digital
12. Labu Ukur
13. *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*
14. *Spektrofotometri UV-Vis*
15. *X-Ray Diffraction (XRD)*
16. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*
17. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*
18. *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

1. Aquades
2. Asam Sulfat (H_2SO_4)
3. Aseton
4. Anilin 99% ($\text{C}_6\text{H}_7\text{N}$)
5. Magnetit (Fe_3O_4)

6. Amonium Hidroksida (NH_4OH)
7. Kalium iodat (KIO_3)
8. PbCl_2 (Ion Pb (II))
9. *Cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB)

3.3 Prosedur Penelitian

Adapun beberapa prosedur yang dilakukan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Fe_3O_4 dan Anilin disiapkan untuk membuat nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$
2. Nanokomposit dilakukan dengan melarutkan H_2SO_4 1 M sebanyak 5,55 ml lalu menambahkan aquades sebanyak 100 ml ke dalam gelas beker. Penambahan H_2SO_4 1 M dapat terjadi peningkatan keasaman medium reaksi sehingga dapat mempengaruhi ionisasi Pb dan peningkatan efisiensi penyerapan adsorben.



Gambar 3.2 Pencampuran Aquades dan H_2SO_4

3. Campuran diikuti dengan penambahan KIO_3 secara perlahan sebanyak 1 gram dengan temperature ruang 25°C dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer selama 20 menit. Penambahan KIO_3

dapat meningkatkan kemampuan adsorben sebagai oksidator yang kuat, KIO_3 dapat meningkatkan kemampuan oksidasi, meningkatkan porositas dan luas permukaan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$.

4. Sebanyak 1 gram; 2 gram; dan 3 gram variasi Fe_3O_4 ditambahkan secara perlahan dan dilakukan pengadukan, pada penambahan terjadi perubahan warna larutan menjadi kehitaman. Penambahan Fe_3O_4 dapat meningkatkan kapasitas penyerapan dengan luas permukaan yang lebih besar memberikan lebih banyak tempat bagi ion Pb untuk berinteraksi dengan adsorben.



Gambar 3.3 Penambahan Fe_3O_4 pada Larutan

5. Penambahan *Cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB) sebanyak 0,2 gram ke dalam campuran dan dilakukan pengadukan selama 25 menit. Penambahan CTAB dapat mempengaruhi morfologi adsorben menjadi berpori, struktur pori yang dihasilkan dapat meningkatkan area

permukaan dan volume pori yang akan meningkatkan kapasitas adsorpsi.

6. Campuran kehitaman dilakukan penambahan anilin sebanyak 1 ml dan dilakukan pengadukan selama 5 jam, terjadi perubahan warna larutan menjadi kehijauan. Penambahan anilin dapat memberikan pengaruh positif terhadap kemampuan penyerapan ion Pb dan menjaga stabilitas terhadap perubahan lingkungan pada adsorben.



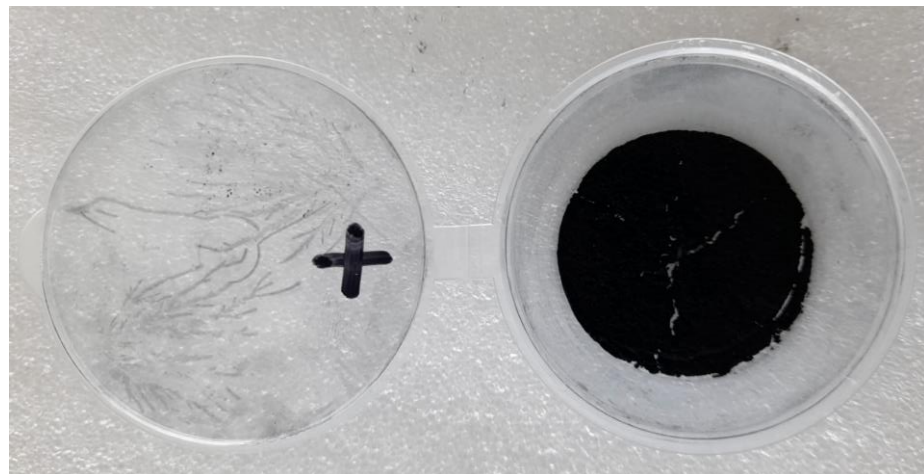
Gambar 3.4 Perubahan Warna Larutan menjadi hijau kebiruan

7. Campuran dicuci dengan aquades dan aseton masing-masing sebanyak tiga kali untuk menghilangkan sisa anilin sehingga dapat menjaga stabilitas struktur adsorben dan peningkatkan kemampuan adsorben untuk menyerap ion Pb. Serta diberikan magnet permanen pada dinding luar gelas beker agar adsorben tidak ikut terbangun pada saat pencucian.



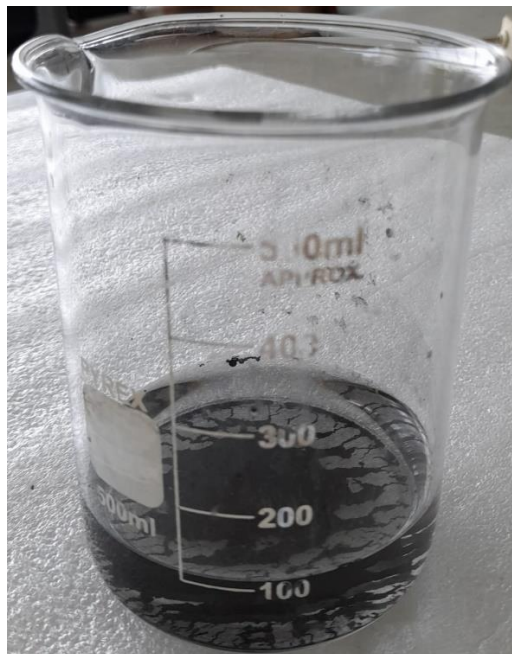
Gambar 3.5 Pencucian adsorben dengan Aquades dan Aseton

8. Endapan dikeringkan dengan magnetic stirrer pada suhu 60°C selama 24 jam. Pengeringan pada suhu 60°C dapat membantu dalam memperkuat struktur adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dalam degradasi material.



Gambar 3.6 Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ yang telah di Keringkan

9. Larutan aquades disiapkan untuk membuat media sintesis antara adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dan ion Pb.
10. Media sintesis dilakukan dengan melarutkan ion Pb sebanyak 0,002 gram lalu menambahkan aquades sebanyak 100 ml ke dalam gelas beker. Penambahan ion Pb berdasarkan pada pengujian sampel air limbah sungai Ciujung Serang yang telah dilakukan karakterisasi dengan alat *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*.
11. Penambahan variasi adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ sebanyak 1 gram; 2 gram; dan 3 gram ditambahkan ke dalam media sintesis secara perlahan dengan temperature ruang 25°C dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer dengan variasi waktu kontak 1 jam; 2 jam; dan 3 jam.



Gambar 3.7 Pencampuran antara $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap Media Sintesis

12. Campuran diikuti dengan penambahan Amonium Hidroksida (NH_4OH) 10% secara perlahan sebanyak 2 tetes agar pH menjadi optimal 9 dengan temperature ruang 25°C dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer selama 2 menit, warna larutan berubah menjadi sedikit keruh dan terdapat endapan putih. Penambahan Amonium Hidroksida (NH_4OH) dapat menstabilkan adsorben yang berberan sebagai agen kompleks sehingga membantu menghindari degradasi atau perubahan structural adsorben selama proses adsorpsi dan ion Pb cenderung lebih mudah teradsorpsi pada pH yang lebih tinggi.
13. Campuran media sintesis dilakukan pemisahan antara larutan dan padatan dengan diberikan magnet permanen pada dinding luar gelas beker agar adsorben tidak ikut terbuang pada saat pemisahan.

3.4 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini diantaranya adalah *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS), *Spektrofotometri UV-Vis*, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

3.4.1 Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

Pengujian *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dilakukan untuk menganalisis kemampuan adsorpsi ion Pb oleh adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$, dengan menggunakan AAS perubahan konsentrasi ion Pb dalam larutan sebelum dan sesudah proses adsorpsi dapat diukur. Pengujian yang

dilakukan di unit Laboratorium Jasa Pengujian, Kalibrasi dan Sertifikasi, Institut Pertanian Bogor.

3.4.2 Spektrofotometri UV-Vis

Pengujian *Spektrofotometri UV-Vis* dilakukan untuk menganalisis mengukur adsorbansi cahaya pada rentang panjang gelombang 300-700 nm dengan gelombang cahaya dari ultraviolet (UV) dan Visible. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)* dilakukan untuk mengetahui struktur dan fasa kristalin yang terbentuk pada sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$. Pengujian dianalisis dengan menggunakan *software origin* dan *microsoft excel*. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dilakukan untuk mengetahui morfologi dari sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$. Pengujian dianalisis dengan menggunakan ImageJ sehingga didapatkan distribusi ukuran partikel yang kemudian diolah menggunakan origin dengan output berupa grafik histogram. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.5 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Pengujian *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui ikatan kimia dan gugus fungsi pada suatu sampel berdasarkan penyerapan inframerah oleh molekul dalam sampel. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.6 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Pengujian *Vibrating Sample Magnetometer* dilakukan untuk mengidentifikasi sifat kemagnetan yang dihasilkan pada sampel Fe₃O₄/PANI. Pengujian dilakukan menggunakan alat VSM-250 di Pusat Penelitian BRIN FISIKA Serpong, Tangerang, Banten.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Analisa *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

Logam berat memasuki air secara alami dan menjadi bagian dari sistem suspensi air serta menjadi sedimen melalui proses absorpsi, presipitasi, dan pertukaran ion. Keberadaan logam berat di perairan merupakan hal alamiah yang terbatas dalam jumlah tertentu dalam kolom air, sedimen, dan lemak biota, tetapi keberadaan logam berat ini akan meningkat akibat masuknya limbah yang dihasilkan oleh industri - industri serta limbah yang berasal dari aktivitas lainnya (Liu et al., 2009).

Logam berat Pb termasuk kation golongan I yang akan mengendap bila ditambahkan dengan asam klorida (HCL). Ion Pb^{2+} akan mengendap sebagai campuran $PbCl_2$. Pengendapan ion golongan I harus pada temperature kamar atau lebih rendah karena $PbCl_2$ terlalu mudah larut dalam air yang panas. Juga harus dijaga agar asam klorida tidak terlalu banyak ditambahkan. Dalam HCl pekat, $PbCl_2$ melarut, karena Pb^{2+} membentuk kompleksi dapat larut (Keenan, 1984). Pb^{2+} membentuk endapan dengan HCl encer, endapan tersebut adalah $PbCl_2$ membentuk endapan berwarna putih. Pada reaksi pengendapan larutan conto dengan menggunakan larutan HCl encer jika terbentuk endapan putih maka larutan conto kemungkinan mengandung Pb^{2+} . Reaksi terbentuknya endapan dapat dituliskan sebagai berikut:



Pegujian kandungan ion Pb pada air permukaan dilakukan dengan uji Laboratorium, di Laboratorium Jasa Pengujian dan Sertifikasi Institut Pertanian Bogor. Pengukuran kandungan logam berat menggunakan metode AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*), hasil AAS dapat menentukan kuantitas kandungan ion Pb dari sampel.

