PEMANFAATAN Mg/Al HIDROTALSIT-MAGNETIT SEBAGAI ADSORBEN ION KROM

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Mencapai
Gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada Program Studi Kimia
Fakultas Matematikan dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta

Diajukan oleh :

RAYIPUTI NALINGGA
No Mhs : 16612075

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020

PEMANFAATAN Mg/Al HIDROTALSIT-MAGNETIT SEBAGAI ADSORBEN ION KROM

Skripsi

yang diajukan oleh :

RAYIPUTI NALINGGA

No Mhs : 16612075

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal: 22 Desember 2020

Dewan Penguji	Tanda tangan
1. Ika Yanti, S.Si., M.Sc	.....
2. Argo Khoirul Anas, S.Si., M.Sc	.....
3. Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D	.....
4. Imam Sahroni, S.Si., M.Sc	.....

Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	: Rayiputi Nalingga
NIM	: 16612075
Program Studi	: Kimia
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya dengan judul Pemanfaatan Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Ion Krom bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggungjawab.

Yogyakarta, 22 Desember 2020

Yang menyatakan,

Rayiputi Nalingga
NIM. 16612075

KATA PENGANTAR

بسم الله الرحمن الرحيم

Assalamu' alaikum Warahmatullaahi Wabarakaatuh

Alhamdulillahirabbil' alamin, puji syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **"Pemanfaatan Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit Sebagai Adsorben Ion Krom"** sesuai dengan harapan. Shalawat serta salam tak lupa kita hanturkan untuk junjungan kita, Baginda Rasul Muhammad SAW yang telah membawa kita dari zaman kegelapan sampai zaman yang terang benderang seperti saat ini.

Skripsi ini dapat diselesaikan dengan dukungan, bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Allah SWT karena atas segala berkah dan rahmatnya penulis masih diberikan kesabaran dan kemampuan untuk dapat menyelesaikan skripsi ini.
2. Bapak Fathul Wahid S.T., M.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Prof. Riyanto, Ph.D, sekalu Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Ibu Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Bapak Dr. Dwiarso Rubiyanto, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
6. Ibu Ika Yanti, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing I dan Bapak Argo Khoirul Anas, S.Si., M.Sc selaku Dosen Pembimbing II Skripsi yang telah memberikan bimbingan, doa dan dukungannya dengan penuh kesabaran selama saya membuat skripsi ini.
7. Seluruh Dosen Kimia, Staf Pengajar, Laboran, dan Karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

8. Ayah, Mama, Hibran, Abi dan Arya atas kasih sayang, dukungan secara material dan spiritual sehingga saya dapat menyusun skirpsi ini dengan sangat ikhlas demi membahagiakan kalian yang menanti saya pulang ke rumah dengan cepat.
9. Saya sendiri, Rayiputi Nalingga, terima kasih karena telah berjuang untuk menyelesaikan skripsi ini.
10. Teman-teman seperjuangan, Rizqy Fadhiel Azzamy, Siwi Haryu Pramesti dan Shabrina Rahmantia selaku teman curhat saya dari bangku sekolah sampai saat ini, teman *sambat* saya yang tergabung dalam grup "*Limbah Cabe Siyalan*" yang selalu memberikan sindiran kerasnya agar saya cepat menyelesaikan skripsi ini, teman-teman Kimia B 2016 yang sudah menemani saya berjuang dari semester 1 sampai semester 6 serta teman-teman saya yang lainnya yang jika saya tuliskan semua namanya disini tidak akan cukup, terima kasih, maaf dan sampai jumpa kembali di lain waktu.
11. Berbagai pihak lain yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari masih terdapat banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak. Akhir kata dengan segala harapan dan doa semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak. *Aamiin ya Robbal'alamin*.

Wassalamualaikum, Wr. Wb.

Yogyakarta, Desember 2020

Rayiputi Nalingga

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
LEMBAR PENGESAHAN ii
KATA PENGANTAR iv
DAFTAR ISI vi
DAFTAR GAMBAR ix
DAFTAR TABEL x
INTISARI xi
ABSTRACT xii
BAB I PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 2
1.3 Tujuan Penelitian 2
1.4 Manfaat Penelitian 3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA 4
BAB III DASAR TEORI 7
3.1 Magnetit 7
3.2 Hidrotalsit 7
3.3 Hidrotalsit Magnetit 10
3.4 Spektrofotometer Serapan Atom 11
3.5 *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) 11
3.6 X-Ray Difraction (XRD) 13
3.7 Adsorpsi 14
3.8 Kinetika Adsorpsi 16
3.8.1 Kinetika Pseudo Orde Satu Lagergren 17
3.8.2 Kinetika Pseudo Orde Dua Ho 17
3.9 Isoterm Adsorpsi 18
3.9.1 Isoterm Adsorpsi Langmuir 18
3.9.2 Isoterm Adsorpsi Freundlich 19

3.10 Kromium 19
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN 21
4.1 Alat dan Bahan 21
4.2 Prosedur Kerja 21
4.2.1 Sintesis dan Karakterisasi Fe_3O_4 (Magnetit) 21
4.2.2 Sintesis dan Karakterisasi Mg/Al Hidrotalsit 22
4.2.3 Sintesis dan Karakterisasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit 22
4.2.4 Pembuatan Larutan Krom 23
4.2.5 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Waktu Adsorpsi 23
4.2.6 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Konsentrasi Limbah 23
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN 25
5.1 Proses Sintesis Fe_3O_4 (Magnetit) 25
5.2 Proses Sintesis Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit 25
5.3 Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR 27
5.3.1 Magnetit 27
5.3.2 Hidrotalsit Magnetit 28
5.4 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD 30
5.4.1 Magnetit 30
5.4.2 Hidrotalsit Magnetit 31
5.5 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Waktu Adsorpsi 32
5.5.1 Penentuan Waktu Optimum 32
5.5.2 Kinetika Adsorpsi 34
5.6 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Konsentrasi Adsorpsi 35
5.6.1 Penentuan Konsentrasi Optimum 35
5.6.2 Isoterm Adsorpsi 36
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN 39
6.1 Kesimpulan 39
6.2 Saran 39

DAFTAR PUSTAKA 40
LAMPIRAN 45
Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan 45
1.1 Pembuatan NH_3 5 M 45
1.2 Pembuatan Larutan NaOH 1 M 46
1.3 Pembuatan Limbah Krom 1470 mg/L 46
1.4 Pembuatan Larutan Kerja Variasi Waktu 47
1.5 Pembuatan Larutan Kerja Variasi Konsentrasi 47
Lampiran 2. Analisis Data 50
2.1 Kurva Kalibrasi Standar 50
Lampiran 3. Kinetika Adsorpsi 51
3.1 Penentuan Orde Reaksi 51
3.2 Penentuan Waktu Optimum 55
Lampiran 4. Isoterm Adsorpsi 56
4.1 Penentuan Tipe Isoterm Adsorpsi 56

DAFTAR GAMBAR

Gambar 3.1 Struktur: a. Tipe brucite; b. Hidrotalsit; c. Komposisi atom (Cavani.. 8
dkk., 1991)..... 8
Gambar 3.2 Struktur senyawa brucite..... 8
Gambar 3.3 Skema struktur senyawa hidrotalsit (Murphy dkk., 2004)..... 9
Gambar 3.4 Spektra FTIR, Mg/Al/$FeNO_3$ hidrotalsit hasil sintesis (Safitri dkk., 2019)..... 12
Gambar 3.5 Difraktogram Mg/Al/$FeNO_3$ Hidrotalsit (Safitri dkk., 2019) 13
Gambar 3.6 Gambar adsorpsi dan desorpsi (Ferdinan, 2008)..... 15
Gambar 5.1 Interaksi elekstrostatik antara ion Cr(VI) dengan hidrotalsit magnetit (Xiao dkk., 2013) 27
Gambar 5.2 Spektra FTIR Fe_3O_4 hasil sintesis..... 28
Gambar 5.3 Spektra FTIR (a) Hidrotalsit dan (b) Hidrotalsit-Magnetit..... 29
Gambar 5.4 Pola difraksi Fe_3O_4 hasil sintesis..... 30
Gambar 5.5 Pola difraksi (a) Hidrotalsit dan (b) Hidrotlsit-Magnetit hasil sintesis 31
Gambar 5.6 Kurva ion Cr yang teradsorpsi dengan variasi waktu kontak..... 33
Gambar 5.7 Kurva ion Cr yang teradsorpsi dengan variasi konsentrasi 36

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Baku Mutu Air Limbah Industri Penyamakan Kulit (Perda DIY No 7 Tahun 2016) 5
Tabel 5.1 Ukuran partikel Fe_3O_4 hasil sintesis 31
Tabel 5.2 Hasil XRD Hidrotalsit dan Hidrotalsit Magnetit hasil sintesis 32
Tabel 5.3 Perbandingan waktu optimum hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit 34
Tabel 5.4 Kinetika adsorpsi sampel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit 35
Tabel 5.5 Perbandingan tipe isoterm adsorpsi 37

PEMANFAATAN Mg/Al HIDROTALSIT-MAGNETIT SEBAGAI ADSORBEN ION KROM

RAYIPUTI NALINGGA
(16612075)

INTISARI

Keberadaan kromium dengan kadar di atas ambang batas dalam limbah cair dapat menyebabkan pencemaran lingkungan sehingga perlu dilakukan pemurnian terhadap kromium sebelum di buang ke lingkungan. Salah satu metode pemurnian yang dapat dilakukan adalah adsorpsi menggunakan hidrotalsit magnetit karena memiliki potensi sebagai adsorben. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan waktu optimum, konsentrasi optimum, kinetika adsorpsi meliputi orde reaksi dan model isoterm adsorpsi. Sintesis hidrotalsit magnetit dilakukan dengan metode kopresipitasi dan dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD. Hasil menunjukkan senyawa yang terbentuk memiliki karakterisasi yang sesuai dengan hidrotalsit dan hidrotalsit megnetit berdasarkan kemiripan spektrum FTIR dan difraktogram XRD sampel dengan referensi. Hidrotalsit magnetit memiliki waktu optimum 30 menit, konsentrasi optimum 1029 ppm, kinetika adsorpsi mengikuti pseudo orde 2 dengan isoterm adsorpsi mengikuti Freundlich.

Kata Kunci: Hidrotalsit Magnetit, Adsorpsi, Kinetika, Isoterm, Kromium

UTILIZATION OF MAGNETITE Mg/Al HYDROTALSITE AS CHROME ION ADSORBENTS

RAYIPUTI NALINGGA
(16612075)

ABSTRACT

The presence of chromium with levels above the threshold level in liquid waste can cause environmental pollution, so it is necessary to purify chromium before it is disposed of into the environment. One of the purification methods that can be done is adsorption using hydrotalcite magnetite because it has the potential as an adsorbent. This study aims to determine the optimum time, optimum concentration, adsorption kinetics including reaction order and adsorption isotherm model. The synthesis of hydrotalcite and magnetite hydrotalcite was carried out by the coprecipitation method and characterized using FTIR and XRD. The results showed that the compounds formed had the appropriate characterization with hydrotalcite and megnetite hydrotalcite based on the similarity of the FTIR spectrum and the XRD diffractogram of the sample with reference. Magnetite hydrotalcite has an optimum time of 30 minutes, the optimum concentration is 1029 ppm, the adsorption kinetics follows the second-order pseudo with the adsorption isotherm following Freundlich.

Keywords: Magnetite Hydrotalcite, Adsorption, Kinetics, Isotherm, Chromium

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sektor industri diketahui banyak menggunakan logam krom untuk menunjang kebutuhan bahan baku, misal pada industri penyamakan kulit, industri logam, industri zat warna dan cat serta berbagai sektor lainnya. Penggunaan krom tersebut tidak lepas dari hasil samping berupa buangan limbah yang dapat merusak lingkungan. Krom merupakan logam berat yang memiliki dampak bahaya cukup besar (Kustiani, 2005). Menurut Susilaningsih (1992) ada dua bentuk krom yaitu Cr(III) atau krom trivalen dan Cr(VI) atau krom heksavalen. Krom heksavalen memiliki sifat lebih toksik dibandingkan krom trivalen, hal ini disebabkan karena sifatnya yang mudah larut dalam air dan membentuk oksianion divalen yaitu kromat (CrO_4^{2-}) dan dikromat ($Cr_2O_7^{2-}$). Oksigen yang larut dalam air dapat mengoksidasi Cr(III) menjadi Cr(VI) dengan lambat pada temperatur kamar. Kromium memiliki batas maksimum dalam air minum sebesar 0,05 mg/L, jika konsentrasi kromium melebihi batas maksimum tersebut dapat menyebabkan kematian. Selain itu, toksisitas kromium juga dapat menyebabkan kanker paru-paru, merusak selaput tipis hidung dan luka bernanah kronis (Kustiani, 2005).

Kromium (Cr) merupakan logam pasif berwarna putih perak dan jika dalam keadaan murninya bentuknya lembek. Kromium memiliki nomor atom 24 dan massa atom relatif 51,996 gram/mol, titik didih 2665 ^oC, titik leleh 1875 ^oC dan jari-jari atom 128 pm (Sugiyarto, 2003). Salah satu sektor limbah cair penyamakan kulit yang menghasilkan senyawa krom, menggunakan senyawa kromium sulfat antara 60% sampai 70% dalam bentuk larutan krom sulfat, dimana tidak semuanya dapat terserap oleh kulit pada proses penyamakan, sehingga sisanya dikeluarkan dalam bentuk cairan sebagai limbah cair. Keberadaan krom dengan kadar di atas ambang batas dalam limbah cair dapat menyebabkan pencemaran lingkungan (Wahyuningtyas dan Nursetyati, 2001).

Salah satu material yang berpotensi sebagai adsorben untuk mengurangi logam Cr pada limbah adalah hidrotalsit. Hidrotalsit adalah senyawa yang terdiri

dari logam divalen dan trivalen, contohnya adalah logam Mg dan Al (Seftel dkk., 2006). Hidrotalsit menjadi salah satu mineral yang prospektif, menarik dan menjanjikan, karena dapat berguna dalam berbagai aplikasi (Tong dkk., 2003). Selain itu, hidrotalsit banyak diaplikasikan sebagai katalis, penukar ion, padatan pendukung katalis, penstabil dan adsorben (Kloprogge dkk., 2002). Kelebihan material hidrotalsit yaitu mudah dipreparasi dan murah, memiliki luas permukaan tinggi, mudah dipisahkan dari produk hasil reaksi, memungkinkan untuk diregenerasi dan meminimalkan limbah hasil reaksi (Cavani dkk., 1991).

Hidrotalsit mempunyai keunggulan yang baik untuk memisahkan partikel-partikel koloid dengan ukuran yang sangat halus pada perairan, sehingga dapat digunakan untuk proses pengolahan limbah cair. Namun demikian, hidrotalsit membuthkan waktu yang relatif lama untuk memisahkan partikel-partikel koloid, sehingga diperlukan modifikasi terhadap hidrotalsit (Wasis, 2013) dengan magnetit yang memiliki sifat magnet untuk memudahkan pemisahannya (Teja dan Koh, 2008). Sejalan dengan hal itu, Ardhayanti (2014) mengatakan bahwa kemamapuan adsorbsi hidrotalsit disebabkan karena bertambahnya situs aktif dari magnetit. Selain itu, adanya magnetit di permukaan hidrotalsit juga meningkatkan luas permukaan spesifik da mempengaruhi keseragaman diameter pori (Sulistyaningsih dkk., 2013) sehingga, penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan kemampuan adsorbsi hidrotalsit magnetit.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana karakterisasi material hidrotalsit magnetit hasil sintesis dengan menggunakan FTIR dan XRD?
2. Bagaimana kinetika adsorpsi dan isoterm adsorpsi kromium dengan hidrotalsit magnetit?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui karakter material hasil sintesis menggunakan FTIR dan XRD.

2. Mengetahui kinetika adsorpsi dan isoterm adsorpsi kromium dengan hidrotaslsit magnetit.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitiam ini adalah:

1. Memberikan informasi tentang karakterisasi hidrotalsit dari hasil sintesis.
2. Memberikan informasi tentang aplikasi hidrotalsit pada limbah krom.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

Industri penyamakan kulit merupakan salah satu industri penyumbang limbah cair dalam kuantitas yang besar. Pada proses operasional penyamakan kulit, 1 ton kulit basah diperlukan air ± 40 m^3 yang selanjutnya akan menjadi limbah dan dibuang ke badan air yang sudah tercampur dengan bahan kimia lainnya selama proses operasional (Paul dkk., 2013). Salah satu bahan kimia berbahaya yang diperoleh dari penyamakan kulit ini adalah kromium yang dapat masuk kedalam lingkungan akuatik (Pawlisz dkk., 1993).

Menurut Peraturan Daerah Istimewa Yogyakarta No. 7 tahun 2016 limbah cair adalah sisa dari suatu usaha dan/atau kegiatan yang berwujud air. Limbah cair (penyamakan kulit) merupakan sisa dari suatu usaha dan/atau kegiatan yang berwujud cair dari aktivitas industri penyamakan kulit. Karakteristik pada limbah industri penyamakan kulit umumnya memiliki kandungan sulfida yang terbilang tinggi, pH berkisar antara 3 – 12, berbusa pada *influent*, kandungan bahan organik yang tinggi, kandungan padatan tersuspensi (*Total Suspended Solid*) yang tinggi, kadungan warna yang pekat dan memiliki bau busuk (Setiyono, 2014).

Pemerintah memiliki 2 regulasi yang diperbolehkan untuk kualitas air limbah yang akan dibuang ke badan air yaitu Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah dan Peraturan Daerah Daerah Istimewa Yogyakarta Nomor 7 Tahun 2016 tantang Baku Mutu Air Limbah. Regulasi ini dibuat agar kualitas air limbah yang dibuang ke badan air tidak mencemari lingkungan. Regulasi untuk kualitas limbah tersebut juga mewajibkan pemilik usaha agar mematuhi standar kualitas air limbah sebelum dibuang ke badan air. Berikut ini baku mutu air limbah khususnya industri penyamakan kulit tersaji pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Baku Mutu Air Limbah Industri Penyamakan Kulit (Perda DIY No 7 Tahun 2016)

Parameter	Proses Penyamakan Kulit Menggunakan Krom		Proses Penyamakan Kulit Menggunakan Daun-Daunan	
	Kadar Paling Tinggi (mg/L)	Beban Pencemaran Paling Tinggi (kg/ton)	Kadar Paling Tinggi (mg/L)	Beban Pencemaran Paling Tinggi (kg/ton)
BOD	50	2	70	2,8
COD	110	4,4	180	7,2
TSS	50	2	50	2
Kromium Total	0,5	0,02	0,1	0,004
Minyak dan Lemak	5	0,2	5	0,2
Nitrogen Total	10	0,4	15	0,6
Amonia Total	0,5	0,02	0,5	0,02
Sulfida	0,8	0,02	0,5	0,02
TDS	2000	80	2000	80
Suhu	±3 ºC terhadap suhu udara		±3 ºC terhadap suhu udara	
Ph	6 – 9		6 – 9	
Debit limbah paling tinggi	40 m^3 per ton bahan baku		40 m^3 per ton bahan baku	

Seiring berkembangnya teknologi pengolahan air limbah, hidrotalsit menjadi salah satu material yang banyak diaplikasikan sebagai adsorben logam berat seperti Pb(II) (Setshedi dkk., 2012), Se(IV) (Yang dkk., 2005), dan Cr(VI) (Kurniawati dkk., 2014). Dari hasil penelitian tersebut, hidrotalsit dapat mengikat kontaminan anionik dari air.

Hidrotalsit dapat disintesis dengan beberapa metode, diantaranya sintesis hidrotermal, elektrokimia, rekontruksi struktural, dan kopresipitasi atau pengendapan (Hickey dkk., 2000). Oh dkk (2002) telah melakukan sintesis Mg/Al hidrotalsit dengan metode kopresipitasi, dengan cara dicampurkan larutan yang mengandung sumber kation magensium dari [$Mg(NO_3)_2$] dan alumunium dari

[$Al(NO_3)_3$] dengan anionnya berupa larutan yang mengandung sumber karbonat, selanjutnya di sintesis pada pH 10-13 sampai terbentuk padatan (gel). Sementara itu, Heraldy dkk (2006) juga mensintesis Mg/Al Hidrotalsit dengan rasio mol Mg/Al 2,0 ; 2,5 dan 3,0 dari magnesium klorida dan alumunium klorida yang dicampurkan dengan metode kopresipitasi secara langsung. Sintesis hidrotalsit dengan anion intralayer berupa CO_3^{2-} dengan pengendapan larutan magnesium dan alumunium yang menghasilkan suatu Mg/Al Hidrotalsit merupakan sintesis yang paling sering dilakukan. Karbonat yang siap bergabung dan terikat dengan kuat di dalam daerah intralayer merupakan salah satu cara yang disukai karena tidak perlu mencegah adanya kontaminasi dan karbon dioksida dioksida (Newman dkk., 1998). Cara sintesis ini dapat mengendapkan semua kation secara simultan dalam rasio mol sesuai dengan rasio mol larutan awalnya. Semakin berukurangnya nilai rasio mol Mg/Al hidrotalsit maka akan semakin tinggi kemurnian senyawa Mg/Al hidrotalsit (Heraldy dkk., 2006).

Kapasitas penyerapan zat warna pada hidrotalsit cukup tinggi, namun efesiensi pemisahan dalam larutan masih rendah. Sementara itu, teknologi magnetik saat ini banyak menarik perhatian karena prosedur ini mampu memisahkan dengan mudah dan efesien dengan menggunakan magnet eksternal saja. Dengan demikian, kombinasi dari magnetit dan hidrotalsit telah dikembangkan untuk meningkatkan pemisahan dan pendispersian kembali adsorben dalam larutan (Chen dkk., 2012).

Chang dkk (2011) telah melakukan penelitian nanopartikel besi oksida yang dimodifikasi dengan hidrotalsit. Sedangkan Wang dkk (2009) melakukan sintesis magnetit hidrotalsit dengan dispersi substrat magnet dalam matriks hidrotalsit dan substrat yang paling disukai adalah magnetit (Fe_3O_4) dan magnesium ferit ($MgFe_2O_4$). Magnetit hidrotalsit dapat disintesis dengan beberapa metode diantaranya secara ultrasonik dan kopresipitasi (Wang dkk., 2009), pengembangan *mechannochemical* dengan dua langkah penggilingan (Zang dan Fang, 2007), serta secara sonokimia dan mekanik yang didapatkan pendispersian partikel-partikel magnetit yang homogen dalam struktur hidrotalsit (Cang dkk., 2011).

BAB III
DASAR TEORI

3.1 Magnetit

Magnetit merupakan salah satu oksida besi selain maghemit dan hermatit yang menunjukkan kemagnetan paling kuat diantara oksida-oaksida besi yang lain, sehingga banyak dimanfaatkan di berbagai bidang (Teja dan Koh, 2008). Nanopartikel magnetit mempunyai banyak kegunaan diantaranya sebagai penghantar obat, diagnosis MRI untuk kesehatan, materi rekaman dan katalis, digunakan juga dalam bidang lingkungan, dan lain-lain. Dalam bidang kimia, fisika dan ilmu material, nanopartikel besi oksida memiliki peran sangat penting. Salah satu nanopartikel magnetit adalah Fe_3O_4. Nanopartikel Fe_3O_4 memiliki berbagai cara untuk dipersiapkan yang telah dilaporkan dalam berbagai jurnal, seperti ultrasonik dan impregnasi, penggilingan dan menggunakan ekstrak daun *Tridax procumbens* (Hariani dkk., 2013).

Dalam perkembangannya, sintesis nanopartikel magnetik dapat dilakukan dengan elektrokimia, sol gel, hidrotermal dan kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan metode yang paling banyak dikembangkan karena dapat dilakukan dalam temperatur kamar, relatif murah, peralatannya sederhana dan memberikan rendemen yang memadai (Ermawati dan Ratnawati, 2011). Menurut Wang dkk (2009) rekasi kimia yang terjadi pada saat sintesis Fe_3O_4 mengikuti persamaan (3.1), (3.2) dan (3.3).

$$Fe^{2+}_{(s)} + 2OH^-_{(aq)} \rightarrow Fe(OH)_{2(aq)} \quad \text{..... (3.1)}$$

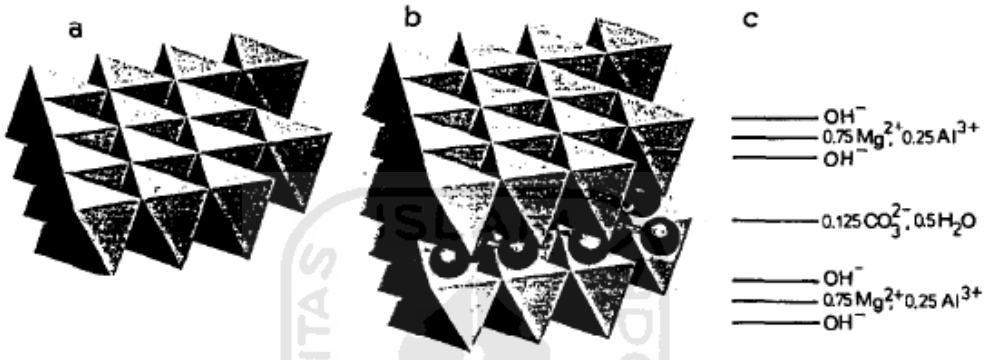
$$Fe^{3+}_{(s)} + 3OH^-_{(aq)} \rightarrow Fe(OH)_{3(aq)} \quad \text{..... (3.2)}$$

$$Fe(OH)_{2(aq)} + 2Fe(OH)_{3(aq)} \rightarrow Fe_3O_{4(aq)} + 4H_2O_{(l)} \quad \text{..... (3.3)}$$

3.2 Hidrotalsit

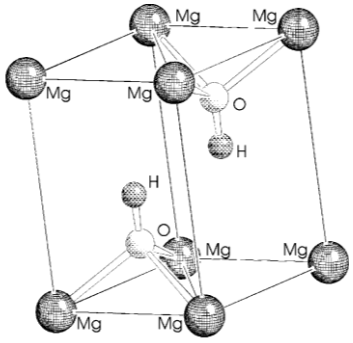
Secara struktural, struktur kimia hidrotalsit memiliki kemiripan dengan *brucite* $Mg(OH)_2$ dengan pergantian beberapa ion Al^{3+} menjadi ion Mg^{2+}. *Brucite* adalah senyawa yang mengikuti tatanan heksagonal dari ion hidroksida yang memiliki lembaran dari situs oktahedral ditempati oleh ion-ion Mg^{2+}. Pergantian

ion Al^{3+} menjadi ion Mg^{2+} pada hidrotalsit menyebabkan terjadinya kemiripan lapisan seperti *brucite* yang bermuatan positif karena ion Al^{3+} merupakan kation dengan muatan lebih besar. Penggantian ion Al^{3+} menjadi ion Mg^{2+} terjadi karena kedua ion ini memiliki jari-jari yang tidak jauh berbeda (jaro-jari Al^{3+} = 0,510 Å; jari-jari Mg^{2+} = 0,660 Å). Sintesis hidrotalsit memiliki salah satu aturan yaitu kation logam yang digunakan harus memiliki jari-jari tidak jauh berbeda dari kation logam Mg^{2+} (Cavani dkk., 1991). Struktur hidrotalsit dan *brucite* ditunjukkan pada Gambar 3.1 dan Gambar 3.2.



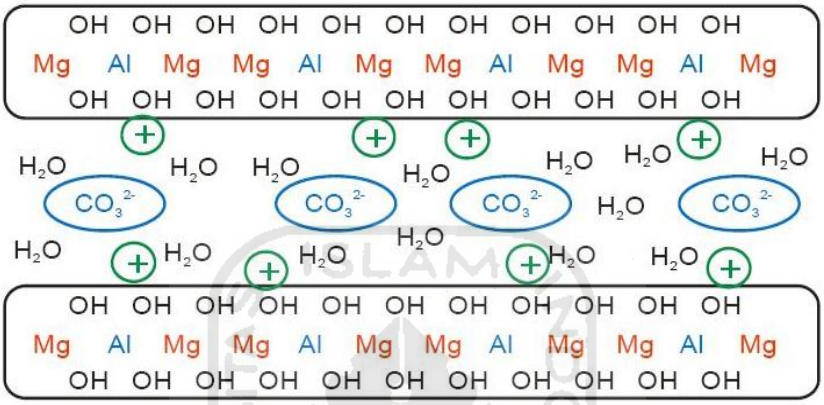
Gambar 3.1 Struktur: a. Tipe brucite; b. Hidrotalsit; c. Komposisi atom (Cavani dkk., 1991)

Hidrotalsit yang memiliki lapisan mirip dengan *brucite* akan membutuhkan anion pada interlayer. Anion yang terbentuk merupakan gabungan anion dengan empat molekul H_2O yang pada sisi muatan positif yang berlebih terikat secara lemah. Pada ruang intralayer terletak anion dan molekul H_2O yang akan membentuk molekul-molekul baru (Arhenius, 2003).



Gambar 3.2 Struktur senyawa brucite

Sisi yang saling berbagi dari struktur oktahedral Mg^{2+} dan Al^{3+} akan membentuk lembaran-lembaran (*sheets*) yang tidak terbatas. Dengan ikatan yang lemah melalui ikatan hidrogen nantinya lembaran-lembaran ini akan bertumpuk satu sama lain dan terikat (Vaccari dkk., 1998; Kovanda dkk., 2005). Untuk mengubah lapisan-lapisan ini menjadi positif diperlukan anion-anion penyeimbang di daerah *intrelayer* yang nantinya akan menghasilkan muatan listrik yang netral seperti gambar skema struktur senyawa hidrotalsit yang ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Skema struktur senyawa hidrotalsit (Murphy dkk., 2004)

Hidrotalsit dapat digunakan sebagai adsorpsi, kapasitas pertukaran ion, dan *surface area* yang tinggi. Hidrotalsit sendiri memiliki toksisitas yang rendah atau mendekati nol (Choy dkk., 2007). Hidrotalsit sangat unggul dalam penukaran anion dan cukup signifikan (Barriga dkk., 2002; Hussein dkk., 2010), dan juga mempunyai sifat dapat diregenerasi (Roto dkk., 2008).

Hidrotalsit mempunyai kestabilan struktur yang baik pada kondisi pH ≤ 3,0 dengan adanya anion berupa CO_3^{2-}. Anion interlayer CO_3^{2-} akan mengikat ion H^+ membentuk ion HCO_2^{3+}, sedangkan OH^- pada permukaan hidrotalsit bereaksi dengan H^+ menghasilkan molekul H_2O pada kondisi pH ≤ 3,0 sehingga sebagian hidrotalsit larut dalam air. Hal ini ditunjukkan adanya penurunan massa hidrotalsit yang direndam dalam laurtan dengan pH ≤ 3,0 (Shiddiq, 2005).