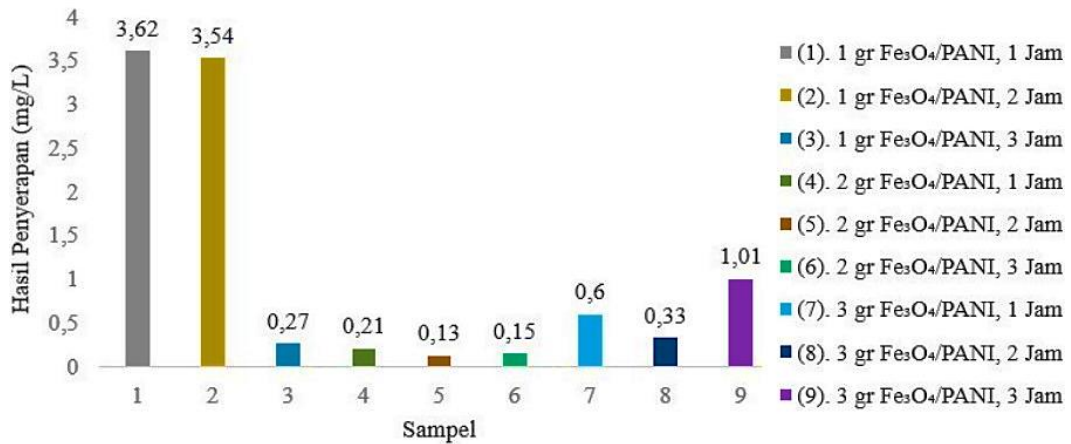
Air permukaan yang ada di sekitar sungai Ciujung Serang merupakan sebuah sungai yang berlokasi di wilayah Banten. Sungai Ciujung berhulu di Kawasan Taman Nasional Gunung Halimun Salak kabupaten Bogor selain itu juga berasal dari berhulu Gunung Karang dan Gunung Endut. Luas Sungai Ciujung kurang lebih 1.850 Km² dengan Panjang sungai 142 Km mengalir dari selatan ke utara. Hasil pengujian konsentrasi ion Pb pada air permukaan sungai Ciujung Serang ditujukan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Konsentrasi ion Pb pada Sampel Air Permukaan Sungai Ciujung

Parameter	Result	Unit
Ion Pb	0.02	mg/L

Konsentrasi ion Pb pada sampel air permukaan berdasarkan tabel 4.1 diatas menunjukkan nilai konsentrasi yang belum melebihi batas maksimum sesuai dengan standar baku mutu air baku kelas IV menurut Peraturan Pemerintah (PP) nomor 82 tahun 2001 dan Permenkes Nomor 492 Tahun 2010, kadar Pb yang diperbolehkan berturut-turut yaitu sebesar 0,03 mg/L dan 0,01 mg/L. Ion Pb yang tinggi disebabkan oleh aktivitas alami dan antropogenik. Selain dari kandungan Pb dalam tanah dan batuan yang tinggi, Chen et al., (2016) menyebutkan penyebab tingginya konsentrasi Pb adalah karena aktivitas manusia, terutama di bidang

agrikultur serta pembuangan limbah, penumpukan sampah dan penggunaan pupuk akan menghasilkan lindi yang terinfiltasi ke dalam akuifer air tanah. Pada musim kering, kegiatan irigasi dilakukan dengan air sungai yang juga memiliki kandungan Pb lebih tinggi.



Gambar 4.1 Adsorpsi pada Adsorben

Pada gambar yang telah dihasilkan terlihat jelas pada penyerapan yang dihasilkan linear berkurang, jadi semakin banyak adsorben Fe₃O₄/PANI maka akan menyerap zat yang diserap atau adsorbat semakin banyak pula. Variasi yang digunakan pada sampel adsorben yaitu 1 gram, 2 gram dan 3 gram. Pada sampel 1 gram didapatkan hasil 3,62; 3,54; dan 0,27 mg/L, didapatkan hasil yang kurang maksimal hal ini disebabkan lebih banyaknya adsorbat dibandingkan dengan adsorben yang digunakan sehingga penyerapan yang dihasilkan kurang maksimal. Besarnya nilai optimum pada sampel dengan variasi 2 gram, berturut-turut yaitu 0,21, 0,13 dan 0,15 mg/L. Dari data yang telah didapatkan dapat disimpulkan bahwa pengaruh konsentrasi adsorben dalam proses adsorpsi adalah berbanding lurus, semakin banyak adsorben dalam adsorbat maka akan semakin baik juga penyerapannya dan semakin lama waktu kontak maka ion Pb yang teradsorpsi akan

semakin besar (Saputri, 2020). Namun pada sampel 3 gram didapatkan hasil 0,6; 0,33; dan 1,01 mg/L didapatkan penurunan konsentrasi adsorpsi disebabkan karena adsorben telah mengalami penggumpalan (aglomerasi), yang mengakibatkan konsentrasi adsorbat yang terserap semakin berkurang sehingga semakin banyak adsorben yang ditambahkan semakin sedikit adsorbat yang akan mudah terjerap (Karimullah, 2018).

4.2. Analisa Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer merupakan sebuah alat untuk mengukur transmittan atau absorbansi pada suatu sampel sebagai fungsi dari panjang gelombang, setiap media akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu tergantung pada senyawa atau warna yang telah terbentuk (Cairns, 2009). Spektrofotometer UV-Vis adalah pengukuran Panjang gelombang dan intensitas sinar ultraviolet dan cahaya tampak yang diabsorpsi oleh sampel. Interaksi senyawa organik dengan sinar ultraviolet dan sinar tampak, dapat digunakan untuk menentukan struktur molekul senyawa organik.

Spektrofotometer UV-Vis biasa digunakan untuk analisa kimia kuantitatif maupun analisa kimia semi kualitatif. Metode ini secara umum berdasarkan pembentukan warna antara analit dengan pereaksi yang digunakan. Analisa dengan cara ini memiliki kepekaan yang cukup tinggi, batas deteksinya rendah dan relatif mudah dilakukan (Huda, 2001). Untuk mendapatkan analisa seperti yang disebutkan perlu dilakukan perlakuan awal untuk menghilangkan unsur-unsur pengganggu dan menggunakan beberapa macam bahan kimia sebagai pereaksi (Purwanto, 2012).

Spektrofotometer UV-Vis memiliki prinsip kerja dengan diawali adanya pemisahan berkas cahaya sumber oleh diffraction grating. Kemudian berkas cahaya tersebut diseleksi oleh sample cuvette kemudian dideteksi oleh detektor. Sebelum dilakukan pengukuran terhadap larutan uji, terlebih dahulu dilakukan uji dengan cuvette yang berisi pelarut dari larutan uji (Sastrohamidjojo, 1992). Sinar UV atau sinar visible akan ditembakkan menuju suatu molekul dan menyebabkan eksitasi elektron dalam orbital molekul tersebut dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Pada saat tersebut dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Pada saat tersebut terjadi peristiwa eksitasi pada elektron orbital atom bonding ke antibonding (Pecsok, 1968).

Sampel yang dapat dianalisis dengan Spektrofotometer UV-Vis memiliki syarat seperti, bersifat larutan, memiliki warna yang tidak terlalu pekat, memiliki gugus kromofor, auxokrom, memiliki ikatan rangkap terkonjugasi dan untuk logam dalam bentuk ion, serta senyawa-senyawa ionik lainnya (Riyanto, 2012). Menurut penjelasan Skoog (1996), terdapat 4 bagian penting seperti sumber cahaya pada spektrofotometer memiliki pancaran radiasi yang stabil dan intensitasnya tinggi. Sumber energi cahaya yang biasa untuk daerah tampak, ultraviolet dekat dan inframerah dekat adalah sebuah lampu pijar dengan kawat rambut terbuat dari wolfram (tungsten). Lampu ini mirip dengan bola pijar biasa, daerah panjang gelombang (λ) adalah 350 – 2200 nm. Lampu hidrogen atau lampu deuterium digunakan untuk sumber pada daerah ultraungu (UV). Lampu wolfram juga digunakan sebagai sumber cahayanya, kelebihan lampu wolfram adalah energi radiasi yang dibebaskan tidak bervariasi pada berbagai panjang gelombang. Sumber

cahaya untuk spektrofotometer inframerah, sekitar 2 ke $15\mu m$ menggunakan pemijar Nersnt.

Monokromator merupakan alat yang berfungsi untuk menguraikan cahaya polikromatis menjadi beberapa komponen panjang gelombang tertentu (monokromatis) yang berbeda. Ada 2 macam monokromator yaitu prisma dan kisi difraksi. Cahaya monokromatis ini dapat dipilih panjang gelombang tertentu yang sesuai untuk kemudia dilewatkan melalui celah sempit yang disebut slit. Ketelitian dari monokromator dipengaruhi juga oleh lebar celah yang dipakai.

Kuvet digunakan sebagai tempat sampel atau cuplikan yang akan dianalisis disebut kuvet spektrofotometer. Kuvet harus memenuhi syarat-syarat seperti tidak berwarna sehingga dapat mentransmisikan semua cahaya, harus tahan (tidak bereaksi) terhadap bahan-bahan kimia, mempunyai bentuk yang sederhana, tidak boleh rapuh, dan permukaannya secara optis harus benar-benar sejajar.

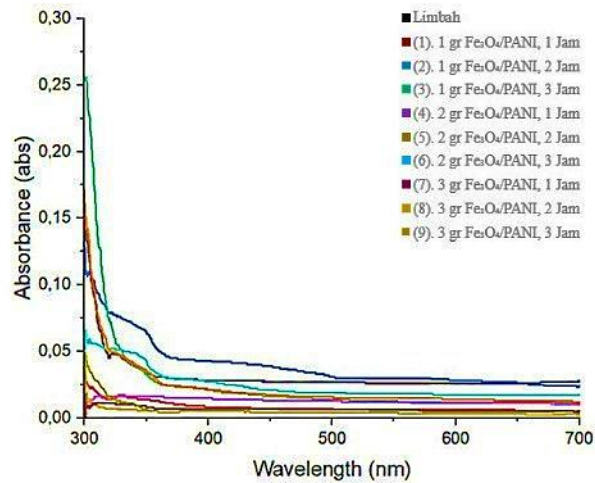
Kuvet biasanya terbuat dari kwarsa, plexiglass, plastik dengan bentuk tabung empat persegi panjnag 1x1 cm dan tinggi 5 cm. Pada pengukuran di daerah UV dipakai kuvet kwarsa atau plexiglass, sedangkan kuvet dari kaca tidak dapat dipakai sebab kaca mengabsorsi sinar UV. Semua macam kuvet dapat dipakai untuk pengukuran di daerah sinar tampak.

Fungsi detektor penerima sendiri adalah memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang. Detektor akan mengubah cahaya menjadi sinyal listrik yang selanjutnya akan ditampilkan oleh penampila data dalam bentuk jarum penunjuk atau angka digital. Syarat ideal sebuah detektor seperti kepekaan yang tinggi, respon konstan pada berbagai panjang gelombang, waktu respon cepat dan

signal minimum tanpa radiasi, perbandingan isyarat atau signal dengan bising tinggi, dan signal listrik yang dihasilkan harus sebanding dengan tenaga radiasi.