3.3 Hidrotalsit Magnetit

Senyawa Mg/Al hidrotalsit merupakan salah satu jenis lempung anionik yang banyak dikembangkan dan diteliti sebagai adsorben (He dkk., 2006). Hal ini dikarenakan Mg/Al hidrotalsit mempunyai sifat yang membuatnya sesuai untuk menjadi adsorben karena memiliki efek sinergis antar lapis, memiliki luas permukaan yang besar, dan dapat disisipi logam secara homogen (Orthman dkk., 2003).

Hidrotalsit dapat digunakan sebagai penyerapan zat warna dengan sangat baik, tetapi efisiensi pemisahan dalam larutan masih rendah. Sementara itu teknologi magnetik saat ini banyak dikembangkan karena memiliki efisiensi yang baik untuk memisahkan dengan bantuan magnet ekternal. Degan demikian, kombinasi antara magnetit dan hidrotalsit dapat meningkatkan pemisahan dan pendispersian kembali adsorben dalam larutan (Chen dkk., 2012).

Hidrotalsit magnetit dapat disintesis melalui dispersi substrat magnet dalam matriks hidroalsit dan substrat yang paling disukai adalah magnetit (Fe_3O_4) dan magnesium ferit ($MgFe_2O_4$) (Wang dkk., 2009). Metode yang dapat digunakan untuk menghasilkan sintesis hidrotalsit magnetit diantaranya secara ultrasonik dan kopresipitasi (Wang dkk., 2009), pengembangan *mechanochemical* dengan dua langkah penggilingan (Zhang dan Fang, 2007), serta secara mekanik dan sonokimia yang akan diperoleh pendispersian partikel-partikel magnetit yang homogen dalam struktur hidrotalsit (Chang dkk., 2011).

Hidrotalsit magnetit biasanya terbentuk pada pH yang basa. Sintesis hidrotalsit magnetit yang dilakukan oleh Wang dkk (2009) dilakukan pada pH 11. Penelitian lain menyebutkan bahwa sintesis hidrotalsit magnetit secara kopresipitasi dilakukan pada pH 10 (Mi dkk., 2011).

Hidrotalsit magnetit kalsinasi telah banyak diteliti sebagai adsorben yang potensial untuk mengadsorpsi anion dalam larutan (Chen, 2011). Kalsinasi yang dilakukan pada suhu tinggi seperti penelitian yang dilakukan Kang (2013), akan merusak struktur hidrotalsit dan sebagian besar akan berubah menjadi oksida-oksidanya dengan melepaskan anion pada lapisan *intralayer*-nya.

3.4 Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) merupakan salah satu metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya didasarkan pada penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog dkk., 2000). Penyerapan energi tersebut akan mengakibatkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi (*excited state*) dari tingkat energi dasar (*ground state*). Akibatnya, elektron dari atom-atom bebas tereksitasi ini tidak stabil dan akan kembali ke keadaan awal disertai dengan memancarkan energi radiasi dengan panjang gelombang tertentu dan karakteristik untuk setiap unsur (Torowati dkk., 2008).

Sampel yang akan dianalisis dengan metode SSA ini harus diubah kedalam bentuk uap atom. Proses pengubahan ini disebut dengan istilah atomisasi, dimana sampel akan diuapkan dan didekomposisi untuk membentuk atom dalam bentuk uap (Basset dkk., 1994).

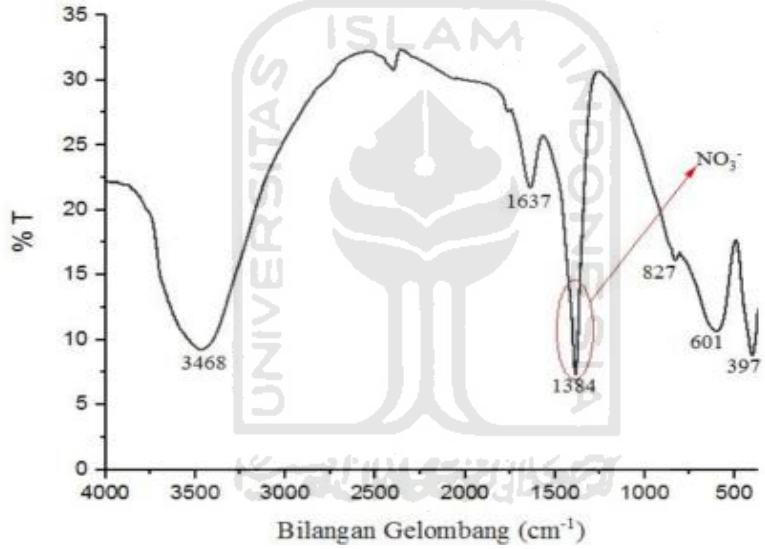
3.5 *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Salah satu instrumen yang dapat digunakan untuk identifikasi secara kualitatif dan mulai dikembangkan untuk identifikasi secara kuantitatif adalah Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR). Selain itu, Spektroskopis FTIR juga dapat menganalisis sampel dengan cepat, preparasi sampelnya sederhana dan tidak merusak (Rasyida dkk., 2014). Spektrofotometer FTIR pada dasarnya hampir sama dengan Spektofotometer IR, yang membedakan adalah pengembangan berkas sinar inframerah melewati sampel pada sistem optiknya. Salah satu instrumen yang banyak digunakan untuk mengetahui spektrum vibrasi molekul yang digunakan untuk memprediksi struktur senayawa kimia adalah FTIR (Underwood, 2002).

Suatu magnetit dapat dianalisis menggunakan intrumen FTIR karena instrumen ini dapat mengidentifikasi gugus fungsional dan kemurnian suatu material. Sedangkan hidrotalsit dapat diketahui informasi tentang anion yang ada pada interlayer antar lapisnya (Petcharoen dkk., 2012). Selain itu, keberadaan

anion nitrat pada lapisan magnetit hidrotalsit dapat diketahui juga dengan instrumen FTIR. Nantinya, spektra yang dihasilkan dari magnetit hidrotalsit akan ditunjukkan delam bentuk *peak* yang tajam dan serapan yang kuat pada bilangan gelombang 1382 cm^{-1}, yang merupakan peregangan getaran NO^{3-}. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat anion nitrat pada magnetit hidrotalsit tersebut. Sedangkan getaran peregangan kelompok hidrotalsit pada permukaan nanopartikel magnetit dapat diketahui dari puncak 1627 cm^{-1} dan 3402 cm^{-1} (Sari, 2017).

Karakterisasi $Mg/Al/FeNO_3$ hidrotalsit hasil sintesis dapat dianalisis dengan menggunakan instrumen FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung, analisis fasa dan ukuran kristal dengan difarksi sinar-X serta untuk menentukan secara kualitatif gugus fungsional $Mg/Al/FeNO_3$ (Safitri dkk., 2019).



Gambar 3.4 Spektra FTIR, $Mg/Al/FeNO_3$ hidrotalsit hasil sintesis (Safitri dkk., 2019)

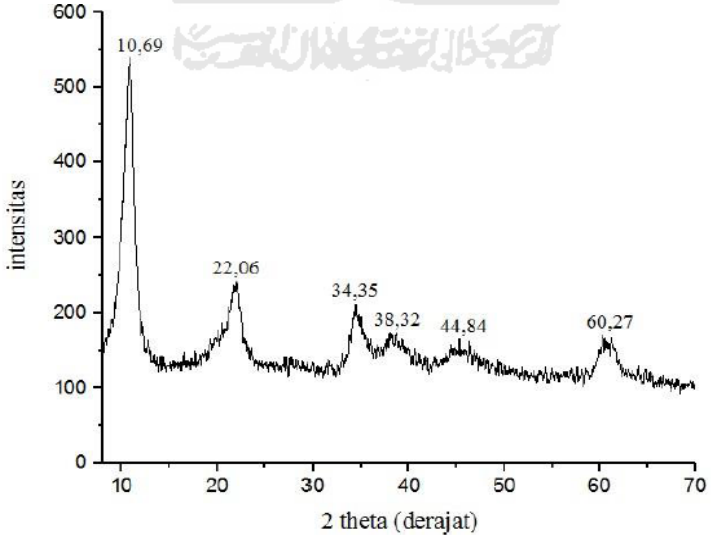
Berdasarkan Gambar 3.4, spektra hasil sintesis memberikan serapan pada permukaan hidrotalsit sebesar 3468 cm^{-1} yaitu vibrasi ulur –OH dari gugus logam hidroksil (MgOH, AlOH dan FeOH), serapan 1637 cm^{-1} merupakan gugus –OH yang menandakan vibrasi tekuk ikatan hidrogen molekul air (H_2O) daerah antar lapis $Mg/Al/FeNO_3$ hidrotalsit, serapan 827 cm^{-1} dan 1384 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur ikatan –NO pada ion NO^{3-} di daerah antar lapis pada ion nitrat (Chen

dkk., 2012; Zhang dkk., 2014). Sedangkan seerapan 601 cm^{-1} merupaka vibrasi tekuk AlOH, MgOH dan FeOH (Safitri dkk., 2019).

3.6 X-Ray Difraction (XRD)

Sinar-X yang dikenai oleh suatu kristal berupa material (sampel), sehingga intensitas sinar datang akan lebih tinggi dari intensitas sinar yang ditransmisikan. Berkas sinar-X yang dihamburkan akan saling menguatkan (interferensi konstruktif) atau saling menghilangkan (interfereni destruktif). Peristiwa difraksi terjadi karena adanya interferensi konstruktif (Grant dan Suryanayana, 1998).

Informasi tentang struktur polimer, termasuk mengenai keadaan amorf dan kristalin polimer diperoleh dari difraksi sinar-X. Daerah kristalin yang bercampur secara acak pada daerah amorf merupakan salah satu kandungan dalam polimer. Polimer kristalin ini akan memberikan hasil difraktogram berupa puncak-puncak yang tajam, sedangkan polimer amorf akan memberikan hasil berupa puncak yang melebar (Iguchi dkk., 1999). Selain informasi tersebut, pola persebaran hamburan sinar-X juga dapat mengetahui tentang perkiraan ukuran dari partikel, konfigurasi rantai dalam kristalit serta perbandingan kristalin dengan daerah amorf atau derajat kristalinitas yang terdapat dalam sampe jenis polimer (Jenkins dkk., 1995).



Gambar 3.5 Difraktogram Mg/Al/$FeNO_3$ Hidrotalsit (Safitri dkk., 2019)

Berdasarkan Gambar 3.5, hasil sintesis muncul pada 2θ yaitu 10,69; 22,06; 34,35; 38,32; 44,84; dan 60,27 menunjukkan kristal Mg/Al/$FeNO_3$ hidrotalsit. Pada difraktogram terdapat puncak tertinggi yang dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal Mg/Al/$FeNO_3$ hidrotalsit hasil sintesis. Dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer diperoleh Mg/Al/$FeNO_3$ hasil sintesis memiliki ukuran kristal sebesar 11,7016 nm. Ukuran partikel nano ada berbagai bentuk antara lain $1x10^{-9}$ dan $1x10^{-7}$ nm (Vert dkk., 2012). Adsorben yang memiliki struktur kristalin dapat ditunjukkan dengan puncak yang tajam pada hasil difraktogram (Safitri dkk., 2019).

Ukuran partikel dapat dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer sesuai dengan persamaan (3.4).

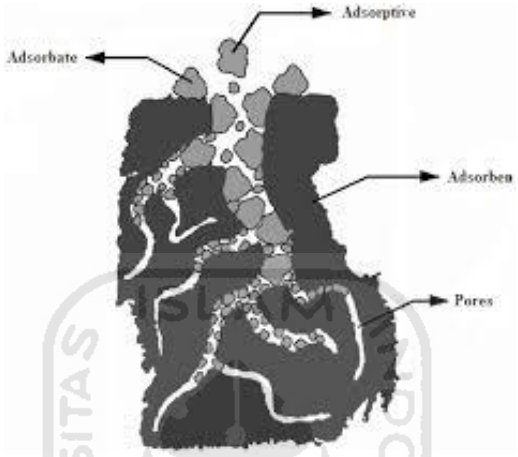
$$D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta} \quad \text{.....(3.4)}$$

Dimana k adalah konstanta Scherrer dengan nilai ketetapan (0,94), λ adalah panjang gelombang dari sinar X yang digunakan, dimana pada penelitian ini digunakan logam Cu kα dengan nilai ketetapan (1,541°), β adalah *full-widht at half-maximum* (FWHM) dari puncak difraksi dan θ adalah sudut difraksi Bragg (Malyani, dkk., 2016).

3.7 Adsorpsi

Proses dimana molekul-molekul fluida menyentuh dan melekat pada permukaan padatan disebut dengan adsorpsi (Nasruddin, 2005). Menurut Suryawan dan Bambang (2004), adsorpsi merupakan salah satu fenomena fisik yang terjadi ketika adanya kontak antara molekul-molekul gas atau cair yang sebagian akan mengembun dengan suatu permukaan padatan. Adsorpsi tidak hanya dikaitkan dengan perpindahan dari suatu gas atau cairan kesuatu permukaan padatan, tetapi juga terjadi perpindahan dari suatu gas kesuatu permukaan cairan. Pada permukaan ada subtansi yang terkonsentrasi yang biasa disebut dengan adsorbat, sedangkan material dimana adsorbat terakumulasi disebut dengan adsorben (Hines dan Robert, 1985).

Suatu permukaan padatan dan molekul-molekul gas atau cair yang dikontakan dengan molekul-molekul tersebut akan terjadi proses adsorpsi. Gaya yang bekerja diantara molekul seluruh material adalah gaya kohesif termasuk gaya ikatan hydrogen dan gaya hidrostatik. Akan terjadi perubahan konsentrasi molekul pada interface solid atau fluida jika gaya-gaya tersebut tidak seimbang. Karakteristik yang terjadi dalam proses adsorpsi dapat diketahui dengan ilustrasi Gambar 3.6 dibawah ini.



Gambar 3.6 Gambar adsorpsi dan desorpsi (Ferdinan, 2008)

Adsorben merupakan padatan berpori yang menghisap (*adsorption*) dan melepaskan (*desorption*) suatu fluida. Molekul fluida yang dihisap dan melekat disebut dengan *adsorbat*, sedangkan yang tidak melekat kepermukaan disebut adsorben (Ferdinan, 2008).

Menurut Bahl dkk (1997) dan Suryawan dan Bambang (2004), daya adsorpsi dipengaruhi oleh tiga faktor, yaitu:

1. Tekanan (P)

   Kenaikan tekanan adsorbat dapat menaikkan jumlah yang diadsorpsi.

2. Temperatur Absolut (T)

   Akan terjadi pembebasan sejumlah energi yang dinamakan peristiwa eksotermis ketika molekul-molekul gas atau adsorbat melekat pada permukaan adsorben. Jumlah adsorbat yang teradsorpsi akan bertambah jika temperatur rendah begitupun sebaliknya.

3. Interaksi Potensial E

Interaksi potensial ini tergantung dari sifat adsorbat dan adsorben karena sangat berfariasi.

Adsorpsi dibedakan menjadi adsorpsi fisik dan kimia. Pada adsorpsi fisik digunakan gaya Van der Waals pada antar muka adsorben dengan molekul-molekul lain sebagai adsorbat. Interaksi keduanya cukup lemah karena interaksi gaya Vanderwaals-nya memiliki jarak yang cukup jauh. Dengan demikian energi yang dilepaskan ketika molekul-molekul teradsorpsi secara fisik hanya berskala sekitar 20 kJ/mol saja, atau hanya sebesar energi kondensasi. Sedangkan pada adsorpsi kimiawi molekul adsorbat melekat di permukaan adsorben, akibatnya terjadi ikatan kimiawi, biasanya adalah ikatan kovalen (Alberty dan Daniels, 1983).

3.8 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi merupakan proses penyerapan suatu zat oleh adsorben dalam fungsi waktu. Proses adsorpsi ditandai oleh adanya gaya tarik menarik atom atau molekul pada permukaan zat padat. Molekul-molekul pada permukaan zat padat atau zat cair, mempunyai gaya tarik ke arah dalam, karena tidak adanya gaya-gaya lain yang mengimbangi. Adanya gaya-gaya ini menyebabkan zat padat dan zat cair mempunyai gaya adsropsi. Adsorpsi berbeda dengan absorpsi, perbedaannya terletak pada letak pernyerapannya. Pada adsorpsi zat yang diserap hanya terdapat pada permukaannya, sedangkan pada absorpsi zat yang diserap masuk kedalam adsorben (Sukardjo, 1984).

Adsorpsi merupakan proses yang bergantung pada waktu sehingga penentuan laju adsorpsi sangat penting dilakukan untuk mengevaluasi adsorben yang digunakan dalam proses pengolahan limbah. Penentuan laju adsorpsi dapat diperoleh dari model kinetika adsorpsi yang banyak digunakan diantaranya adalah model kinetika orde satu dan orde dua.

3.8.1 Kinetika Pseudo Orde Satu Lagergren

Model kinetika ini digunakan ketika proses adsorpsi dilakukan dengan konsentrasi awal larutan yang berlebih dibandingkan ketersediaan situs aktif pada adsorben (Santosa, 2014).

$$1n(q_e-q_t) = 1n\ q_e - k_1t \text{.....(3.5)}$$

Persamaan (3.5) merupakan kinetika Lagergren, dimana q_e dan q_t merupakan besarnya adsorbat yang teradsorpsi tiap unit massa adsorben pada waktu (t) dan pada saat kesetimbangan telah tercapai (mg/g), k_1 merupakan konstanta laju Lagergren (menit^{-1}). Penerapan model kinetika Lagergren dilakukan dengan membuat plot antara $1n(q_e-q_t)$ terhadap t yang menghasilkan slope-k_1, untuk menghitung konstanta laju adsorpsi per unit massa adsorben pada saat kesetimbangan (Ho, 2006).

3.8.2 Kinetika Pseudo Orde Dua Ho

Model kinetika ini mengasumsikan bahwa kapasitas adsorpsi sebanding dengan jumlah situs aktif yang terisi pada permukaan adsorben. Dapat dikatakan bahwa kemisorpsi merupakan langkah penentu laju adsorpsi yang terjadi pada proses pertukaran penggunaan bersama elektron antara adsorben dan adsorbat (Ho dan Mckay, 1999).

$$\frac{t}{qt} = \frac{1}{k_2qe^2} + \frac{1}{qe}t \text{ ..... (3.6)}$$

Persamaan (3.6) merupakan persamaan Ho, dimana k_2 merupakan konstanta laju adsorpsi Ho (g/mg·menit), q_t dan q_e merupakan besarnya konsentrasi adsorbat yang teradsorpsi per unit massa adsorben pada waktu (t) dan pada saat kesetimbangan telah tercapai (mg/g). Penerapan kinetika orde 2 Ho dilakukan dengan membuat plot antara $\frac{t}{qt}$ dengan t yang akan menghasilkan slope $\frac{1}{qe}$ untuk menghitung kapasitas adsorpsi larutan oleh adsorben saat kesetimbangn, dan inersep $\frac{1}{k_2qe^2}$ untuk menghitung konstanta laju adsorpsi (Ho, 2006).

3.9 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi digunakan untuk menentukan interaksi antara adsorbat dengan adsorben. Ada beberapa model isoterm adsorpsi yang dapat dipelajari. Namun, model isoterm Langmuir dan Freundlich merupakan model isoterm yang banyak digunakan dalam memprediksi mekanisme dan kapasitas adsorpsi suatu adsorben.

3.9.1 Isoterm Adsorpsi Langmuir

Isoterm adsorpsi Langmuir mengasumsikan terbentuknya lapisan monolayer (satu lapisan) adsorbat yang menutupi permukan adsorben yang homogen. Ketika suatu molekul zat warna menempati wilayah tertentu makan tidak akan terjadi proses adsorpsi selanjutnya di wilayah tersebut, dimana hal tersebut merupakan proses terjadinya adsorpsi pada wilayah homogen yang spesifik. Interaksi yang terjadi adalah satu situs aktif untuk satu adsorbat. Ketika kapasitas telah mencapai maksimum maka titik keseimbangan akan diperoleh yang ditandai dengan tidak adanya peningkatan kapasitas adsorpsi dengan bertambahnya waktu interaksi (Allen dkk., 2004).

Data adsorpsi yang diperoleh dari eksperimen dapat diolah dengan isoterm adsorpsi Langmuir. Data kesetimbangan biasanya digunakan dalam bentuk kurva isoterm adsorpsi. Pendekatan dengan model terhadap kurva isoterm dapat membantu menganalisis karakterisasi isoterm berupa kapasitas adsorpsinya (Amri, 2004).

Isoterm adsorpsi Langmuir diasumsikan sebagai *monolayer* yang mencangkup adsorben dan semua tempat pada permukaan padatan molekul adsorbat.

$$\frac{Ce}{qe} = \frac{Ce}{qm} + \frac{1}{qmKL} \quad \text{.....(3.7)}$$

Persamaan (3.7) merupakan persamaan Langmuir, dimana C_e merupakan konsentrasi adorbat dalam larutan pada saat kesetimbangan (mg/L, q_m dan q_e merupakan besarnya konsentrasi adsorbat maksimum yang teradsorpsi per unit massa pada saat kesetimbangan (mg/g), K_L (L/mg) merupakan konstanta isoterm Langmuir (Ardhiyanti, 2014).

3.9.2 Isoterm Adsorpsi Freundlich

Isoterm adsorpsi Freundlich mengasumsikan bahwa meningkatnya konsentrasi adsorbat akan mengakibatkan meningkatnya adsorbat yang berada pada adsorben (Allen dkk., 2004). Adsorbat pada situs aktif adsorben akan terbentuk beberapa lapisan dengan menggunakan model isoterm ini.

Isoterm adsorpsi Freundlich diasumsikan sebagai *multilayer* yang mencangkup adsorben dan semua tempat pada permukaan heterogen.

$$ln\ qe = lnKf + \frac{1}{n} lnCe \quad \text{.....(3.8)}$$

Persamaan (3.8) merupakaan persamaan Freundlich, dimana K_f merupakan konstanta Freundhlich (L/mg), C_e merupakan konsentrasi adsorbat dalam larutan (mg/L), n merupakan parameter empirik yang berkaitan dengan intensitas adsorpsi. Ketika $\frac{1}{n}$ nilainya berada pada kisaran $0{,}1<\frac{1}{n}<1$ maka proses adsorpsi disukai (Dong dkk., 2010).

3.10 Kromium

Kromium (Cr) memiliki spesifikasi dengan berat atom 51,996 g/mol; tahan terhadap oksida meskipun pada suhu tinggu dan bersifat paramagnetik. Kromium dapat membentuk berbagai macam ion kompleks yang berfungsi sebagai katalisator (Widowati, 2008). Selain itu kromium memiliki titik didih 2672 °C dan titik lebur 1837-1877 °C dengan berat jenis 7,20 mg/L pada 28 °C, memiliki energi ionisasi sebesar 652 kg/mol. Kromium tidak larut dalam asam sulfat encer dan asam klorida seerta tidak dapat bercampur dengan basa oksidator, halogen peroksida dan logam-logam lainnya (Nurwati, 2009).

Kromium merupakan salah satu logam berat yang terdapat dalam limbah cair. Logam ini dapat menimbulkan dampak negatif terhadap lingkungan dan makhluk hidup (Gadd, 1992; Park dkk., 2005; Chergui dkk., 2007; Kumar dkk., 2009). Kromium (III) dan kromium (VI) memiliki sifat karsinogenik yang dapat menyebabkan kanker pada saluran ginjal dan hati. Kromium valensi tiga mempunyai sifat racun yang lebih rendah dibandingkan dengan valensi enam. Ion

krom merupakan salah satu oksidator kuat. Ion kromium (VI) dapat tereduksi menjadi kromium (III) dalam kondisi asam (Chaidir dkk., 2015). Meskipun kromium heksavalen (Cr^{6+}) dan kromium trivalen (Cr^{3+}) terdapat dalam bentuk Cr^{3+} dan $CrOH^{2+}$, namun spesies yang lazim terdapat dalam limbah cair industri dalam bentuk kromium heksavalen yang lebih berbahaya bagi kesehatan masyarakat karena bersifat mutagenik dan karsinogenik (Prak dkk., 2005; Michalak dkk., 2007); Chikara dan Dhankhar, 2008; Esmaeili dkk., 2010).

BAB IV
METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beker 50 mL, gelas beker 100 mL, gelas beker 500 mL, gelas beker 1000 mL, gelas ukur 5 mL, gelas ukur 10 mL, gelas ukur 25 mL, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 25 mL, pipet ukur 50 mL, Erlenmeyer 50 mL dan buret 50 mL dengan merk Iwaki. Pipet tetes, kaca arloji, pengaduk kaca, spatula, sendok sungu, *magnetic stirrer* dan *hot plate*, pH universal, vakum Buchner, oven, botol kaca 100 mL, vial 10 mL, *auto clave*, *shaker* 250 ppm, neraca analitik, *ball* pipet, termometer, instrumen FTIR, intrumen XRD dan instrumen AAS.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain ferri klorida ($FeCl_3$)·$6H_2O$, fero sulfat ($FeSO_4$)·$7H_2O$, amonia (NH_3) 5 M, magnesium nitrat ($Mg(NO_3)_2$)·$6H_2O$, alumunium nitrat ($Al(NO_3)_3$)·$9H_2O$, natrium hidroksida (NaOH) 1 M, asam klorida (HCl), kalium kromat (K_2CrO_4), akuades dan akuades bebas CO_2, *plastic wrap*, kertas saring lembaran dan kertas saring *whatman*.

4.2 Prosedur Kerja

4.2.1 Sintesis dan Karakterisasi Fe_3O_4 (Magnetit)

Ditimbang $FeSO_4$·7H2O sebanyak 6,9505 gram dan dilarutkan dalam 12,5 mL akuades. Kemudian, ditimbang juga $FeCl_3$·$6H_2O$ sebanyak 10,14 gram dan dilarutkan dalam 12,5 mL akuades. Dicampurkan kedua bahan tersebut dalam gelas beker dan dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* sambil dilakukan pemanasan. Selanjutnya, dititrasi campuran dengan NH_3 5 M dengan rentang suhu 55 ºC sampai 60 ºC, dan titrasi dihentikan pada pH 10. Selanjutnya, campuran disaring dengan vakum Buchner dan endapan yang diperoleh dicuci sampai pH netral, lalu dikeringkan dalam oven dengan suhu 65 ºC selama 6 jam. Magnetit hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR untuk menganalisis gugus fungsi dan XRD untuk analisis fasa dan ukuran kristal.

4.2.2 Sintesis dan Karakterisasi Mg/Al Hidrotalsit

Ditimbang $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ sebanyak 12,8205 gram dan dilarutkan dalam 50 mL akuades bebas CO_2. Selanjutnya, ditimbang juga $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sebanyak 9,521 gram dan dilarutkan dalam 50 mL akuades bebas CO_2. Dicampurkan kedua bahan tersebut dalam gelas beker dan dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 1 menit. Kemudian dititrasi dengan NaOH 1 M sambil ditutup *plastic wrap* dan didiamkan selama 12 jam dan dihidrotermal pada suhu 120 ^{0}C selama 5 jam. Lalu campuran disaring dengan vakum Buchner dan residunya dicuci dengan akuades bebas CO_2 sampai pH netral kemudian dikeringkan dalam oven selama 48 jam pada suhu 70 ^{0}C. Selanjutnya residu yang telah diperoleh dihaluskan terlebih dahulu. HT hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR untuk menganalisis gugus fungsi dan XRD untuk analisis fasa dan ukuran kristal.

4.2.3 Sintesis dan Karakterisasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit

Ditimbang Fe_3O_4 sebanyak 0,65 gram dan dilarutkan dalam 20 mL akuades bebas CO_2. Kemudian ditimbang $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ sebanyak 12,8205 gram dan dilarutkan dalam 40 mL akuades bebas CO_2. Selanjutnya, ditimbang juga $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sebanyak 9,521 gram dan dilarutkan dalam 40 mL akuades bebas CO_2. Dicampurkan ketiga bahan tersebut dalam gelas beker dan dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 1 menit. Selanjutnya, campuran dititrasi dengan NaOH 1 M sampai pH 10. Kemudian didiamkan selama 12 jam dan dihidrotermal pada suhu 120 ºC selama 3 jam. Lalu, campuran disaring dengan vakum Buchner dan residunya dicuci dengan akuades bebas CO_2 sampai pH netral kemudian dikeringkan dalam oven selama 48 jam pada suhu 70 ºC. Lalu, residu yang telah diperoleh dihaluskan terlebih dahulu. HT-M hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR untuk menganalisis gugus fungsi dan XRD untuk analisis fasa dan ukuran kristal.

4.2.4 Pembuatan Larutan Krom

Larutan krom (Cr^{6+}) pada konsentrasi 1470 mg/L dibuat dengan ditimbang 4,15 gram K_2CrO_4 dan dilarutkan dalam 1000 mL akuades. Larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan suhu ruangan selama 4 jam. Kemudian ditambahkan HCl sebanyak 20 tetes. Selanjutnya, limbah buatan di analisis dengan AAS untuk mengetahui kadar konsentrasi krom.

4.2.5 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Waktu Adsorpsi

Disiapkan 8 botol kaca dengan masing-masing diisi limbah krom sebanyak 25 mL. Kemudian ditambahkan akuades berturut-turut 25 mL. Salah satu limbah krom dalam botol kaca dicek pHnya dengan pH universal sebelum adsorpsi. Setelah itu, masing-masing botol kaca yang telah diisi dengan limbah krom ditambahkan dengan adsorben sebanyak 50 mg. Selanjutnya, dilakukan pengadukan dengan *shaker* dengan variasi pengadukan 0; 15; 30; 45; 60; 75; 90; dan 105 menit untuk masing-masing botol. Selanjutnya, disaring dan diambil filtratnya untuk dianalisis dengan AAS untuk mengetahui konsentrasi Cr yang tersisa. Setelah itu, dicek kembali pH filtrat dengan pH universal. Residu yang diperoleh setelah penyaringan dikumpulkan jadi satu dan dikeringkan bersama dengan oven pada suhu 70 °C sampai kering dan kemudian dianalisis dengan FTIR dan XRD.

4.2.6 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Konsentrasi Limbah

Disiapkan 8 botol kaca dengan masing-masing diisi limbah krom sebanyak 0; 10; 20; 30; 40; 50; 60; dan 70 mL. Kemudian ditambahkan akuades berturut-turut 100; 90; 80; 70; 60; 50; 40; dan 30 mL. Dicek pH dengan pH universal sebelum adsorpsi. Setelah itu, ditambahkan adsorben sebanyak 50 mg kedalam masing-masing botol kaca yang telah diisi dengan limbah krom. Selanjutnya, dilakukan pengadukan dengan *shaker* selama 15 menit untuk masing-masing sampel. Kemudian, disaring dan diambil

filtratnya untuk dianalisis dengan AAS untuk mengetahui konsentrasi Cr yang tersisa. Setelah itu, dicek kembali pH filtrat dengan pH universal. Residu yang diperoleh setelah penyaringan dikumpulkan jadi satu dan dikeringkan bersama dengan oven pada suhu 70 ^{o}C sampai kering dan kemudian dianalisis dengan FTIR dan XRD.