Pada penyerapan sinar ultra violet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm). Karakterisasi spektrofotometer UV-Vis pada penelitian ini menggunakan rentang panjang gelombang dari 300-700 nm dikarenakan pada rentang < 300 nm grafik yang dihasilkan mengalami error atau tidak stabil. Pada pengujian ini menggunakan aquades sebagai baseline dalam perbandingan nilai absorbansi. Setelah membuat baseline sampel media sintesis diuji untuk mengetahui penurunan tingkat absorbansi pada kadar air sungai dengan media sintesis yang telah ditambahkan ion Pb kemudian diadsorpsi menggunakan nanokomposit Fe₃O₄/PANI dan dianalisis dengan *excel* dan *software origin*.

Pada penelitian ini pengaruh konsentrasi adsorben dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi dari Fe₃O₄/PANI yaitu 1 gram, 2 gram dan 3 gram. Pada pembuatan media sintesis ion Pb sebesar 0,002 gram dilarutkan ke dalam aquades sebanyak 100 ml dengan suhu yang dipakai pada saat adsorpsi yaitu menggunakan suhu ruang 25°C. Waktu kontak adsorpsi dilakukan dengan variasi 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, setelah mencapai waktu yang telah ditentukan adsorben akan dipisahkan dari media sintesis dengan menggunakan magnet luar untuk dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil perbandingan absorpsi menggunakan UV-Vis dapat dilihat pada gambar 4.



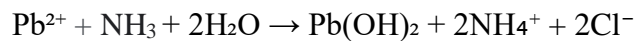
Gambar 4.2 Grafik absorbansi pada adsorben

Nilai absorbansi yang terjadi semakin naik seiring dengan penurunan panjang gelombang. Terlihat pada grafik bahwa telah terjadi penurunan nilai absorbansi antara media sintesis yang belum diadsorpsi dengan yang telah diadsorpsi. Diantara variasi yang ditetapkan antara satu sama lain tidak berbeda jauh nilai absorbansinya. Banyaknya zat yang diserap oleh $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dapat ditentukan dengan menghitung selisih absorbansi antara media sintesis dengan larutan sampel yang telah diadsorpsi. Dari data tersebut akan diperoleh besarnya penurunan zat yang telah diadsorpsi pada masing-masing sampel. Data yang dihasilkan dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Banyaknya Pb yang diserap dengan variabel konsentrasi adsorben

Absorbansi	Sampel								
	1 gram			2 gram			3 gram		
Limbah	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,15	1,13	0,03	0,25	0,01	0,01	0,06	0,01	0,04	0,15

Berdasarkan Tabel 4.2 banyaknya zat yang telah diserap dengan massa Fe₃O₄/PANI tetap, menurun sering dengan waktu kontak yang digunakan. Namun terjadi anomali pada adsorben sampel 1, sampel 3 dan sampel 9 dikarenakan terjadi perubahan warna larutan menjadi keruh dan terdapat endapan putih di dasar tabung dari semakin lamanya waktu kontak akan semakin banyak endapan yang terbentuk. Endapan terjadi akibat reaksi antara larutan NH₄OH dan larutan media sintesis ion Pb yang menghasilkan endapan putih Pb(OH)₂, berikut ini reaksi NH₄OH pada media sintesis ion Pb.



Pada grafik yang telah dihasilkan terlihat jelas pada grafik yang dihasilkan linear menurun, jadi semakin banyak zat yang diserap maka akan membutuhkan zat penyerap adsorben Fe₃O₄/PANI yang banyak pula. Besarnya penurunan nilai absorbansi dari sampel dengan variasi waktu kontak 1 jam terdapat pada sampel ke dua dengan nilai absorbansi 0,03. Sedangkan pada sampel ke tiga terdapat nilai absorbansi 0,25 lebih besar dari nilai absorbansi limbah yaitu 0,15, hal ini dikarenakan terbentuknya endapan berwarna putih dan larutan menjadi keruh. Endapan putih terbentuk pada reaksi PbCl₂ dan NH₄OH membentuk ion Pb²⁺ dan ion Cl⁻ dari PbCl₂ serta ion NH₄⁺ dan ion OH⁻ dari NH₄OH. Ion OH⁻ dari NH₄OH bertindak sebagai basa dan mereaksikan dengan ion Pb²⁺ dari PbCl₂, membentuk endapan putih Pb(OH)₂ yang tidak larut dalam air. Endapan putih Pb(OH)₂ terbentuk karena adanya reaksi antara ion Pb²⁺ dan ion OH⁻ yang dihasilkan dari NH₄OH. Dalam reaksi ini, NH₄OH bertindak sebagai basa yang menghasilkan ion

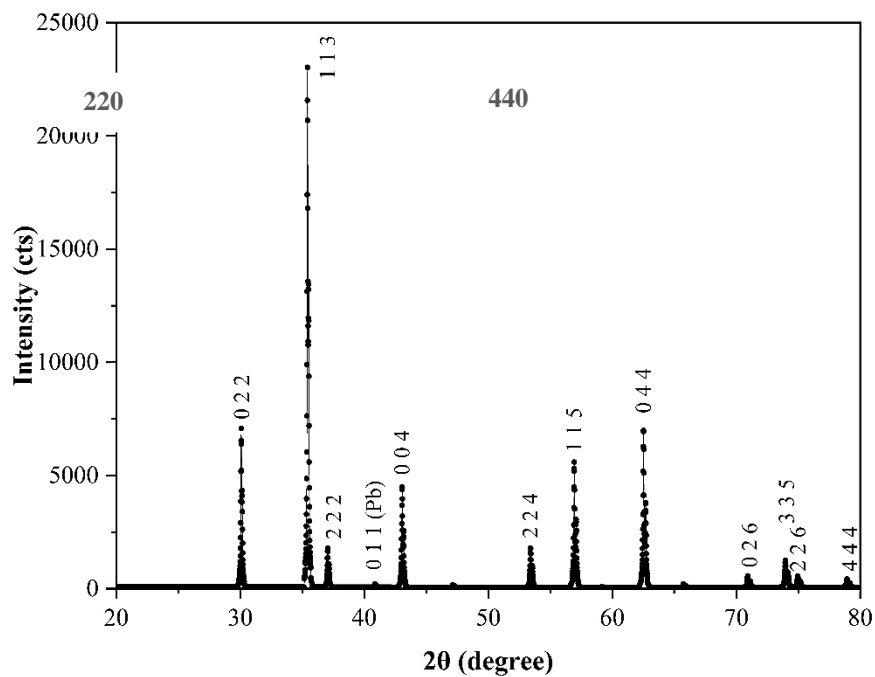
OH^- yang bereaksi dengan ion Pb^{2+} dari PbCl_2 dan membentuk endapan putih $\text{Pb}(\text{OH})_2$, endapan putih ini mengindikasikan keberadaan PbCl_2 dalam larutan.

Pada waktu kontak 2 jam penurunan nilai absorbansi terbesar terdapat di sampel ke empat dan ke lima dengan nilai absorbansi 0,01. Sedangkan pada waktu kontak 3 jam penurunan nilai absorbansi terdapat di sampel ke tujuh dengan nilai absorbansi 0,01. Dari data yang telah didapatkan dapat disimpulkan bahwa pengaruh waktu kontak dalam proses adsorbansi adalah berbanding lurus. Perbandingan tersebut menunjukkan bahwa waktu kontak adsorpsi berbanding lurus dengan banyaknya zat yang diadsorpsi. Semakin lama waktu kontak yang digunakan akan semakin baik juga penyerapannya, namun dalam rentang waktu tertentu lamanya waktu kontak yang digunakan tidak akan berpengaruh lagi dengan adsorpsi yang dilakukan jika larutan sampel sudah mencapai kesetimbangan. Apabila adsorpsi terus dilakukan sampai melebihi *equilibrium time* dikhawatirkan partikel yang telah diserap akan terputus kembali atau desorpsi. Dengan demikian, semakin lama waktu kontak maka frekuensi tumbukan antar partikel akan meningkat dan adsorben telah jenuh sehingga terjadi desorpsi yang menurunkan kapasitas adsorpsi. Waktu kontak akan mengakibatkan desorpsi karena diasumsikan adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ ion logam dalam waktu yang singkat. Oleh karena itu, dengan frekuensi tumbukan yang lama maka adsorpsi menurun. (Wuryanti, D. 2016). Dan semakin lama waktu kontak akan semakin banyak terbentuknya endapan pada dasar tabung reaksi, hal ini dikarenakan perubahan warna larutan menjadi keruh. Akibat reaksi antara larutan NH_4OH dan larutan media sintesis ion PbCl_2 yang membuat air menjadi keruh dan membentuk endapan putih $\text{Pb}(\text{OH})_2$.

4.3 Analisa X-Ray Diffraction (XRD)

Analisa *X-ray diffraction* (XRD) biasa digunakan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal dengan memanfaatkan interaksi antara sinar-x dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal. Hasil dari karakterisasi XRD berupa difraktogram antara 2θ dan intensitas. Hasil data yang didapat menunjukkan material kristal ditandai dengan adanya puncak-puncak difraksi karena terjadinya interferensi konstruktif, kemudian dianalisis menggunakan *Microsoft excel*, *software Origin*, dan *software Match*.

Karakterisasi XRD dilakukan pada semua sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ yang telah dibuat, dapat dilihat pada gambar.



Gambar 4.3 Grafik Puncak XRD Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap Ion Pb.

Berdasarkan pada grafik yang telah dilakukan analisis maka dapat diperoleh informasi pada ke Sembilan sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$. Berdasarkan *Crystallography*

Open Database (COD) No. 1011084 puncak-puncak khas dari fase Fe₃O₄/PANI telah terindikasi dengan baik, yaitu pada posisi (220), (311), (400), (422), (511), dan (440) yang terdapat pada No. 1011084. Secara berturut-turut berada pada posisi $2\theta = (30^\circ), (35.34^\circ), (42.92^\circ), (53.33^\circ), (56.89^\circ), \text{ dan } (62.43^\circ)$. Berdasarkan *Crystallography Open Database* (COD) puncak tertinggi pada Fe₃O₄/PANI berada pada indeks miller (311) dengan posisi $2\theta = (35.5^\circ)$ menunjukkan bahwa atom yang paling banyak berada pada bidang indeks miller (311). Pola XRD dari nanokomposit Fe₃O₄/PANI, terlihat bahwa puncak difraksi baru muncul pada 20^o-30^o karena periodisitas dari PANI menunjukkan bahwa PANI telah berhasil diintegrasikan dengan Fe₃O₄. Setelah integrasi dengan PANI puncak karakterisasi Fe₃O₄ tetap ada dan hanya luas intensitas puncak yang berubah, peningkatan luas intensitas dalam O-H puncak vibrasi peak teramati pada Fe₃O₄/PANI, yang menunjukkan bahwa adsorpsi PANI ke permukaan Fe₃O₄ terjadi melalui ikatan hidrogen antara gugus N-H pada PANI dan OH yang terikat, menghasilkan pelapisan nanopartikel Fe₃O₄ oleh PANI. Nanopartikel Fe₃O₄/PANI masih bertipe spinel terbalik, hasil pelapisan PANI tidak mengubah struktur kristal nanopartikel Fe₃O₄ (Di Zhang, 2019). Struktur kristal pada Fe₃O₄ yaitu *cubic* sedangkan untuk fasa PANI yaitu *orthorhombic*.

Berdasarkan indeks miller yang diperoleh merupakan indeks miller khas dari struktur kristal kubik spinel Fe₃O₄ (Dewi Sartika, 2016). Bentuk puncak yang tajam dan sempit menunjukkan bahwa nanopartikel Fe₃O₄ memiliki kualitas kristal yang baik (Yusoff et al., 2017a). Bentuk puncak yang tajam dan sempit menunjukkan bahwa jumlah atom paling banyak diantara fasa yang lain (Suharta, 2016).

Konsentrasi ion Pb yang terlalu banyak terbentuk $Pb(OH)_2$ membuat adsorben tidak dapat menyerap dengan sempurna karena ion Pb akan membuat proses ionisasi tidak seimbang. Hal tersebut membuat pengikatan ion Pb tidak terjadi secara sempurna sehingga pada sampel $Fe_3O_4/PANI$ memiliki puncak yang lebih banyak dibandingkan ion Pb karena yang berinteraksi sedikit diakibatkan $Pb(OH)_2$ yang saling menggumpal (Tahta, 2012).

Berdasarkan penentuan ukuran kristal dari nilai FWHM puncak-puncak pada data yang terdapat pada XRD. Bidang yang memiliki puncak tertinggi, dari grafik diperoleh ukuran kristal pada sampel $Fe_3O_4/PANI$ dengan variasi konsentrasi 1 gram, 2 gram dan 3 gram terhadap waktu kontak 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Dapat dilihat dalam tabel berikut:

Tabel 4.3 Hasil analisis karakterisasi XRD pada $Fe_3O_4/PANI$

No	2 theta (deg)	d (Å)	I/I0	FWHM (rad)
1	30.01	2.9780	330.17	0.1030
2	35.34	2.5399	1000.00	0.1049
3	42.92	2.1071	105.15	0.0572
4	53.33	1.7178	117.51	0.0794
5	56.89	1.6185	203.93	0.2354
6	62.43	1.4875	352.94	0.1003

Berdasarkan data yang diperoleh menunjukkan bahwa *width at half maximum* (FWHM). Semakin kecil nilai FWHM semakin baik kualitas kristal, nilai FWHM yang semakin kecil menunjukkan bahwa atom-atom yang berdekatan semakin

mudah mengatur arah dan panjang ikatannya sendiri. FWHM terkecil pada 0.0572 dengan sudut $2\theta = 42.92$ sedangkan FWHM terbesar yaitu 0.1049 dengan sudut $2\theta = 35.34$.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Setelah dilakukan analisa dan pembahasan terhadap hasil penelitian yang didapatkan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Tingkat pencemaran logam Pb dalam air sungai Ciujung Serang berdasarkan standar belum melebihi batas maksimum sesuai dengan standar baku mutu air baku kelas IV menurut Peraturan Pemerintah (PP) nomor 82 tahun 2001 dan Permenkes Nomor 492 Tahun 2010, kadar Pb yang diperbolehkan berturut-turut yaitu sebesar 0,03 mg/L dan 0,01 mg/L. Diperoleh hasil uji bahwa air sungai Ciujung 0,02 mg/L.
2. Proses adsorpsi air sungai Ciujung yang dilakukan dengan dua variabel bebas yaitu yang pertama konsentrasi adsorben Fe_3O_4 dengan variasi 1 gram, 2 gram, dan 3 gram dengan PANI sebanyak 1 ml, pada masing-masing sampel diperoleh data hasil adsorpsi menggunakan spektrofotometer UV-Vis menunjukkan nilai absorbansi yang bertambah seiring dengan penambahan konsentrasi pada adsorben dan waktu kontak. Banyaknya zat pada waktu 1 jam 0,13, 0,03 dan 0,25 didapatkan hasil yang kurang maksimal, dikarenakan reaksi antara PbCl_2 dan NH_4OH yang membentuk kekeruhan endapan putih $\text{Pb}(\text{OH})_2$.
3. Karakterisasi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) didapatkan bahwa PANI telah berhasil diintegrasikan dengan Fe_3O_4 , pelapisan PANI tidak mengubah struktur kristal partikel Fe_3O_4 . Struktur kristal dan parameter kisi dari sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ yang telah dibuat yaitu memiliki grafik puncak

dengan bilangan indeks miller (220), (311), (400), (422), (511), dan (440) yang terdapat pada No. 1011084. Secara berturut-turut berada pada posisi $2\theta = (30^\circ)$, (35.34°) , (42.92°) , (53.33°) , (56.89°) , dan (62.43°) . Puncak tertinggi berada pada bilangan indeks miller (311) ini menunjukkan fasa yang sama dengan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya dengan hasil yang lebih optimal adalah sebagai berikut:

1. Menambahkan variabel yang mendukung seperti ukuran partikel, suhu dan logam berat yang lain.
2. Melakukan pengujian secara langsung setelah pembuatan adsorben selesai dibuat.

DAFTAR PUSTAKA

- Agen, D., Polivinilalkohol, S., Apriandanu, D. O. B., Wahyuni, S., & Hadisaputro, S. (2013). *Jurnal MIPA*. 36(2), 157–168.
- Al-Zohbi, F., Ghamouss, F., Schmaltz, B., Abarbri, M., Zaghrioui, M., & Tran-Van, F. (2021). Enhanced storage performance of PANI and PANI/graphene composites synthesized in protic ionic liquids. *Materials*, 14(15). <https://doi.org/10.3390/ma14154275>
- Cui, Y., Ge, Q., Liu, X. Y., & Chung, T. S. (2014). Novel forward osmosis process to effectively remove heavy metal ions. *Journal of Membrane Science*, 467, 188–194. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2014.05.034>
- De Fretes, C. E., Sutiknowati, L. I., & Falahudin, D. (2019). Isolasi dan identifikasi bakteri toleran logam berat dari sedimen mangrove di Pengudang dan Tanjung Uban, Pulau Bintan, Indonesia. *Oseanologi Dan Limnologi Di Indonesia*, 4(2), 71. <https://doi.org/10.14203/oldi.2019.v4i2.244>
- Elektrolit, K., Demen, T. A., & Cosaiian, T. A. N. P. E. T. (1998). *Analisis kondisi kualitas perairan polianilin sebagai fungsi konsentrasi elektrolit*.
- Foroutan, R., Esmaili, H., Abbasi, M., Rezakazemi, M., & Mesbah, M. (2018). Adsorption behavior of Cu(II) and Co(II) using chemically modified marine algae. *Environmental Technology (United Kingdom)*, 39(21), 2792–2800. <https://doi.org/10.1080/09593330.2017.1365946>
- Karimullah, R., Elvia, R., & Amir, H. (2018). Penentuan Parameter Adsorpsi Silika Sintetik Dari Cangkang Kelapa Sawit Terhadap Kandungan Ammonium Pada Limbah Cair Tahu. *Alotrop*, 2(1), 66–71. <https://doi.org/10.33369/atp.v2i1.4709>
- Lestari, S. (2010). Pengaruh berat dan waktu kontak untuk adsorpsi Timbal(II) oleh adsorben dari kulit batang jambu biji (*Psidium guava* L.). *Jurnal Kimia Mulawarman*, 8(1), 7–10.
- Liu, C., Xu, J., Liu, C., Zhang, P., & Dai, M. (2009). Heavy metals in the surface sediments in Lanzhou Reach of Yellow River, China. *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 82(1), 26–30.

<https://doi.org/10.1007/s00128-008-9563-x>

- Masrukan, Yulianto, T., & Muchsin, A. (2011). Komparasi Hasil Analisis Komposisi Kimia Di Dalam Paduan U-Zr-Nb Dengan Menggunakan Teknik Comparison Of Results Analysis Of Chemical Composition Of Alloys Inside. *Urania*, 17(3), 152–159.
- Mirabi, A., Dalirandeh, Z., & Rad, A. S. (2015). Preparation of modified magnetic nanoparticles as a sorbent for the preconcentration and determination of cadmium ions in food and environmental water samples prior to flame atomic absorption spectrometry. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 381, 138–144. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.12.071>
- Mirabi, A., Rad, A. S., & Abdollahi, M. (2017). Preparation of Modified MWCNT with Dithiooxamide for Preconcentration and Determination of Trace Amounts of Cobalt Ions in Food and Natural Water Samples. *ChemistrySelect*, 2(16), 4439–4444. <https://doi.org/10.1002/slct.201700521>
- Mirabi, A., Rad, A. S., Divsalar, F., & Karimi-Maleh, H. (2018). Application of SBA-15/Diphenyl Carbazon/SDS Nanocomposite as Solid-Phase Extractor for Simultaneous Determination of Cu(II) and Zn(II) Ions. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 43(7), 3547–3556. <https://doi.org/10.1007/s13369-017-3025-x>
- Mirabi, A., Rad, A. S., Khanjari, Z., & Moradian, M. (2017). Preparation of SBA-15/graphene oxide nanocomposites for preconcentration and determination of trace amounts of rutoside in blood plasma and urine. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 253, 533–541. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2017.06.187>
- Mirabi, A., Shokuhi Rad, A., & Khodadad, H. (2015). Modified surface based on magnetic nanocomposite of dithiooxamide/Fe₃O₄ as a sorbent for preconcentration and determination of trace amounts of copper. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 389, 130–135. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.04.051>
- Murti, S. 2008. Pembuatan Karbon Aktif dari Tongkol Jagung untuk Adsorpsi. Molekul Amonia dan Ion Krom. Universitas Indonesia. Depok.
- Nabi, S. A., Shahadat, M., Shalla, A. H., & Khan, A. M. T. (2011). Removal of Heavy Metals from Synthetic Mixture as well as Pharmaceutical Sample Via Cation Exchange Resin Modified with Rhodamine B: Its Thermodynamic and Kinetic Studies. *Clean - Soil, Air, Water*, 39(12), 1120–1128. <https://doi.org/10.1002/clen.201000314>

- Özcan, A. S., Gök, Ö., & Özcan, A. (2009). Adsorption of lead(II) ions onto 8-hydroxy quinoline-immobilized bentonite. *Journal of Hazardous Materials*, *161*(1), 499–509. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.04.002>
- Peraturan Pemerintah No 20 Tahun 1990. (1990). Peraturan Pemerintah No 20 Tahun 1990 Tentang Pengendalian Pencemaran Air. *Lembaran Negara Republik Indonesia*, *20*.
- Prabowo, A. liberty. (2009). Pembuatan Karbon Aktif Dari Tongkol Serta Aplikasinya Untuk Adsorpsi Cu, Pb dan Amonia. *Skripsi*, 20249741.
- Practice, T. H. E., Gas, O. F., Standards, I. P., Petroleum, F. O. R., & Analysis, M. F. O. R. (1968). *Integrator Waters ' Porapak GC column*. *6*(9), 14–15.
- Qin, J. J., Wai, M. N., Oo, M. H., & Wong, F. S. (2002). A feasibility study on the treatment and recycling of a wastewater from metal plating. *Journal of Membrane Science*, *208*(1–2), 213–221. [https://doi.org/10.1016/S0376-7388\(02\)00263-6](https://doi.org/10.1016/S0376-7388(02)00263-6)
- Rafiei, H. R., Shirvani, M., & Ogunseitan, O. A. (2016). Removal of lead from aqueous solutions by a poly(acrylic acid)/bentonite nanocomposite. *Applied Water Science*, *6*(4), 331–338. <https://doi.org/10.1007/s13201-014-0228-0>
- Raouf MS, A., & Raheim ARM, A. (2016). Removal of Heavy Metals from Industrial Waste Water by Biomass-Based Materials: A Review. *Journal of Pollution Effects & Control*, *05*(01), 1–13. <https://doi.org/10.4172/2375-4397.1000180>
- Sadeghi, M., Rad, A.S., Ardjmand, M., & Mirabi, A. (2018). Preparation of magnetic nanocomposite based on polyaniline/Fe₃O₄ towards removal of lead (II) ions from real samples. *Synthetic Metals*.
- Saputri, C. A. (2020). KAPASITAS ADSORPSI SERBUK NATA DE COCO (BACTERIAL SELLULOSE) TERHADAP ION Pb²⁺ MENGGUNAKAN METODE BATCH. *Jurnal Kimia*, *14*(1), 71. <https://doi.org/10.24843/jchem.2020.v14.i01.p12>
- Setiabudi, A., Hardian, R., & Muzakir, A. (2012). Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia. In *UPI Press* (Vol. 1).