BAB V
HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Proses Sintesis Fe_3O_4 (Magnetit)

Magnetit (Fe_3O_4) telah berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi yang secara fisik ditandai dengan terbentuknya serbuk berwarna hitam yang dapat ditarik oleh magnet. Magnetit dapat terbentuk dengan melarutkan $FeSO_4$ dan $FeCl_3$ dalam akuades dan dititrasi dengan NH_3 5 M. Penggunaan NH_3 bertujuan untuk menghasilkan Fe_3O_4 dengan kristalinitas yang lebih tinggi dan ukuran partikel yang lebih kecil (Maylani, dkk, 2016). Peningkatan konsentrasi NH_3 berbanding lurus dengan pH akhir (Wang dkk., 2010). Menurut Elkharrag dkk (2011) pH optimim dalam pembentukn senyawa magnetit terjadi antara pH 9-14 dan pada penelitian ini senyawa magnetit terbentuk pada pH 10,4. Setelah itu, endapan disaring untuk dipisahkan dari filtratnya dengan menggunakan *vacum buchner* dan dinetralkan dengan akuades untuk menghilangkan pengotor. Endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 65 °C selama 6 jam dan didapatkan endapan berbentuk serbuk berwarna hitam. Persamaan reaksi pembentukan magnetit adalah sebagai berikut:

$Fe^{2+}_{(s)} + 2OH^-_{(aq)} \rightarrow Fe(OH)_{2(aq)}$ ..... (5.1)

$Fe^{3+}_{(s)} + 3OH^-_{(aq)} \rightarrow Fe(OH)_{3(aq)}$ ..... (5.2)

$Fe(OH)_{2(aq)} + 2Fe(OH)_{3(aq)} \rightarrow Fe_3O_{4(aq)} + 4H_2O_{(l)}$ ..... (5.3)

5.2 Proses Sintesis Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit

Mg/Al hidrotalsit magnetit disintesis dengan metode yang sama dengan sintesis magnetit yaitu metode kopresipitasi. Sintesis Mg/Al hidrotalsit dilakukan dengan mereaksikan Fe_3O_4 dengan $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3.9H_2O$ kemudian dititrasi dengan NaOH 1 M sampai pH mencapai 10 yang dilakukan secara tertutup dan menggunakan akuades bebas CO_2 yang bertujuan agar daerah antar lapis Mg/Al Hidrotalsit terhidar dari masuknya ion karbonat yang berasal dari gas CO_2. Ion karbonat merupakan anion penyeimbang yang memiliki afinitas

besar yang mengisi daerah antar lapis sehingga sulit digantikan oleh anion lain, oleh karena itu keberadaannya sangat dihindari (Extremera dkk., 2012). Pengkondisian pH sangat penting untuk menghasilkan sintesis dengan kemurnian dan karitalinitas yang tinggi. Apabila pH di bawah optimum maka akan terbentuk $Al(OH_3)$ sedangkan jika pH di atas optimum maka akan membentuk ion Al^{3+} yang tidak dapat mengendap (Hickey dkk., 2000). Penambahan Fe_3O_4 bertujuan agar hidrotalsit memiliki kemagnetan yang akan membantu proses adsorbsi karena Fe_3O_4 memiliki kemagnetan paling kuat diantara oksida-oksida besi yang lain (Teja dan Koh, 2008).

Hasil titrasi dilanjutkan dengan hidrotermal selama 3 jam pada suhu 120 °C untuk meningkatkan kristalinitas material Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit hasil sintesis yang kemudian dinetralkan dengan akuades bebas CO_2 sekaligus untuk menghilangkan sisa-sisa pengotor dan dikeringkan dalam oven selama 48 jam pada suhu 70 °C untuk menghilangkan kelebihan air dan endapan yang diperoleh berbentuk serbuk berwarna hitam kecoklatan. Persamaan reaksi pembentukan Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit adalah sebagai berikut:

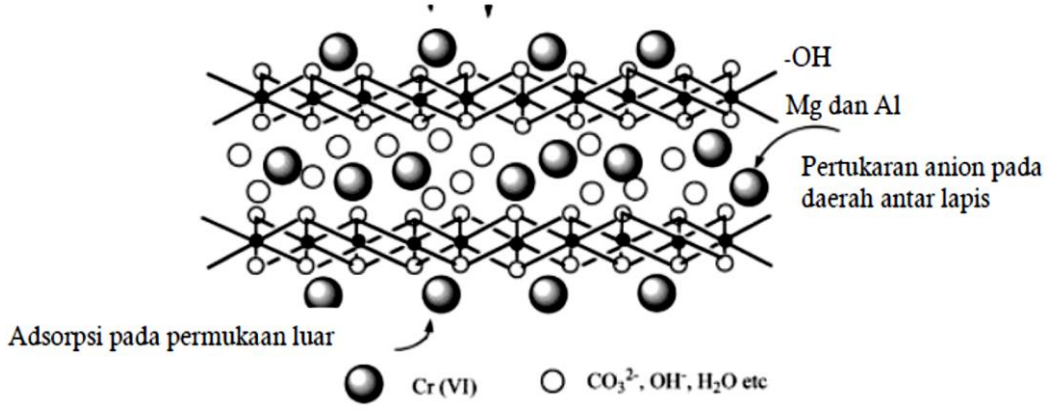
$$Mg(NO_3)_2.6H_2O(s) + H_2O(l) \rightarrow Mg^{2+}(s) + 2NO_3^-(s) + 7H_2O(l) \quad \ldots\ldots \quad (5.4)$$

$$Al(NO_3)_3.9H_2O + H_2O \rightarrow Al^{3+} + 3NO_3^- + 10H_2O \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (5.5)$$

$$Fe(NO_3)_3.9H_2O + H_2O \rightarrow Fe^{3+} + 3NO_3^- + 10H_2O \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (5.6)$$

Persamaan (5.1), (5.2) dan (5.3) lalu diendapkan dengan NaOH menjadi;

$$Mg^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + 8NO_3^- + 8OH^- \rightarrow Mg(OH)_2 + Al(OH)_3 + Fe(OH)_3 + 8NO_3^- + OH^- \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (5.7)$$



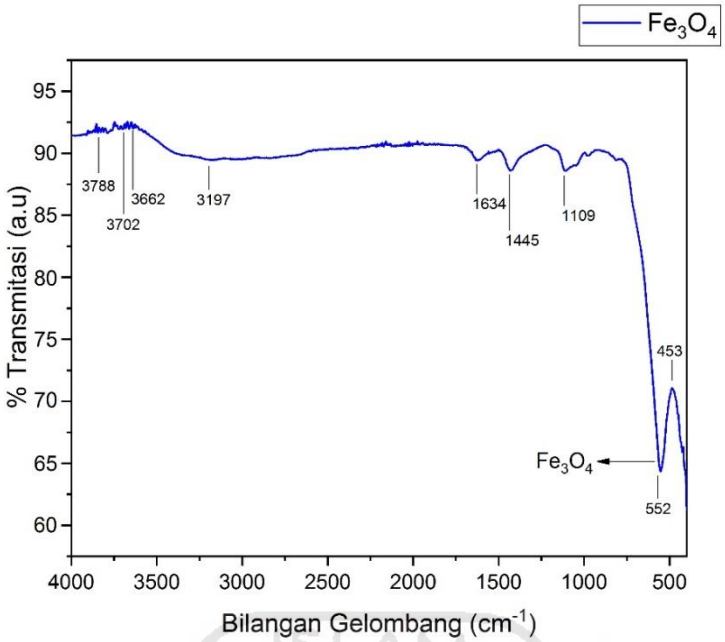
Gambar 5.1 Interaksi elekstrostatik antara ion Cr(VI) dengan hidrotalsit magnetit (Xiao dkk., 2013)

Gambar 5.1 merupakan mekanisme adsorpsi antara ion Cr(VI) dengan adsorben hidrotalsit magnetit. Pada mekanisme tersebut dapat dimungkinkan terjadi 2 mekanisme adsorpsi. Pertama, adsorpsi yang terjadi diluar permukaan adsorben hidrotalsit magnetit dimana interaksi elektrostatik antara OH_2^+ (yang merupakan gugus terprotontasi OH^-) pada permukaan adsorben dengan $HCrO_4^-$ dari adsorbat. Kedua, terjadi pertukaran anion pada daerah antar lapis adsorben hidrotalsit magnetit dimana anion yang bertukar adalah ion NO_3^- dari adsorben hidrotaslit magnetit dengan anion $HCrO_4^-$ dari adsorbat. Mekanisme adsorpsi ion Cr(VI) dengan adsorben hidrotalsit magnetit diperkirakan tidak hanya terjadi pada permukaan luar adsorben hidrotalsit magnetit, tetapi juga terjadi pertukaran anion pada daerah antar lapis.

5.3 Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR

5.3.1 Magnetit

Magnetit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR untuk analisis gugus fungsi yang terkandung. Hasil dari karakterisasi spektroskopi FTIR dapat dilihat pada Gambar 5.1 berikut ini.

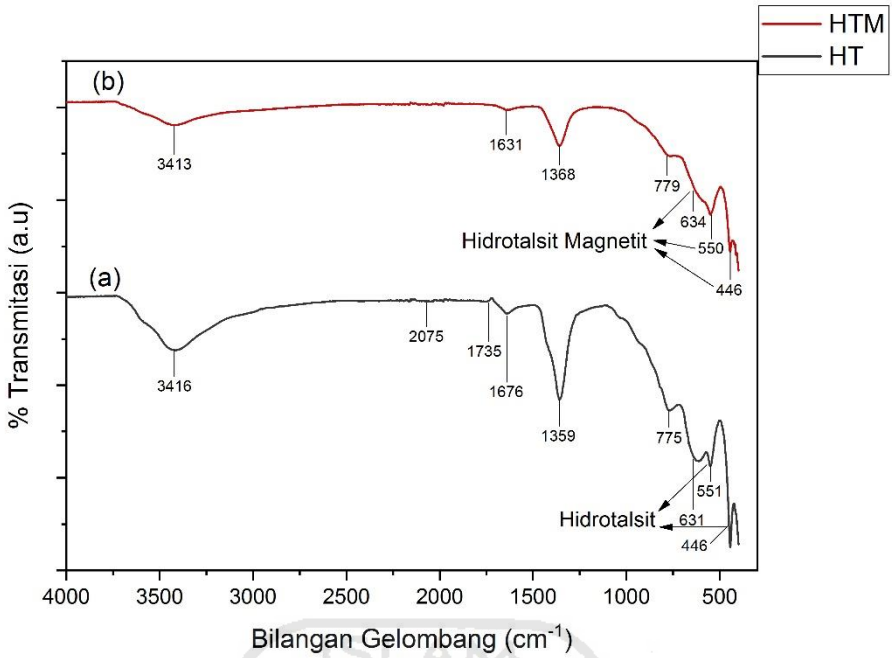


Gambar 5.2 Spektra FTIR Fe_3O_4 hasil sintesis

Spektra FTIR yang ditunjukkan pada gambar 5.2 menunjukkan senyawa oksida besi terletak pada daerah rendah (*fingerprint*) yaitu 1000-500 cm^{-1}. Senyawa magnetit hasil sintesis dapat ditunjukkan dengan adanya vibrasi dari ikatan Fe-O pada bilangan gelombang 552 cm^{-1} sehingga dapat disimpulkan bahwa sintesis magnetit tersebut berhasil. Selain itu juga terdapat serapan pada bilangan gelombang 3662 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur O-H. Hasil ini sebanding dengan penelitian yang dilakukan oleh Maylani dkk (2016), dimana pada penelitian tersebut terpadat pita serapan yang menyebar pada bilangan gelombang 586,36 cm^{-1} yang menunjukkan ikatan Fe-O dan pada bilangan gelombang 3695,61 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur O-H.

5.3.2 Hidrotalsit Magnetit

Hidrotalsit magnetit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR untuk analisis gugus fungsi yang terkandung. Perbandingan hasil karakterisasi menggunakan spekstroskopi FTIR hidrotalsit dengan hidrotalsit magnetit hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 5.3.



Gambar 5.3 Spektra FTIR (a) Hidrotalsit dan (b) Hidrotalsit-Magnetit

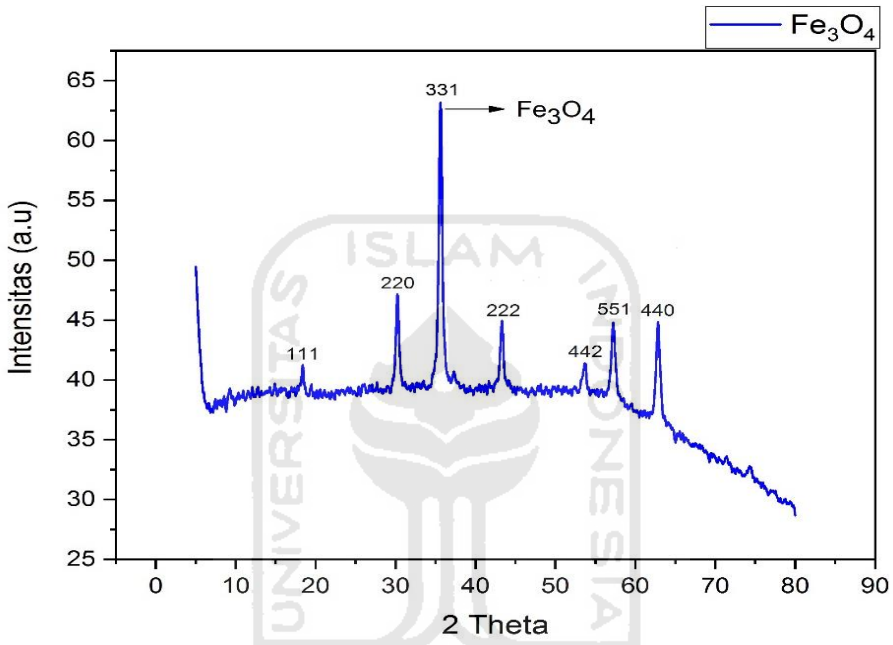
Hasil analisis menunjukkan vibrasi uluran O-H pada hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit ditunjukkan oleh bilangan gelombang 3414 cm^{-1} dan 3416 cm^{-1}. Keberadaan molekul air pada hidrotalsit ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1644 cm^{-1} sedangkan pada hidrotalsit magnetit pada bilangan gelombang 1631 cm^{-1}. Kemunculan vibrasi ulur asimetris dari anion nitrat ditunjukkan pada bilangan gelombang 1368 cm^{-1}. Selain itu, vibrasi tekuk NO_3 juga ditunjukkan pada serapan panjang gelombang 634 cm^{-1}. Hal ini menunjukkan bahwa anion NO_3^- yang mengisi daerah antar lapis hidrotalsit magnetit berhasil disintesis, sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Rahmiani dkk (2018). Keberadaan senyawa hidrotalsit magnetit diperkuat juga dengan adanya gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 550 cm^{-1}. Sedangkan keberadaan senyawa Mg/Al Hidrotalsit ditunjukkan pada bilangan gelombang 551 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ikatan Al-O dan pada bilangan gelombang 446 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ikatan Mg-O. Hasil ini mendekati dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Davydov (1984) dan Shidiq (2005) yang menyebutkan bahwa pada

bilangan gelombang 550 cm^{-1} merupakan vibrasi uluran Al-O dan pada bilangan gelombang 450 cm^{-1} merupakan vibrasi uluran Mg-O.