- Skoog D. A. West D. M. & Holler F. J. (1996). *Fundamentals of analytical chemistry* (7th ed.). Saunders College Pub. Retrieved July 17 2023 from <http://catdir.loc.gov/catdir/enhancements/fy1514/95067683-b.html>.
- Tayebi, H. A., Dalirandeh, Z., Shokuhi Rad, A., Mirabi, A., & Binaeian, E. (2016). Synthesis of polyaniline/Fe₃O₄ magnetic nanoparticles for removal of reactive red 198 from textile waste water: kinetic, isotherm, and thermodynamic studies. *Desalination and Water Treatment*, 57(47), 22551–22563. <https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1133323>
- Vatani, Z., & Eisazadeh, H. (2013). Application of Polythiophene Nanocomposite Coated on Polystyrene and Poly(Vinyl Chloride) for Removal of Pb(II) from Aqueous Solution. *Polymer - Plastics Technology and Engineering*, 52(15), 1621–1625. <https://doi.org/10.1080/03602559.2013.828235>
- West A. R. (2014). *Solid state chemistry and its applications* (Second edition student). John Wiley & Sons.
- Wijayanto, S. O., & Bayuseno, A. . (2016). Wijayanto. *Analisis Kegagalan Material Pipa Ferrule Nickel Alloy N06025 Pada Waste Heat Boiler Akibat Suhu Tinggi Berdasarkan Pengujian : Mikrografi Dan Kekerasan*, 2(1), 33–39.
- Wuryanti, D., & Suharyadi, E. (2018). Studi Adsorpsi Logam Co(II), Cu(II), dan Ni(II) Dalam Limbah Cair Buatan Menggunakan Adsorben Nanopartikel Magnetik Fe₃O₄ dan ZnFe₂O₄. *Jurnal Fisika Indonesia*, 20(2), 28. <https://doi.org/10.22146/jfi.27936>

LAMPIRAN A
GAMBAR ALAT DAN BAHAN

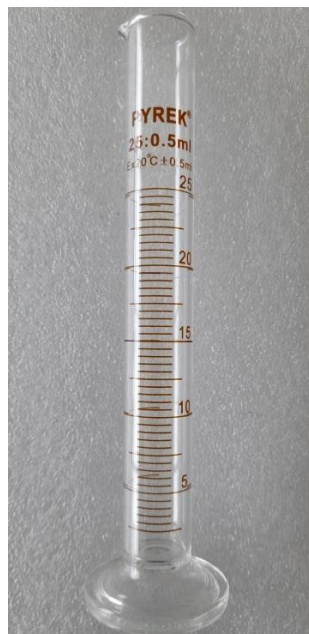
Lampiran A. Gambar alat dan bahan



Gambar A.1 Gelas Beker



Gambar A.2 Labu Ukur



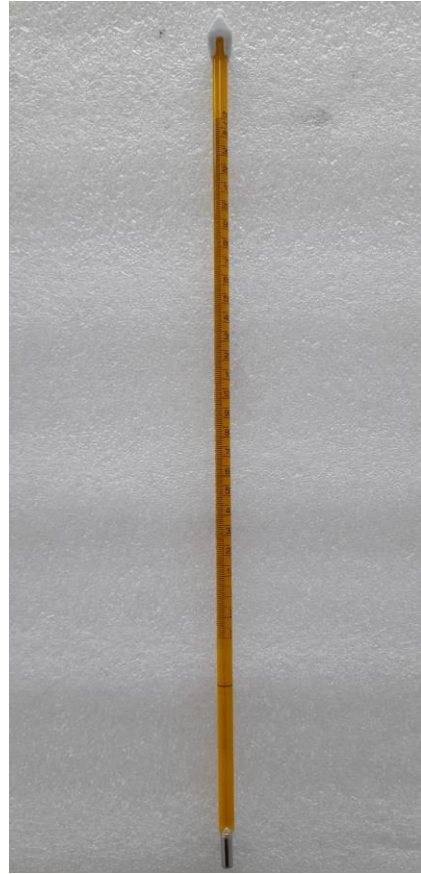
Gambar A.3 Gelas Ukur



Gambar A.4 Corong



Gambar A.5 Pipet Tetes



Gambar A.6 Thermometer



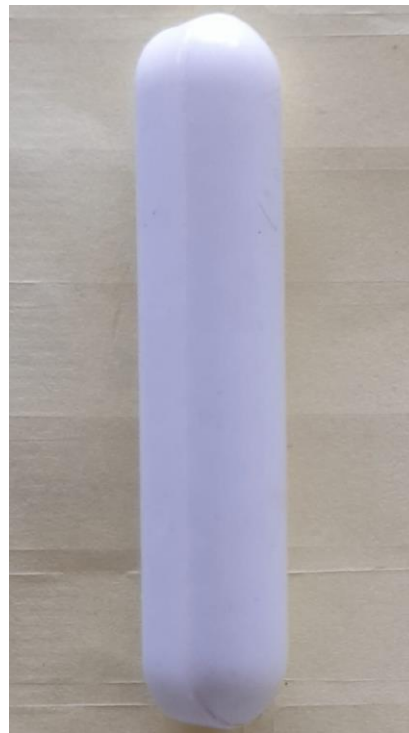
Gambar A.7 Mikropipet



Gambar A.8 Tip Pipet



Gambar A.9 Indikator Universal



Gambar A.10 Magnetik Stirrer



Gambar A.11 Hotplate Stirrer



Gambar A.12 Neraca Digital



Gambar A.13 Magnet Permanen



Gambar A.14 Sarung Tangan

Kimia



Gambar A.15 Wrapping Plastik



Gambar A.16 Wadah Sampel



Gambar A.17 Botol Sampel



Gambar A.18 Spatula



Gambar A.19 Masker



Gambar A.20 Tisu



A.21 Sarung Tangan Karet



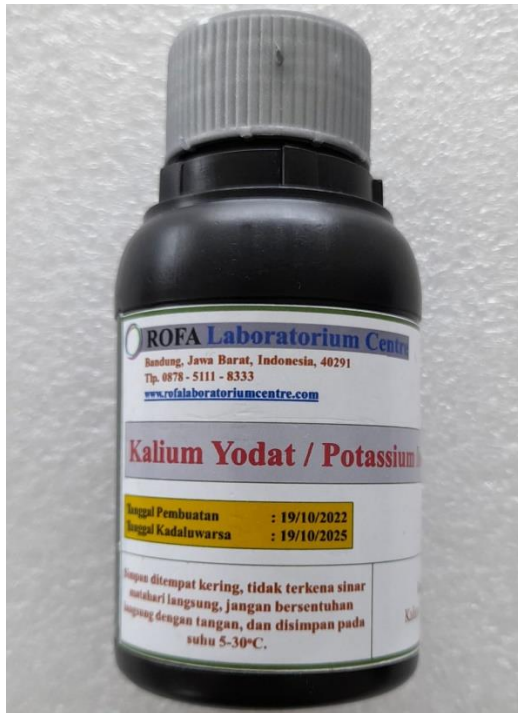
A.22 Spektrometer UV-Vis



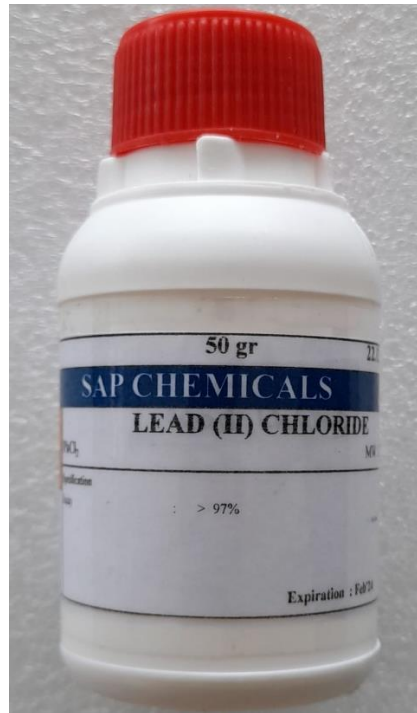
Gambar A.23 NH₄OH



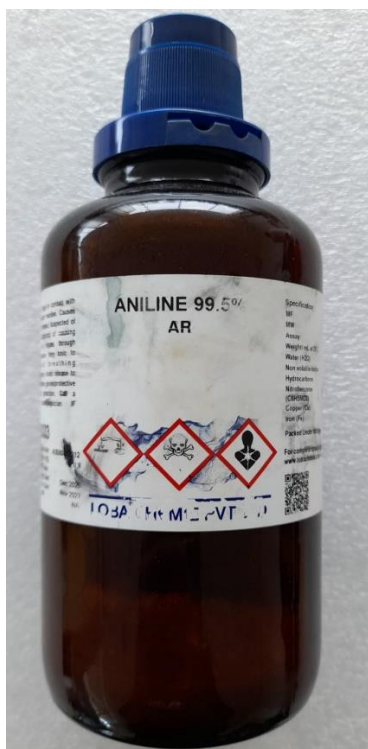
Gambar A.24 Fe₃O₄



Gambar A.25 KIO_3



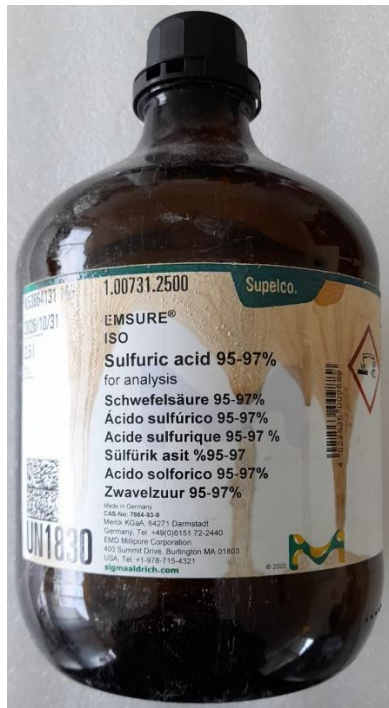
Gambar A.26 Ion Pb



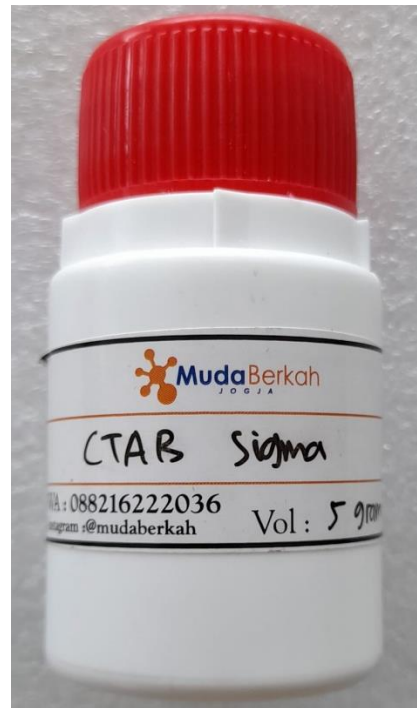
Gambar A.26 Anilin



Gambar A.27 Aquades



Gambar A.28 H₂SO₄



Gambar A.29 CTAB



Gambar A.30 Aseton

LAMPIRAN B
HASIL KARAKTERISASI



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
UNIT LABORATORIUM JASA PENGUJIAN, KALIBRASI DAN SERTIFIKASI

Sertifikat Akreditasi KAN No. LP-156-IDN ; LK-336-IDN ; LSP-030-IDN ; LSHACCP-009-IDN ; LSSMKP-009-IDN
Gedung Pascasarjana Wing Kimia Lantai Dasar, Kampus IPB Baranangsiang, Jl. Pajajaran Bogor 16129
Phone 0251-8319894, 8323571 Website : www.ilab-ipb.org Email : labterpadu@apps.ipb.ac.id



LP-156-IDN
LK-336-IDN

LABORATORY TEST REPORT

Certificate No. : LT-10-23-0451
Customer : HANIF FAUZAN NADIF
Address : Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon,
Banten
Contact Person : Hanif
Issue Date : 10-05-2023

Laporan ini dibuat berdasarkan hasil observasi yang objektif dan independen terhadap sampel pelanggan yang bersifat khusus dan rahasia. Data hasil pengujian, interpretasi dan pendapat-pendapat yang ada di dalamnya mewakili penilaian terbaik Laboratorium Jasa Pengujian, Kalibrasi dan Sertifikasi IPB. Dalam hal penggunaan laporan ini, Laboratorium Jasa Pengujian, Kalibrasi dan Sertifikasi IPB tidak membuat jaminan secara tersirat maupun tersurat dan tidak bertanggung jawab terhadap produktivitas, penelitian, kegiatan operasional ataupun kerugian lainnya yang bersifat material maupun immaterial. Laporan ini tidak diperbolehkan untuk digandakan, kecuali secara utuh keseluruhannya dan atas persetujuan tertulis dari Laboratorium Jasa Pengujian, Kalibrasi dan Sertifikasi IPB. Pemusnahan sampel akan dilakukan 14 hari setelah laporan ini diterima kecuali jika sampel akan diminta kembali.



FR-20.2-LT-1.0

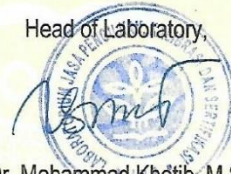
LABORATORY TEST REPORT

Page 1 of 4

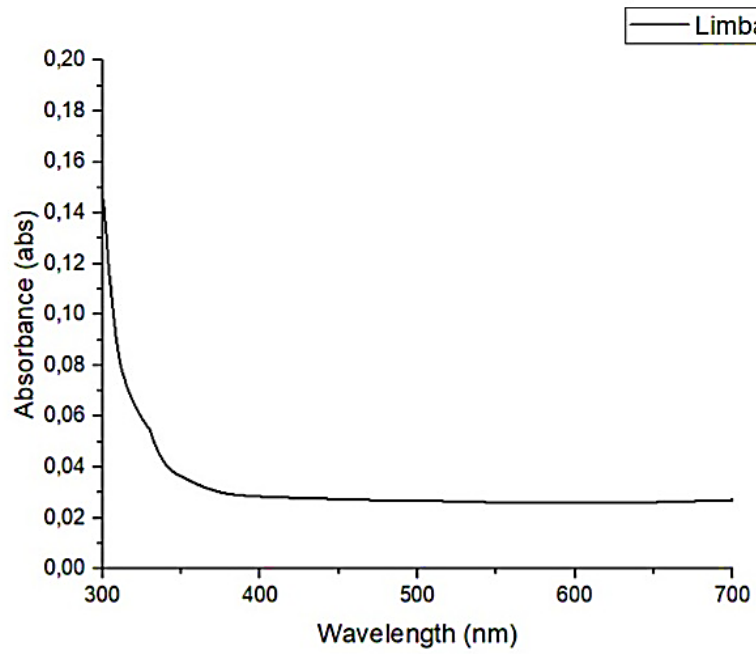
SAMPLE INFORMATION

Certificate No. : LT-10-23-0451
Lab. No. : AU/IV/23/0820-0828
Customer : HANIF FAUZAN NADIF
Contact Person : Hanif
Address : Universitas Sultan Ageng Tirtayasa,
Cilegon, Banten
Sample Matrix : Liquid Material
Sample Number : 9
Test for : Metal Content
Received Date : 03-04-2023
Sampling Date : -
Analysis Date : (03-04-2023)-(10-05-2023)
Issued Date : 10-05-2023

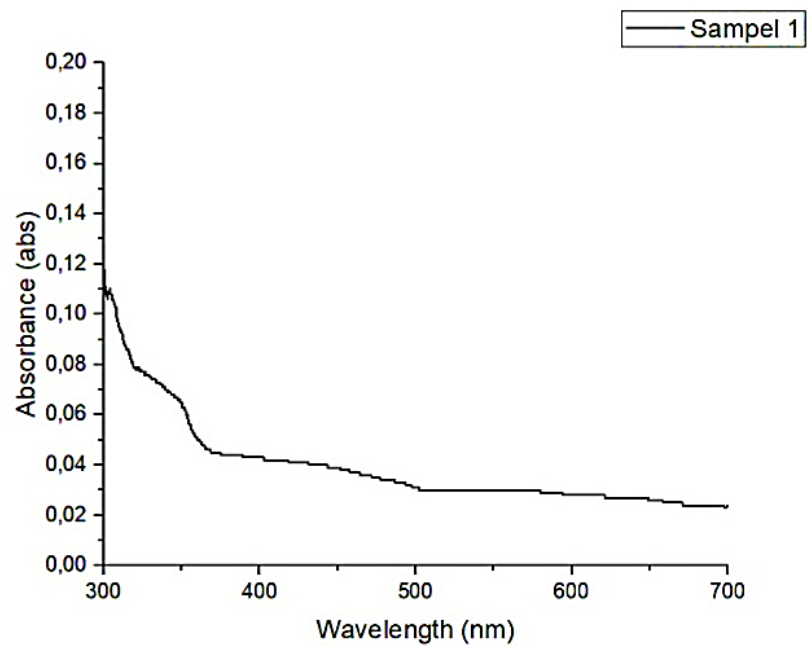
Head of Laboratory,



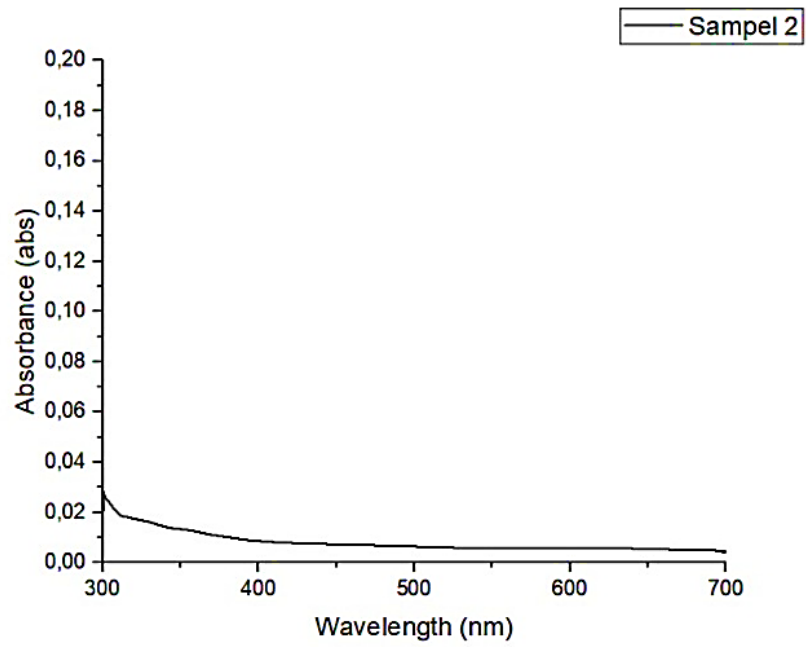
Dr. Mohammad Khótib, M.Si
NIP. 19781018 200701 1 002