5.4 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

5.4.1 Magnetit

Karakterisasi material magnetit dengan mengguanakan XRD dilakukan untuk indentifikasi fasa dan ukuran partikel magnetit hasil sintesis yang dapat dilihat pada Gambar 5.4.



Gambar 5.4 Pola difraksi Fe_3O_4 hasil sintesis

Berdasarkan Gambar 5.4 dapat diketahui bahwa puncak difraksi tertinggi Fe_3O_4 hasil sintesis muncul pada 2θ 30,218°; 35,649°; 43,316°; 57,253°; dan 62,853° dimana pola ini sesuai dengan difraktogram *Join Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) Fe_3O_4 standar nomor 19-0629 yang menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah magnetit (Sari, 2017).

Ukuran partikel (D) magnetit dapat dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer $D = k\lambda/(\beta\cos\theta)$ (Maylani dkk., 2016), dengan k adalah konstanta Scherrer dengan nilai ketetapan (0,94), λ adalah panjang gelombang dari

sinar X yang digunakan, dimana pada penelitian ini digunakan logam Cu kα dengan nilai ketetapan (1,541°), β adalah *full-widht at half-maximum* (FWHM) dari puncak difraksi dan θ adalah sudut difraksi Bragg. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer, ukuran partikel magnetit hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 5.1.

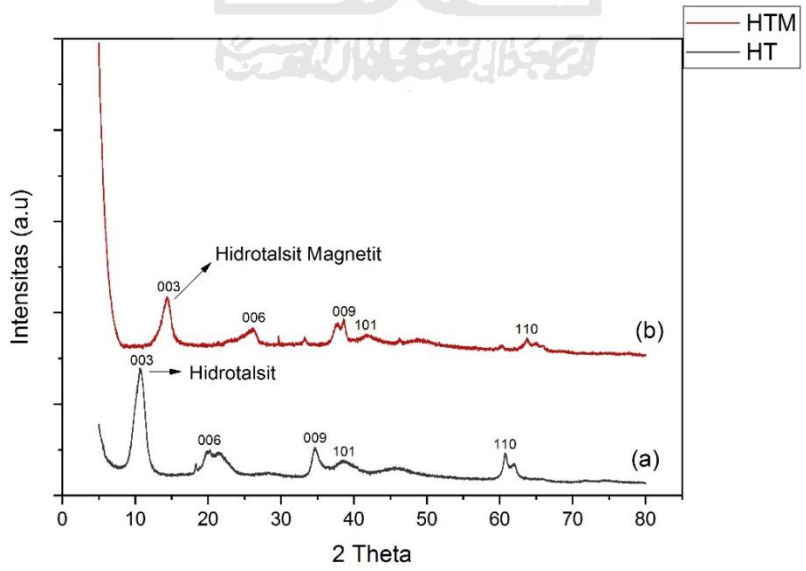
Tabel 5.1 Ukuran partikel Fe_3O_4 hasil sintesis

2θ (°)	**$h^2+k^2+l^2$**	**D rata-rata (nm)**
30,218	220	4,58578
35,649	331	
43,316	222	
57,253	511	
62,853	440	

Berdasarkan Tabel 5.1 yang diperoleh dari 5 puncak tertinggi pada Gambar 8, dapat diketahui bahwa Fe_3O_4 hasil sintesis memiliki rata-rata ukuran partikel sebeasar 4,58578 nm.

5.4.2 Hidrotalsit Magnetit

Karakterisasi material hidrotalsit-magnetit dengan mengguanakan XRD dilakukan untuk indentifikasi fasa dan ukuran partikel magnetit hasil sintesis yang dapat dilihat pada Gambar 5.5 dan Tabel 5.2.



Gambar 5.5 Pola difraksi (a) Hidrotalsit dan (b) Hidrotlsit-Magnetit hasil sintesis

Tabel 5.2 Hasil XRD Hidrotalsit dan Hidrotalsit Magnetit hasil sintesis

Hidrotalsit			**Hidrotalsit Magnetit**		
2θ (°)	**$h^2+k^2+l^2$**	**D rata-rata (nm)**	**2θ (°)**	**$h^2+k^2+l^2$**	**D rata-rata (nm)**
10,713	003	4,203075	10,859	003	3,482646
34,643	009		11,433	003	
60,767	110		30,263	009	
62,000	110		35,628	101	
			62,87	110	

Puncak tertinggi hidrotalsit hasil sintesis muncul pada 2θ 10,713°; 34,643°; 60,767° dan 62,000° sesuai dengan JCPDS No. 98-003-4961. Sedangkan puncak tertinggi hidrotalsit magnetit muncul pada 2θ = 10,859°; 11,433°; 30,263°; 35.628° dan 62,87° sesuai dengan JCPDS No. 14-191.

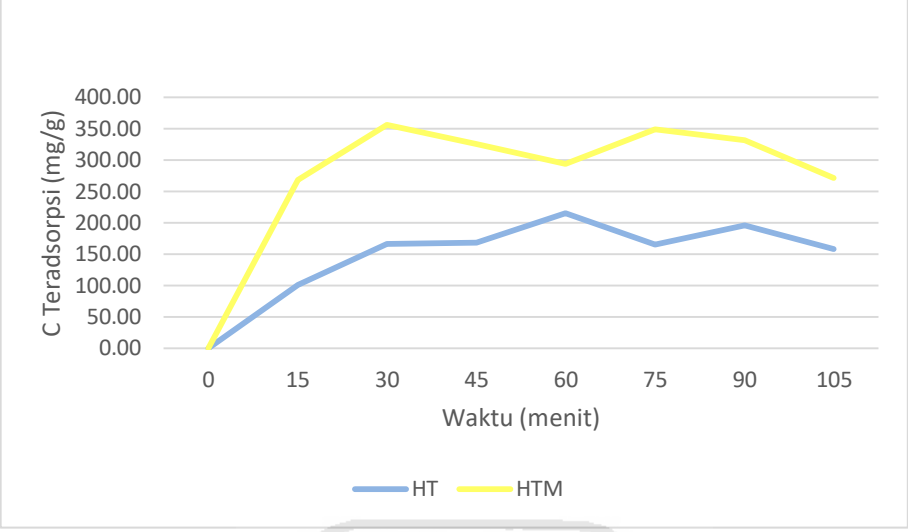
Ukuran partikel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit hasil sintesis dapat dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer, $D = k\lambda/(\beta\cos\theta)$ (Maylani dkk., 2016). Hasil rata-rata dari ukuran masing-masing partikel adalah 4,203075 nm untuk hidrotalsit dan 3,482646 nm untuk hidrotalsit magnetit. Ukuran partikel hidrotalsit magnetit lebih kecil dibanding hidrotalsit, hal ini menunjukkan bahwa luas permukaan hidrotalsit magnetit lebih besar sehingga hidrotalsit magnetit akan lebih baik jika digunakan sebagai adsorben.

5.5 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Waktu Adsorpsi

5.5.1 Penentuan Waktu Optimum

Dilakukan pengujian adsorpsi sampel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit terhadap Cr dari limbah buatan kromium dengan variasi waktu untuk mengetahui waktu optimum Cr terhadap adsorpsi masing-masing sampel. Parameter uji adsorpsi dilakukan dengan konsentrasi Cr awal 735

ppm, volume larutan 50 mL dan berat adsorben 0,05 gram yang distirer pada variasi waktu yaitu 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 dan 105 menit.



Gambar 5.6 Kurva ion Cr yang teradsorpsi dengan variasi waktu kontak

Pada sampel hidrotalsit waktu optimum terjadi pada waktu 60 menit dengan kapasitas Cr yang teradsorpsi sebanyak 215,04 mg/g. Pada waktu 75 menit banyaknya Cr yang teradsorpsi menurun menjadi 165,14 mg/g. Hal ini terjadi karena waktu kontak yang berlebih menyebabkan hidrotalsit lewat jenuh sehingga logam Cr kembali terlepas dari pori-pori hidrotalsit (desorpsi). Kemudian terjadi adsorpsi kembali pada waktu 90 menit dan desorpsi pada waktu 105 menit.

Pada sampel hirotalsit magnetit waktu optimum terjadi pada waktu 30 menit dan waktu 75 menit dengan kapasitas Cr yang teradsorpsi sebanyak 189,69 mg/g dan 183,55 mg/g. Pada waktu 45 menit dan 60 menit banyaknya Cr yang teradsorpsi menurun menjadi 157,37 mg/g dan 78,43 mg/g. Hal ini terjadi karena waktu kontak yang berlebih menyebabkan hidrotalsit magnetit lewat jenuh sehingga logam Cr kembali terlepas dari pori-pori hidrotalsit magnetit (desorpsi).

Tabel 5.3 Perbandingan waktu optimum hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit

Sampel	Waktu Optimum	Cr Teradsorpsi
Hidrotalsit	60 menit	215,04 mg/g
Hidrotalsit Magetit	30 menit	189,69 mg/g

Dari perbandingan kedua sampel antara hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit dapat diketahui bahwa hidrotalsit mengadsorpsi logam Cr lebih banyak dibandingkan dengan hidrotalsit magnetit, tetapi hidrotalsit magnetit mengadsorpsi lebih cepat dibandingkan dengan hidrotalsit. Hal ini terjadi karena hidrotalsit magnetit memiliki sifat kemagnetan yang berasal dari magnetit itu sendiri sehingga dapat mempercepat adsorpsi yang dibuktikan dengan adanya penyempitan daerah interlayer pada hidrotalsit magnetit yang ditunjukkan pada Gambar 5.5. Ardhayanti (2014) menyatakan bahwa kemampuan adsorpsi hidrotalsit dapat bertambah disebabkan oleh keberadaan situs aktif dari magnetit.

Penurunan kadar Cr yang signifikan akan semakin banyak ketika waktu kontak semakin lama karena akan semakin banyak kesempatan partikel adsorben untuk bersinggungan dengan logam. Hal ini menyebabkan semakin banyak logam yang terikat didalam pori-pori adsorben (Gultom, 2014). Peristiwa adsorpsi terjadi karena adanya gaya tarik-menarik intermolekuler antara molekul padatan dengan solut yang diadsorpsi lebih besar dari pada gaya tarik-menarik sesama solut itu sendiri di dalam larutan, sehingga solut akan terkonsentrasi pada permukaan padatan (Rizki, 2015).

5.5.2 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi ion Cr oleh sampel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit dapat dievaluai berdasarkan persamaan rekasi pseudo orde satu Lagergren dan pseudo orde dua. Parameter uji adsorpsi dilakukan pada konsentrasi Cr awal 735 ppm, volume larutan 50 mL dan berat adsorben 0,05 gram yang distirer pada variasi waktu yaitu 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 dan 105 menit.

Tabel 5.4 Kinetika adsorpsi sampel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit

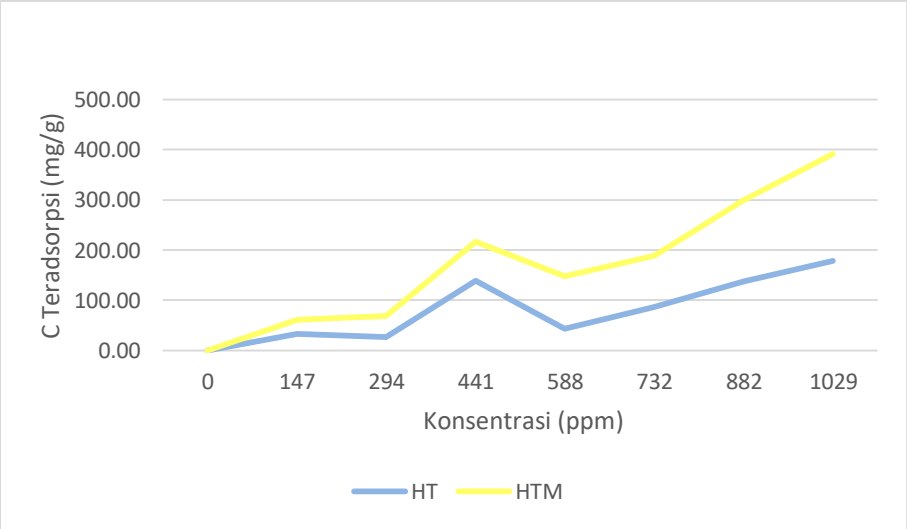
Sampel	Model Kinetika	Persamaan	R^2	K
Hidrotalsit	Pseudo Orde 1	y = -0,0076x + 1,9584	0,1589	0,0175
	Pseudo Orde 2	y = 0,0056x + 0,0134	0,9501	0,0023
Hidrotalsit Magnetit	Pseudo Orde 1	y = 0,0016x + 1,3666	0,0016	0,0036
	Pseudo Orde 2	y = 0,0084x – 0,0284	0,8267	0,0024

Kinetika pseudo orde satu diperoleh dari log(qe-qt) vs t sedangkan kinetika pseudo orde dua diperoleh dari t/qt vs t. Dari persamaan garis lineritas tersebut dapat diketahui nilai slope, gradien, nilai k dan R^2, dimana nilai k dan R^2 dapat digunakan untuk menentukan orde yang sesuai dilihat dari nilai k dan R^2 yang mendekati 1. Berdasarkan data diatas dapat diketahui bahwa adsorpsi penelitian ini mengikuti adsorpsi pseudo orde dua. Hal ini diketahui nilai dari R^2 pada pseudo orde dua mendekati 1 dibandingkan dengan kinetika adsorpsi pseudo orde satu. Hal tersebut juga menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi sebanding dengan jumlah sisi aktif yang terdapat pada adsorben (Ho, 1999). Nilai R^2 dari sampel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit secara berturut-turut adalah 0,9501 dan 0,8267. Sedangkan nilai k untuk sampel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit secara berturut-turut adalah 0,00234 gram/mL·menit dan 0,0024 gram/mL·menit.

5.6 Aplikasi Mg/Al Hidrotalsit-Magnetit sebagai Adsorben Variasi Konsentrasi Adsorpsi

5.6.1 Penentuan Konsentrasi Optimum

Perbandingan adsorpsi hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit terhadarp larutan Cr pada variasi konsentrasi dilakukan untuk mengetahui konsentrasi optimum Cr terhadap kapasitas adsorpsi masing-masing sampel.



Gambar 5.7 Kurva ion Cr yang teradsorpsi dengan variasi konsentrasi

Gambar 5.7 menunjukkan grafik ion Cr yang teradsorpsi terhadap variasi konsentrasi. Diketahui bahwa konsentrasi optimum limbah Cr yang dapat diadsorpsi oleh hidrotalsit adalah 1029 ppm dengan kapasitas adsorpsi 357,94 mg/g dan diketahui juga konsentrasi optimum limbah Cr yang dapat diadsorpsi oleh hidrotalsit magnetit adalah 1029 ppm dengan kapasitas adsorpsi 425 mg/g. Penyerapan ion Cr pada sampel hidrotalsit magnetit mampu menyerap ion Cr lebih banyak dibandingkan dengan sampel hidrotalsit yang disebabkan karena terdapat gugus aktif magnetit yang depat membantu penyerapa ion logam pada hidrotalsit magnetit.