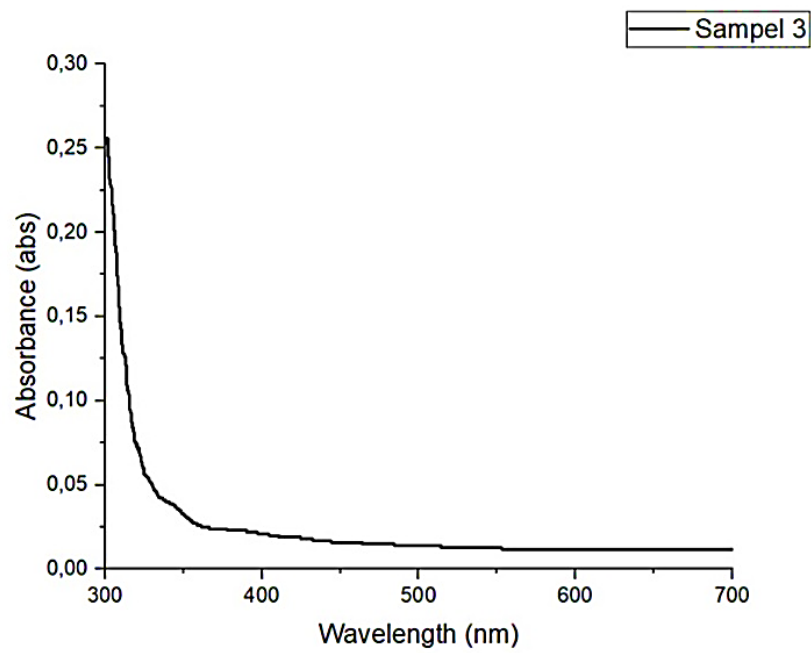
Gambar B.1 Grafik Absorbance Limbah



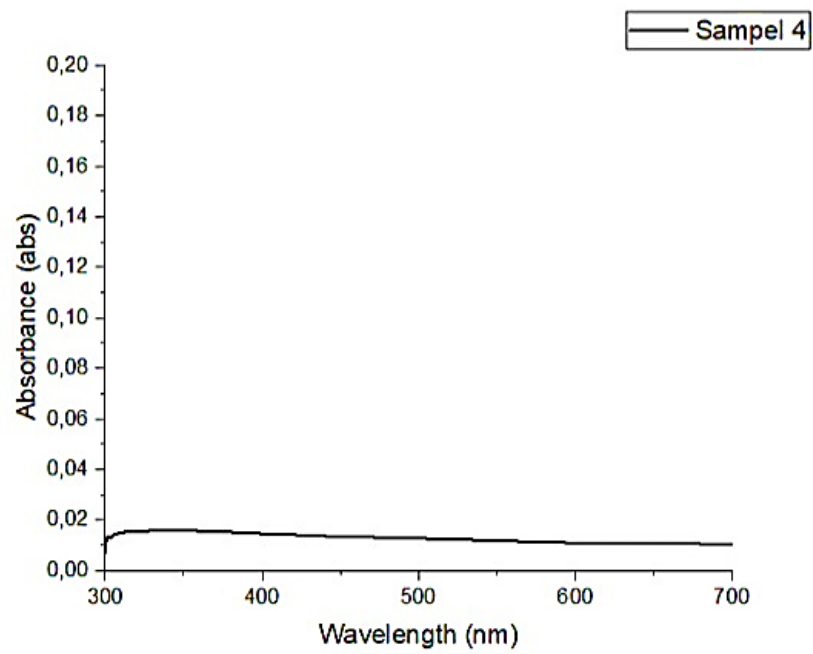
Gambar B.2 Grafik Absorbance Sampel 1



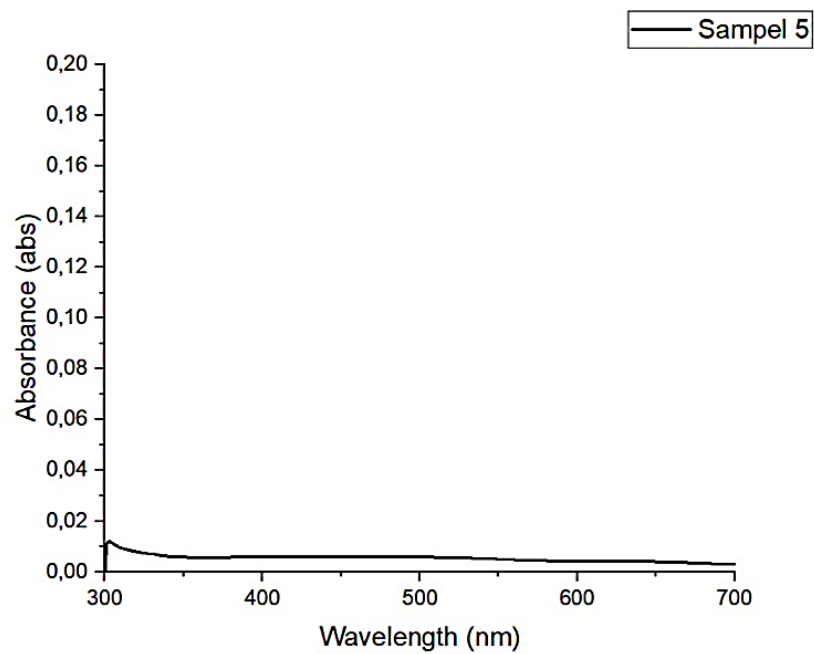
Gambar B.3 Grafik Absorbance Sampel 2



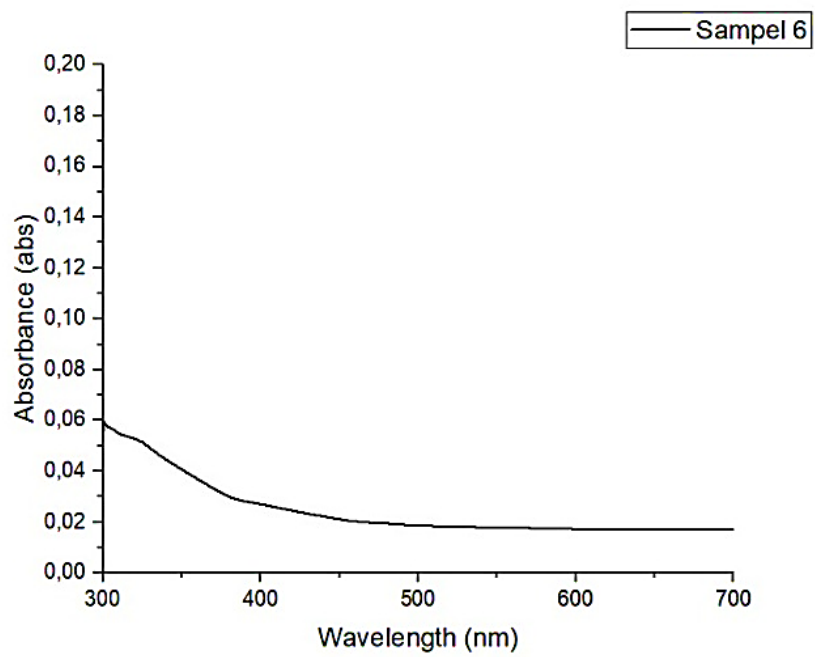
Gambar B.4 Grafik Absorbance Sampel 3



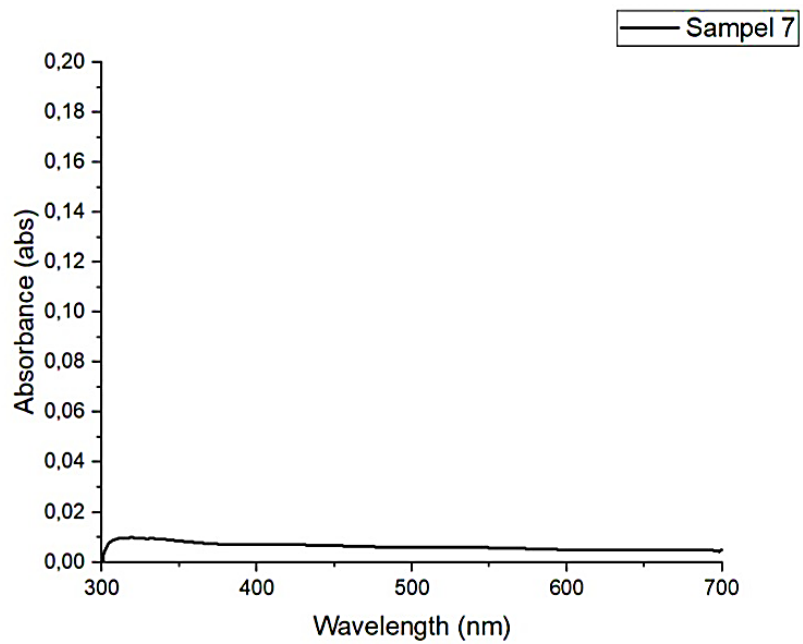
Gambar B.5 Grafik Absorbance Sampel 4



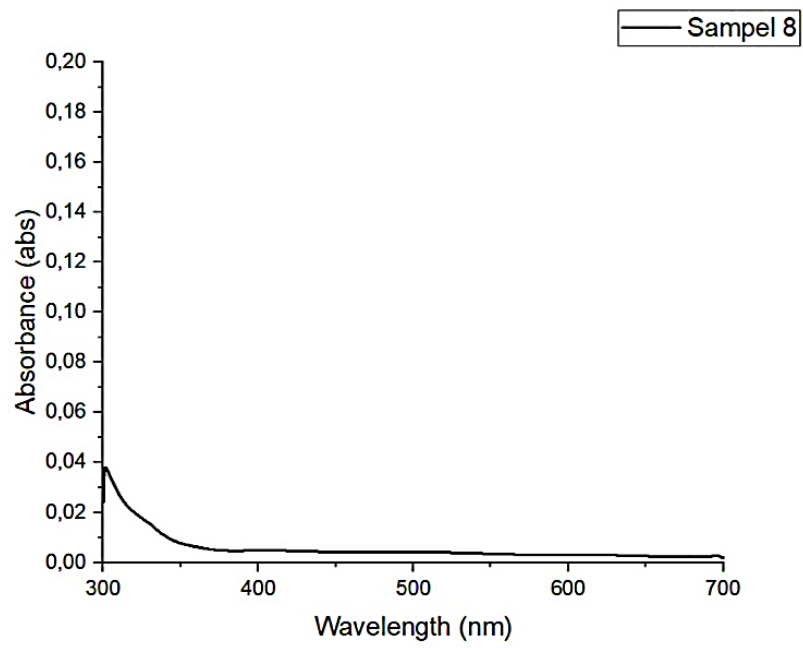
Gambar B.6 Grafik Absorbance Sampel 5



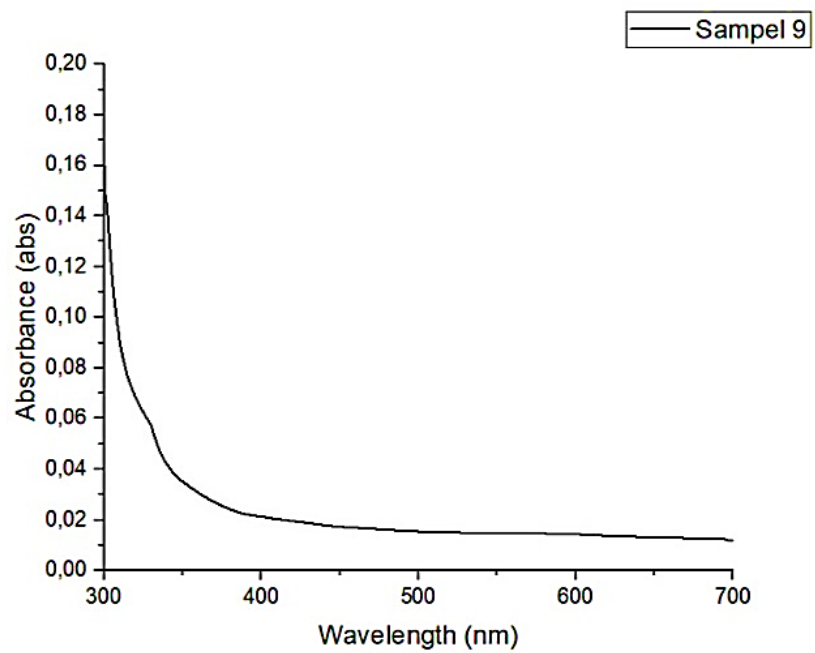
Gambar B.7 Grafik Absorbance Sampel 6



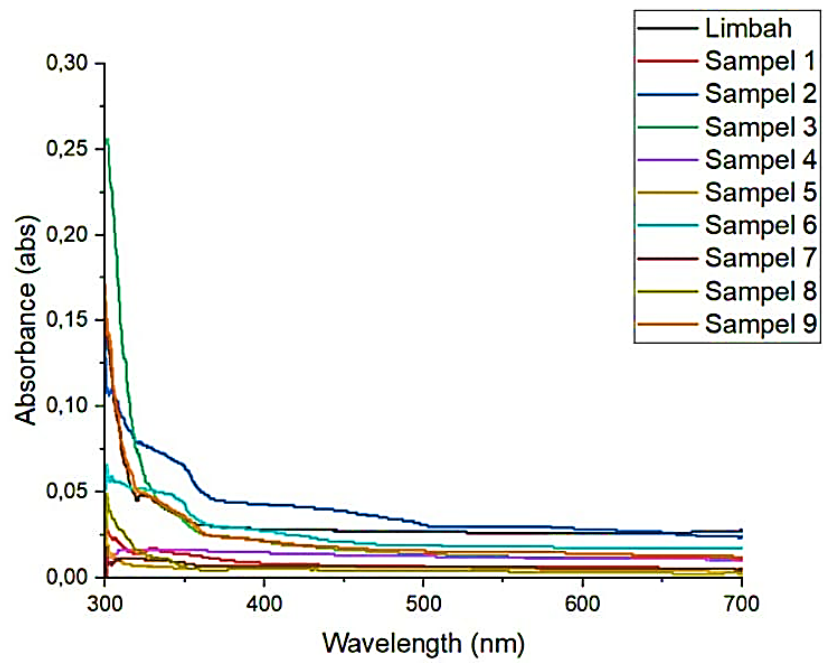
Gambar B.8 Grafik Absorbance Sampel 7



Gambar B.9 Grafik Absorbance Sampel 8



Gambar B.10 Grafik Absorbance Sampel 9



Gambar B.11 Grafik perbandingan absorbansi konsentrasi adsorben

Match! Phase Analysis Report

Sample: 000000-0000 - Converted with PowDLL

Sample Data

File name 2.xrdm
File path C:/Users/Agnes Lavalome S/Downloads/Powder Fe3O4 Pani xrdm
Data collected 2023-07-14T14:52:56+00:00
Data range 15.000° - 99.954°
Original data range 15.000° - 99.954°
Number of points 8906
Step size 0.010
Rietveld refinement converged No
Alpha2 subtracted No
Background subtr. No
Data smoothed No
Radiation X-rays
Wavelength 1.541874 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	100.0	Iron diiron(III) oxide	Fe3 O4
	50.2	Unidentified peak area	