5.6.2 Isoterm Adsorpsi

Mekanisme adsorpsi hdirotalsit dan hidrotalsit magnetit terhadap ion Cr^{6+} dapat diketahui dari tipe isoterm adsorpsi. Adsorpsi fase padat cair biasanya mengikuti tipe isoterm Langmuir dan Freundlich (Atkins, 1998). Isoterm Langmuir digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi maksimum yang terjadi pada satu lapisan saja (*monolayer*) dipermukaan komposit, karena mengandung sejumlah pusat-pusat tertentu yang aktif identik (Nawasivayam, 1997). Sedangkan isoterm Freundlich digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi maksimum yang terjadi pada banyak

lapisan (*multilayer*) karena Freundlich beranggapan bahwa energi permukaan adalah heterogen (Hasrianti, 2012). Ikatan yang terjadi antara molekul adsorbat dengan permukaan adsorben dapat terjadi secara fisisorpsi dan kimisorpsi (Nafi'ah, 2017).

Penentuan isoterm adsorpsi logam Cr dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi logam Cr sehingga dapat dibuat kurva persamaan garis lurus isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich. Dari variasi konsentrasi tersebut kemudian dibandingkan linearitas kurva dengan melihat nilai koefisien determinasi atau nilai R^2 ditunjukkan oleh tabel 5.5.

Tabel 5.5 Perbandingan tipe isoterm adsorpsi

Perbandingan Isoterm Adsorpsi						
Sampel	**Isoterm Langmuir**			**Isoterm Freundlich**		
	R^2	Q_m(mg/g)	K_L(L/mg)	R^2	K_f(mg/g)	N
HT	0,1595	370,37	0,5875	0,9182	1,056	1,224
HTM	0,2139	0,0069	0,0083	0,9907	1,075	1,151

Perbandingan adsorpsi isoterm karbon terhadap ion Cr tipe Langmuir dan Freundlich diperlihatkan pada Tabel 5.5. Masing-masing sampel pada persamaan Freundlich menunjukkan linieritas tertinggi dengan nilai R^2 pada sampel hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit secara berturut-turut adalah 0,9182 dan 0,9907. Penentuan tipe isoterm adsorpsi yang sesuai untuk material hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit terhadap ion Cr dapat diketahui dengan melihat koefisien korelasi atau nilai R^2 yang mendekati 1. Berdasarkan perbandingan dari kedua tipe isoterm adsorpsi diatas, kedua sampel mengikuti tipe isoterm Freundlich. Linieritas isoterm adsorpsi tipe Freundlich lebih mendekati nilai 1 dibandingkan dengan isoterm Langmuir. Dengan demikian penyerapan logam Cr yang terjadi adalah secara fisisorpi (penyerapan secara fisika) (Madina dkk., 2017). Fisisorpsi merupakan peristiwa adsorpsi yang terjadi karena adanya gaya-gaya fisika, dimana molekul-molekul yang diadsorpsi secara fisika tidak akan terikat secara kuat

pada permukaan dan biasanya terjadi pada proses *reversible* yang cepat, sehingga bersifat mudah diganti dengan molekul lain (Sari dkk., 2017).

Nilai K_F dan n merupakan parameter yang menunjukkan kapasitas adsorpsi stuatu adsorben. Jika parameter Freundlich (K_F) semakin besar maka daya adsorpsi dari adsorben yang diuji akan semakin baik (Khilya, dkk, 2016). Nilai n menunjukkan jenis proses adsorpsi oleh sampel, dimana kekuatan ikatan adsorpsi dilihat dari nilai n yang diperoleh. Jika nilai $n < 1$ maka adsorpsi secara kimia dan nilai $n > 1$ maka adsorpsi secara fisika (Din, 2009). Nilai K_F hidrotalsit dan hidrotalsit magnetit secara berturut-turut adalah 1,056 dan 1,075 sehingga dapat diketahui nilai K_F hidrotalsit magnetit lebih besar dibanding nilai K_F hidrotalsit, sedangkan nilai n untuk masing-masing sampel secara berturut-turut 1,224 dan 1,151 dimana hasil ini menunjukkan adsorpsi yang terjadi secara fisika.

BAB VI
KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil karakterisasi hidrotalsit magnetit terdapat vibrasi ulur asimetris dari anion nitrat (N=O) dengan bilangan gelombang 634 cm^{-1} yang menunjukkan anion NO_3^- mengisi daerah antar lapis hirotalsit magnetit berhasil disintesis, ukuran partikel rata-rata senyawa hidrotalsit magnetit 3,482646 nm.
2. Hidrotalsit magnetit optimum diwaktu 30 menit dengan kapasitas adsorpsi 189,69 m/g dan mengikuti kinetika adsorpsi pseudo orde 2.
3. Kosentrasi hidrotalsit magnetit optimum pada 1029 ppm dengan kapasitas adsorpsi 425 mg/g dan mengikuti isoterm adsorpsi Freundlich.

6.2 Saran

Pada penelitian lebih lanjut disarankan:

1. Diperlukan analisis lebih lanjut menggunakan instrumen lainnya untuk menunjang hasil yang didapatkan sebelumnya.
2. Diperlukan analisis yang dilakukan secara berulang dalam uji kinetika adsorpsi dan isoterm adsorpsi untuk mengetahui ketepatan hasil.

DAFTAR PUSTAKA

Atkins, P.W., 1999, *Kimia Fisika*, Jakarta: Erlangga.

Allen S.J., G. Mc Kay, dan J.F. Porter, 2004, Adsorption Isotherm Models for Basic Dye Adsorption by Peat in Single and Binary Component Systems, *Journal Colloid Interface Science* (280): 322-333.

Amri, A., 2004, Kesetimbangan Adsorpsi optional campuran Biner Cd(II) dan Cr(II) dengan Zeolit Alam Terimpregnasi 2-merkaptobenzotiazol, *Jurnal Natur Indonesia*: 111-117.

Amanda, S.M., Triastuti, S., dan Ella, K., 2016, Preparasi Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetit) Serta Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium, *Indo. J. Chem. Sci.* 5(2).

Ardhayanti, L.I, 2014, Sintesis Magnetit-Mg/Al Hidrotalsit dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Zat Warna Navy Blue dan Yellow F3G, *Tesis*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Ariyani, Anis, 2011, *Pembuatan Komposit Magnet Oksida Besi-Karbon Aktif sebagai Adsorben cs dan Sr*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor.

Cavani, F., Trifiro, F., Vaccari, A., 1991, Hydrotalcite-type Anionic Clays: Preparation, Properties and Applications, *Catalysis Today*, 11, 173-301.

Chang, Q., L. Zhu, Z. Luo, M. Lei, S. Zhang, dan H. Tang, 2011, Sono-assisted Preparation of Magnetic Maganesium-Aluminium Layered Double Hydroxide And Their Application For Removing Fluoride, *Ultrasonics Sonochemistry* : 553-561.

Chen, C., G. Poernomo., dan R. Xu, 2011, Self-Assembled Fe3O4-Layered Double Hydroxide Colloidal Nanohybrids with Excelent Performance for Treatment of Organic Dyes in Water, *Journal of Materials Chemistry*, 21(1): 1218-1225

Chen D, Li Y, Zhang J, Li W, Zhou J, Shao L, Qian G, 2012, Efficient Removal of Dyes by a Novel Magnetic Fe3O4/ZnCr-layered Double Hydroxide

Adsorbent from Heavy Metal Wastewater, *J. Hazard. Mater*, 234: 152-160.

Dong, L., Z. Zhu, Y. Qiu, dan J. Zhao, 2010, Removal of Lead From Aqueous Solution By Hydroxyapaite/Magnetite Composite Adsorbent, *Chemical Engineering Journal* (Elsevier) (165): 827-834.

Ermawati, R. dan E. Ratnawati, 2011, Sintesis Nanopartikel *Magnetit* dengan Metode Dekomposisi Termal, *Jurnal Kimia dan Kemasan*, 1(1): 96-101.

Extremera, R., I. Pavlovic, M. Perez, dan C. Barriga, 2012, Removal of Acid Orange 10 by Calcined and Uncalcined Mg/Al Layered Double Hydroxides from Water and Recovery of The Adsorbed Dye. *Chemistry Engineering Journal*, 213(1): 392-400.

Fajar Indah, P. T., 2019, Sintesis, Karakterisasi Nanoparikel Magnetit, Mg/Al/NO_3-Hidrotalsit dan Komposit Magnetit-Hidrotalsit, *Jurnal Kimia Valensi: Jurnal Penelitian dan Pengembangan Ilmu Kimia*,3(1),44-49.

Gadd, G.M., J.C. Fry, R.A. Herbert, C.W. Jones, dan I.A.W. Craik I.A.W., 1992, *Microbial Control of Pollution*, Cambridge : Press Syndicate of The University of Cambridge.

Gultom, Erika M., dan M. Turmuzi L., 2014, Aplikasi Karbon Aktif Dari Cangkang Kelapa Sawit Dengan Aktivator H_3PO_4 Untuk Penyerapan Logam Berat Cd Dan Pb, *Jurnal Teknik Kimia USU*, 3(1).

Hasrianti, 2012, Adsorbsi Ion Cd 2+ dan Cr 6+ pada Limbah Cair menggunakan Kulit Singkong, Universitas Hassanudin, *Jurnal Dinamika*, 4(2), 59-76.

Heraldy, E., Pranoto, Maruto, D., Nugrahaningtyas, K., Dinala, B.B. dan Sujarwo, L., 2006, Studi Pengaruh Perbedaan Rasio Mol antara Mg/Al dalam Sintesis Mg/Al Hidrotalcite like, *J., Alchemy* 6 (2):31-36.

Ho, Y-S. dan G. Mc Kay, 1999, Pseudo-second Order Model for Sorption Processes, *Processes Biochemistry* (34) : 451-465.

Ho, Y-S, 2006, Review of Second-Order Models for Adsorption System, *Journal Hazardous Materials* (B136) : 681–689.

Ita Ulfin, Harmani dan Elissa Rahmawati, 2014, Pemisahan Kromium dari Limbah Cair Industri Penyamakan Kulit dengan Koagulasi $FeSO_4$.

Khilya,A., Agung Tri Prasetya., 2016, Optimasi dan Aplikasi Arang Aktif Alang-Alang Untuk Menurunkan Kadar Cd(II) Dalam Larutan, *Indo. J. Chem. Sci*, 5(1):6-10.

Kloprogge, J. T., Wharton, D., Hickey, L., dan Frost, R. L., 2002, Infra Red and Raman Study of Interlayer Anions CO_3^{2-}, NO_3^{2-}, SO_4^{2-}, and ClO_4^{2-} in Mg/Al-Hidrotalcit, *Am. Mineral*., 87:623-629.

Kurniawati, P., Wiyantoko, B., Kurniawan, A., dan Purbaningtias, T. E., 2014, Kinetic Study of Cr(VI) Adsorption on Hydrotalcite Mg/Al with Molar Ratio 2:1. *Eksakta*, *13*(1–2), 11–21.

Madina, F.E., Rina Elvia., I Nyoman Chandra., 2017, Analisis Kapasitas Adsorpsi Silika dari Pasir Pantai Panjang Bengkulu Terhadap Pewarna Rhodamine B. Alotrop, 1(2):98-101.

Mi, F., X. Chen, Y. Ma, S. Yin, F. Yuan, dan H. Zhang, 2011, Facile Synthesis of Hierarchical Core-Shell Fe_3O_4 MgAl-LDH Au as Magnetically Recycleable Catalysts for Catalytic Oxidation of Alcohols, *Chemical Communications* (47): 12804-12806.

Namasivayam, C., dan K. Kadirvelu, 1997, Activated Carbons Prepared From Coir Pith by Physical and Chemical Activation Methods, *Bioresource Technology*, 62, 123-127.

Newman, S. P. Dan Jones, W., 1998, Synthesis, Characterization and Aplication of Layered Double Hydroxides Containing Organic Guest, *New J. Chem*, pp.105-115.

Orthman, J., Zhu, H. Y. Dan Lu, G. Q., 2003, Use of Anion Clay Hydrotalcite to Remove Coloured Organics from Aqueous Solutions, *Sep. Purif. Technol*., 31:53-59.

Petcharoen, K, dan A. Sirivat, 2012, Synthesis and Characterization of Magnetite Nanoparticles Via The Chemical Co-Presitipation Method, *Elsevier* : 421-427.

Rasyida, K., Kuswandi, B., & Kristiningrum, N, 2014, Deteksi Kemurnian Air Zamzam Menggunakan Metode Spektrofotometri Fourier Transform Infrared (FTIR) dan Kemometrik, *E-Jurnal Pustaka Kesehatan*, *2*(2), 320–326.

Rizki, Adi Prima, 2015, *Isoterm Langmuir, Model Kinetika dan Penentuan Laju Reaksi Adsorpsi Besi Dengan Arang Aktif Dari Ampas Kopi*, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik - Universitas Mulawarman.

Roto, 2008, Synthesis of Hydrotalcite Zn-Al-SO_4 As Anion Axchanger and Its Application to Treat of Pollutant Contained Hexacyanoferrat (II), *Indo. J. Chem*, 8 (3). 307-313.

Sari, F. I. P, 2017, Sintesis , Karakterisasi Nanopartikel Magnetit , Mg / Al NO 3 – Hidrotalsi, *Jurnal Kimia Valensi*, *3*(1), 44–49.

Sari, R.A., M. Lutfi Firdaus., Rina Elvia., 2017, Penentuan Kesetimbangan Termodinamika dan Kinetika Adsorpsi Arang Aktif Tempurung Kelapa Sawit Pada Zat Warna Reactive Red. Alotrop,1(1):10-14.

Seftel, E.M., E. Dvinov, D. Lutic, E. Popovici & C. Ciocoiu, 2006. Synthesis of Hydrotalcite Type Anionic Clays Containing Biomolecules. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 7(6): 2869-2874

Setshedi, K., Ren, J., Aoyi, O., & Onyango, M. S., 2012, Removal of Pb(II) From Aqueous Solution Using Hydrotalcite-like Nanostructured Material, *International Journal of the Physical Sciences*, *7*(1), 63–72.

Skoog. D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000, *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole.

Sukardjo, 1984, *Kimia Anorganik*. Yogyakarta: Bina Aksara.

Susilaningsih, D, 1992, Pemanfaatan Tumbuhan Hydrilla verticillata dan Eichornia crassipes sebagai Salah Satu Usaha Pengendalian Logam Kromium (Cr) dari Limbah Pelapis Logam, *Skripsi*, Fakultas Biologi, Universitas Jenderal Soedirman, Purwokerto.

Teja, Amyn S. dan Koh, Pei Yoong, 2008, Synthesis, Properties and Aplications of Magnetic Iron Oxide Nanoparticle, *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, xx: 1-24.

Tong, Z., Shichi, T. dan Takagi, K., 2003, Oxidation Catalysis of a Manganese (III) Porphyrin Intercalated in Layered Double Hydoxide Clays, *Matter Lett*, 57:2258-2261.

Torowati, dan Asminar, 2008, Kendali Kualitas dalam Proses Pengambilan Uranium Hasil Stripping, *Urania Vol 12, No.2 ISSN 0852-4777*.

Tsania, S., Triastuti, S., dan Ella, K., 2019, Preparasi Mg/Al/Fe-NO_3 Hidrotalsit Secara Kopresipitasi, Indo. J. Chem. Sci. 8(1).

Underwood, 2002, *Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi Keenam*, Erlangga, Jakarta.

Vaccari, A., 1998, Preparation and Catalytic Properties of Cationic and Anionic Clays, *Catal. Today*, 41:53-71.

Vert, M., Y. Doi, K. H. Hellwich, M.Hess, P. Hodge, P. Kubisa, M. Rinaudo, F. Schue, 2012, Terminology for Biorelated Polymers and Applications (IUPAC Recommendations 2012), *Pure and Applied Chemistry*, 84(2): 377-410

Wang, S., Qian, K., Bi, X., and Huang, W., 2009, Influence of Speciation of Aqueous HAuCl4 on the Synthesis, Structure, and Property of Au Colloids, *J. Phys. Chem*., 340, 6505-6510.