A: Iron diiron(III) oxide (100.0 %)

Formula sum Fe3 O4
Entry number 96-101-0370
Figure-of-Merit (FoM) 0.883189
Total number of peaks 62
Peaks in range 62
Peaks matched 9
Intensity scale factor 0.71
Space group F d -3 m
Crystal system cubic
Unit cell a= 8.3840 Å
I/lc 6.17
Calc. density 5.219 g/cm³
Reference Montoro V, "Miscibilita fra gli ossidi salini di ferro e di manganese", Gazzetta Chimica Italiana **68**, 728-733 (1938)

Search-Match

Settings

Reference database used COD-Inorg REV218120 2019.09.10
Automatic zeropoint adaptation Yes
Minimum figure-of-merit (FoM) 0.60
2theta window for peak corr. 0.30 deg.
Minimum rel. int. for peak corr. 0
Parameter/influence 2theta 0.50
Parameter/influence intensities 0.50
Parameter multiple/single phase(s) 0.50

Selection Criteria

Elements:

Elements that must be present: O, Fe
Elements that must NOT be present: All elements not mentioned above

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	30.01	2.9780	330.17	0.1030	A
2	35.34	2.5399	1000.00	0.1049	A
3	42.92	2.1071	105.15	0.0572	A
4	53.33	1.7178	117.51	0.0794	A
5	56.89	1.6185	203.93	0.2354	A
6	62.43	1.4875	352.94	0.1003	A

Integrated Profile Areas

Based on calculated profile

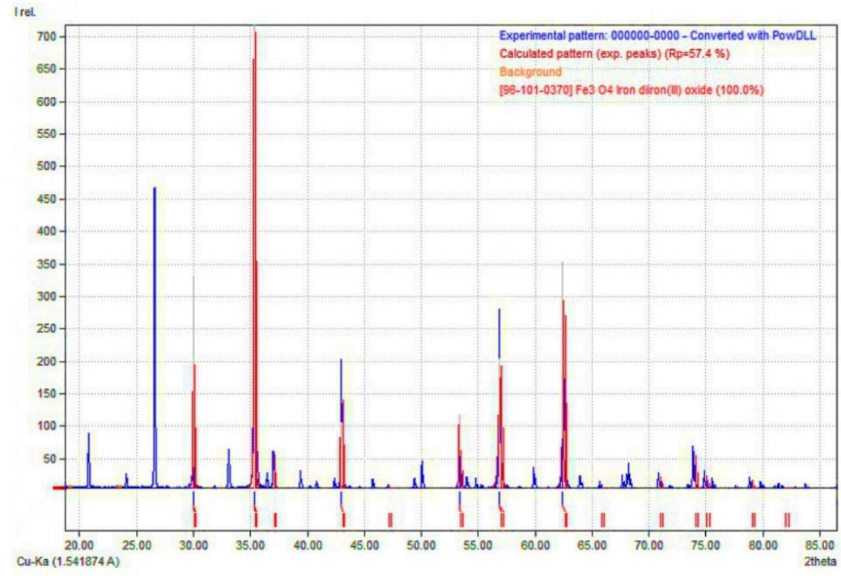
Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	1692337	100.00%
Background radiation	495634	29.29%
Diffraction peaks	1196703	70.71%
Peak area belonging to selected phases	346711	20.49%
Peak area of phase A (Iron diiron(III) oxide)	346711	20.49%
Unidentified peak area	849991	50.23%

Peak Residuals

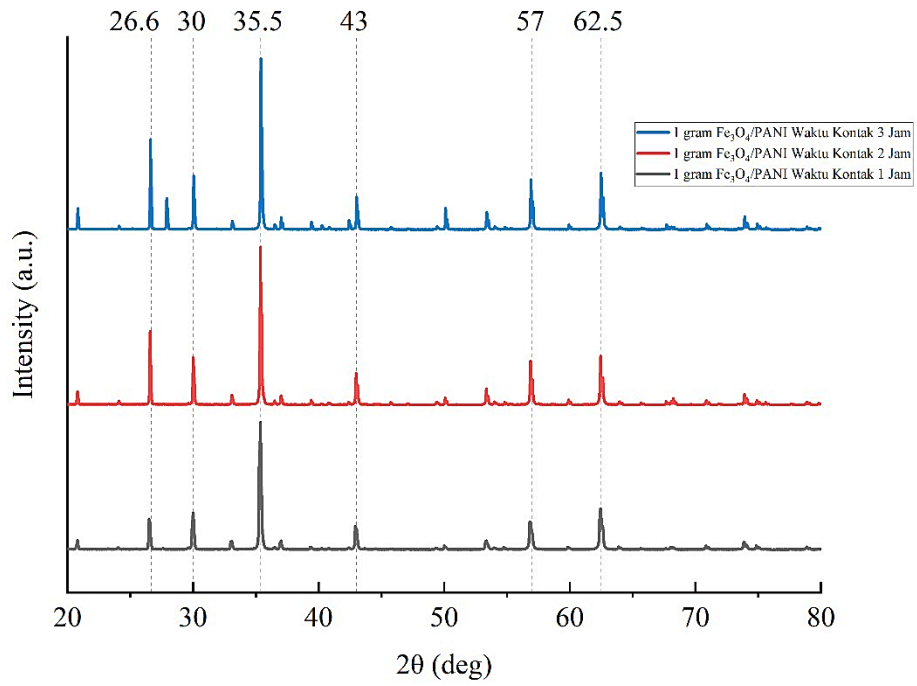
Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	4855	100.00%

Peak intensity belonging to selected phases 4806 98.98%
Unidentified peak intensity 50 1.02%

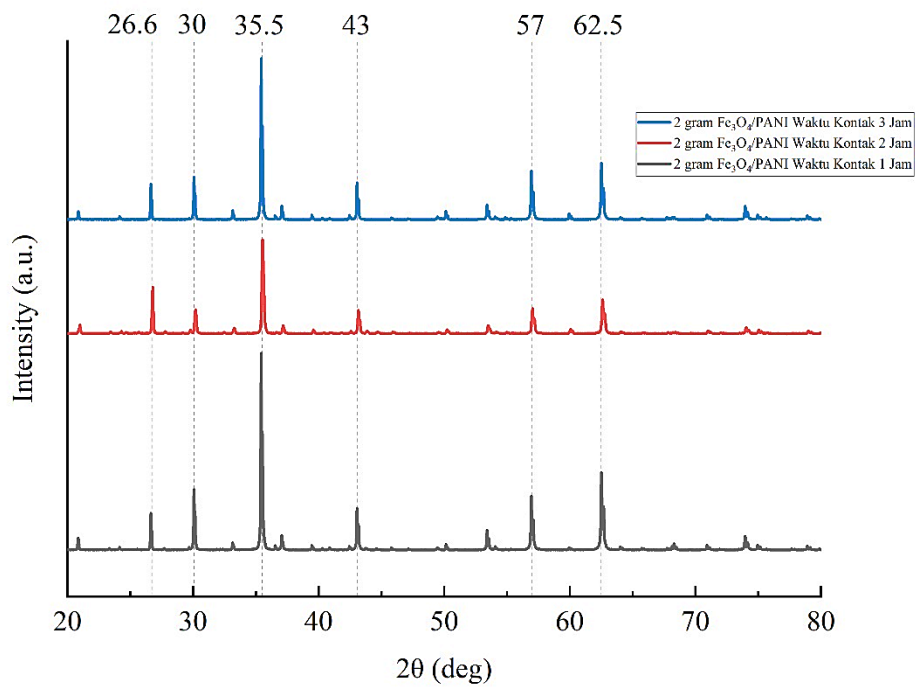
Diffraction Pattern Graphics



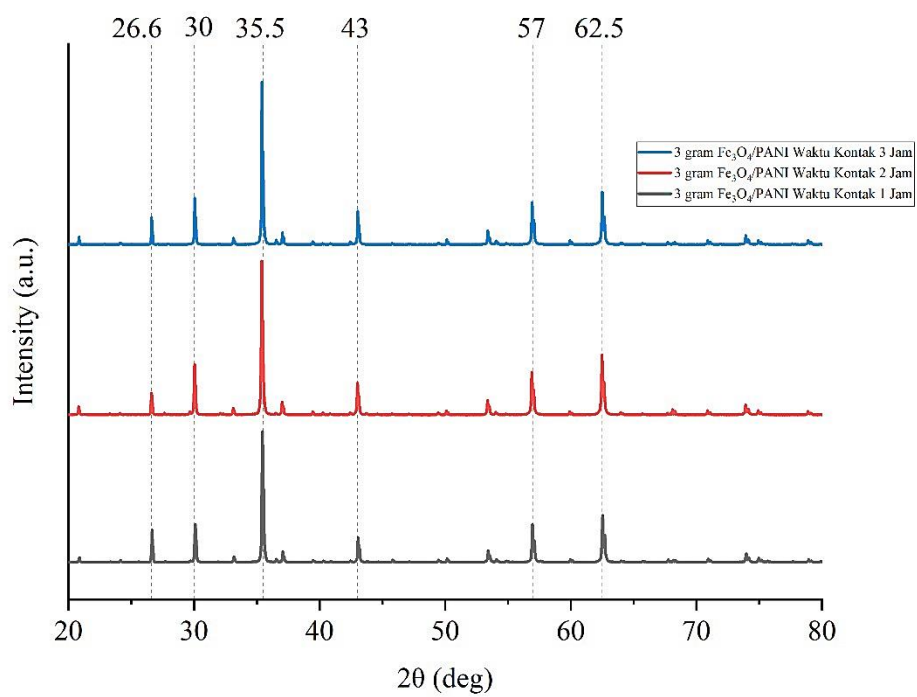
Match! Copyright © 2003-2019 CRYSTAL IMPACT, Bonn, Germany



Puncak XRD 1 gram $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dengan variasi waktu kontak 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.



Puncak XRD 2 gram $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dengan variasi waktu kontak 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.



Puncak XRD 3 gram Fe₃O₄/PANI dengan variasi waktu kontak 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.