Wasis, 2013, Sintesis dan Karakterisasi Lempung Sintesis Magnetik Mg/Al Hydrotalcite Magnetit. *Skripsi*, Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga, Yogyakarta.

Xiao, L.,Wei, M., Mei, H., and Zihong, C., 2011, The Influence of Ferric Iron in Calcined Nano-Mg/Al Hydrotalcite on Adsorption of Cr(VI) from Aqueous Solution, *Journal of Hazardous Material*, 186: 690-698.

Yang, L., Shahrivari, Z., Liu, P. K. T., Sahimi, M., dan Tsotsis, T. T., 2005, Removal of Trace Levels of Arsenic and Selenium from Aqueous Solutions by Calcinated and Uncalcinated Layered Double Hydroxides, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *44*, 6804–6815.

Zhang, A. , dan Y. Fang, 2007, Desorption Orientations of Methyl Orange on Negatively and Positively Charged Colloidal Silver Particles, *Journal of Colloid and Interface Science* (305): 270-274.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan

1.1 Pembuatan NH_3 5 M

Dikertahui: % Konentrasi NH_3 = 25%

Massa jenis NH_3 = 0,91 g/mL

Mr NH_3 = 17,031 g/mol

i. Perhitungan M larutan NH_3

$$M = \frac{10 \text{ x } \% \text{ larutan x } \rho}{Mr}$$

$$M = \frac{10 \text{ x } 25 \text{ x } 0{,}91 \text{ gram/mol}}{17{,}031 \text{ gram/mol}}$$

$$M = 13{,}38 \text{ M}$$

ii. Volume larutan NH_3 yang diambil

$$V_1 \text{ x } M_1 = V_2 \text{ x } M_2$$

$$V_1 \text{ x } 13{,}38 \text{ M} = 100 \text{ mL x } 5 \text{ M}$$

$$V_1 \text{ x } 13{,}38 \text{ M} = 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{500 \text{ mL}}{13{,}38}$$

$$V_1 = 37{,}3692 \text{ mL}$$

1.2 Pembuatan Larutan NaOH 1 M

$$M = \frac{\text{massa}}{Mr} \text{ x } \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$1\ M = \frac{\text{massa}}{40\ \text{gram/mol}} \text{ x } \frac{1000}{100\ \text{mL}}$$

$$1\ M = \frac{\text{massa}}{40\ \text{gram/mol}} \text{ x } 10$$

$$1\ M \text{ x } 40 \text{ gram/mol} = \text{massa x } 10$$

$$\text{massa} = \frac{1\ M \text{ x } 40 \text{ gram/mol}}{10}$$

$$\text{massa} = 4 \text{ gram}$$

1.3 Pembuatan Limbah Krom 1470 mg/L

$$\text{massa} = \frac{Mr\ K_2CrO_4}{2 \text{ x } Ar\ Cr} \text{ x 1 L x 1470 mg/L}$$

$$\text{massa} = \frac{(2x39{,}098)+(2x51{,}996)+(7x15{,}996)}{2 \text{ x } 51{,}99} \text{ x 1 L x 1470 mg/L}$$

$$\text{massa} = \frac{294{,}16}{103{,}98} \text{ x 1470 mg}$$

$$\text{massa} = 2{,}829 \text{ x 1470 mg}$$

$$\text{massa} = 4158{,}63 \text{ mg}$$

$$\text{massa} = 4{,}158 \text{ gram}$$

1.4 Pembuatan Larutan Kerja Variasi Waktu

Diketahui: volume limbah = 25 mL

volume akuades = 25 mL

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$25 \text{ mL} \times 1470 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L} \; x \; 25 \text{ mL}}{50 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 735 \text{ mg/L}$$

1.5 Pembuatan Larutan Kerja Variasi Konsentrasi

i. Larutan kerja Cr^{6+} (0 mL limbah : 100 mL akuades)

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$0 \text{ mL} \times 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L} \; x \; 0 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 0 \text{ mg/L}$$

ii. Larutan kerja Cr^{6+} (10 mL limbah : 90 mL akuades)

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$10 \text{ mL} \times 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L} \; x \; 10 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 147 \text{ mg/L}$$

iii. Larutan kerja Cr^{6+} (20 mL limbah : 80 mL akuades)

$$V_1 \text{ x } M_1 = V_2 \text{ x } M_2$$

$$20 \text{ mL x } 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL x } M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L } x \text{ } 20 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 294 \text{ mg/L}$$

iv. Larutan kerja Cr^{6+} (30 mL limbah : 70 mL akuades)

$$V_1 \text{ x } M_1 = V_2 \text{ x } M_2$$

$$30 \text{ mL x } 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL x } M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L } x \text{ } 30 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 441 \text{ mg/L}$$

v. Larutan kerja Cr^{6+} (40 mL limbah : 60 mL akuades)

$$V_1 \text{ x } M_1 = V_2 \text{ x } M_2$$

$$40 \text{ mL x } 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL x } M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L } x \text{ } 40 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 588 \text{ mg/L}$$

vi. Larutan kerja Cr^{6+} (50 mL limbah : 50 mL akuades)

$$V_1 \text{ x } M_1 = V_2 \text{ x } M_2$$

$$50 \text{ mL x } 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL x } M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L } x \text{ } 50 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 735 \text{ mg/L}$$

vii. Larutan kerja Cr^{6+} (60 mL limbah : 40 mL akuades)

$$V_1 \text{ x } M_1 = V_2 \text{ x } M_2$$

$$60 \text{ mL x } 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL x } M_2$$

$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L } x \text{ } 60 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 882 \text{ mg/L}$$

viii. Larutan kerja Cr^{6+} (70 mL limbah : 30 mL akuades)

$$V_1 \text{ x } M_1 = V_2 \text{ x } M_2$$

$$70 \text{ mL x } 1470 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL x } M_2$$

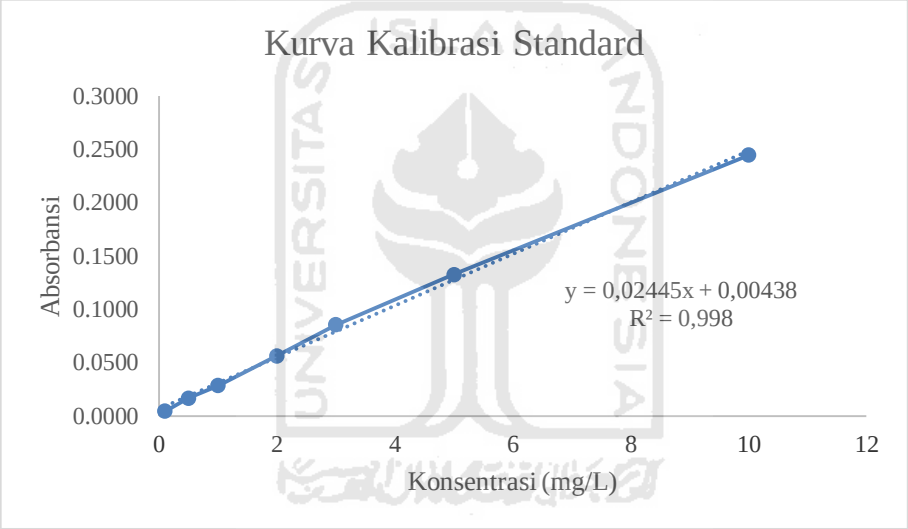
$$M_2 = \frac{1470 \text{ mg/L } x \text{ } 70 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$M_2 = 1029 \text{ mg/L}$$

Lampiran 2. Analisis Data

2.1 Kurva Kalibrasi Standar

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,1	0,0045
0,5	0,0168
1	0,0287
2	0,0566
3	0,0856
5	0,1328
10	0,2445

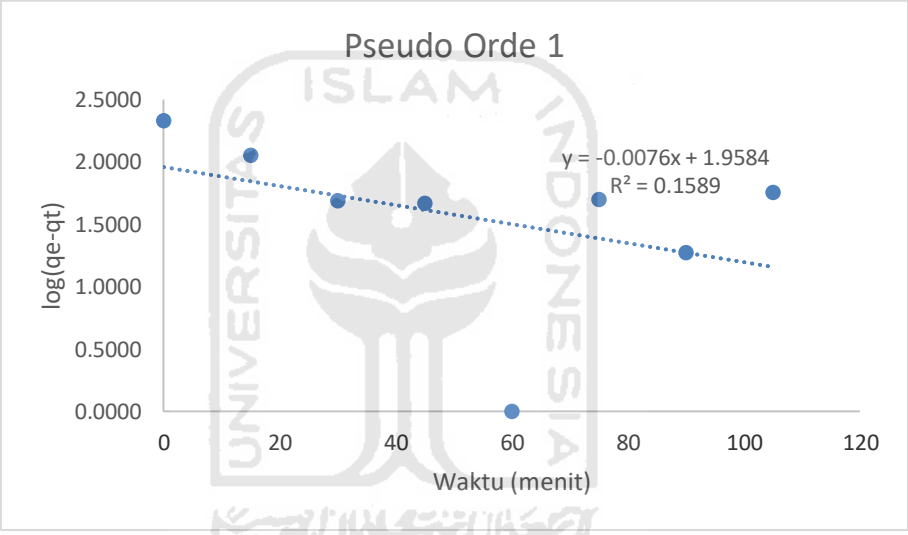


Lampiran 3. Kinetika Adsorpsi

3.1 Penentuan Orde Reaksi

i. Orde reaksi hidrotalsit

t (menit)	Qt	qe opt	qe-qt	log(qe-qt)	t/qt
0	0	215,04	215,04	2,3325	#DIV/0!
15	101,33	215,04	113,71	2,0558	0,1480
30	166,37	215,04	48,67	1,6873	0,1803
45	168,41	215,04	46,63	1,6687	0,2672
60	215,04	215,04	0,00	#NUM!	0,2790
75	165,14	215,04	49,90	1,6981	0,4542
90	196,23	215,04	18,81	1,2744	0,4586
105	158,19	215,04	56,85	1,7547	0,6638



Diperoleh persamaan Pseudo Orde 1 y = -0,0076x + 1,9584 maka dapat dihitung nilai K dan qe.

$$\frac{-K}{2{,}303} = \text{slope}$$

$$\frac{-K}{2{,}303} = -0{,}0076$$

$$-K = -0{,}0076 \times 2{,}303$$

$$-K = -0{,}175028$$

$$K = 0{,}175028 \text{ menit}^{-1}$$

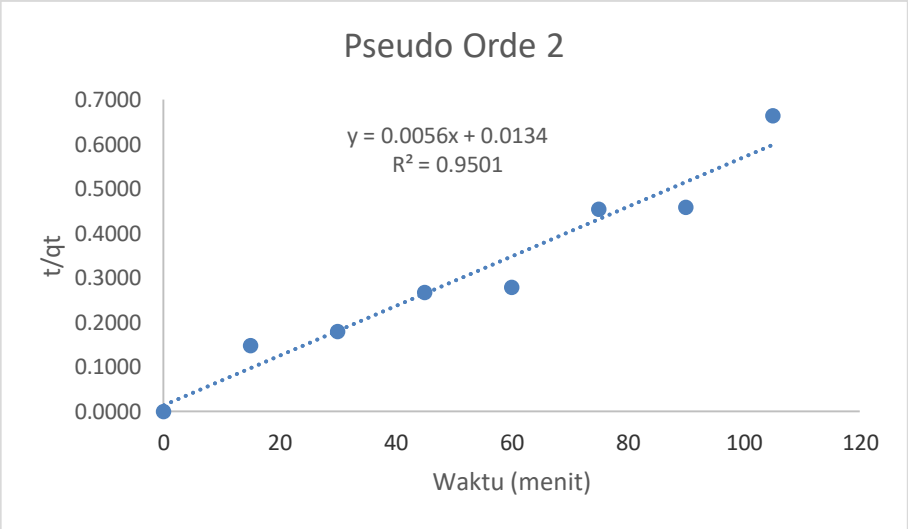
$$y = \log qe$$

$$\log qe = \text{intersep}$$

$$\log qe = 1{,}9584$$

$$qe = 10^{1{,}9584}$$

$$qe = 90{,}8657 \text{ mg/gram}$$



Diperoleh persamaan Pseudo Orde 2 y = 0,0056x + 0,0134 maka dapat dihitung nilai K dan qe.

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{qe}}$ = slope

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{qe}}$ = 0,0056

qe = $\frac{\mathbf{1}}{\mathbf{0{,}0056}}$

qe = 178,57 mg/g

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{n}}$ = intersep

$\frac{1}{\boldsymbol{K\ x\ qe^2}} = \boldsymbol{intersep}$

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{K\ x\ (178{,}57)^2}}$ = 0,0134

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{K\ x\ 31887{,}2449}}$ = 0,0134

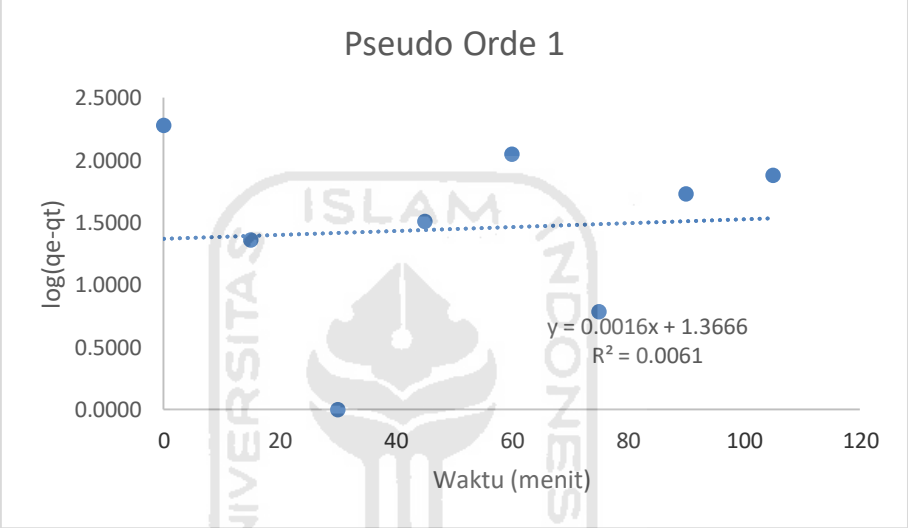
1 = 427,289 x K

K = $\frac{\mathbf{1}}{\mathbf{427{,}289}}$

K = 0,00234 gram mg^{-1} $menit^{-1}$

ii. Orde reaksi hidrotalsit magnetit

t (menit)	Qt	qe opt	qe-qt	log(qe-qt)	t/qt
0	0	189,68	189,68	2,2780	#DIV/0!
15	166,78	189,68	22,90	1,3598	0,08994
30	189,68	189,68	0,00	#NUM!	0,15816
45	157,37	189,68	32,31	1,5093	0,28595
60	78,43	189,68	111,25	2,0463	0,76501
75	183,55	189,68	6,13	0,7875	0,40861
90	135,69	189,68	53,99	1,7323	0,66328
105	113,6	189,68	76,08	1,8813	0,9243



Diperoleh persamaan Pseudo Orde 1 y = 0,0016x + 1,3666 maka dapat dihitung nilai K dan qe.

$$\frac{-K}{2{,}303} = \text{slope}$$

$$\frac{-K}{2{,}303} = 0{,}0016$$

-K = 0,0016 x 2,303

-K = 0,0036848

K = -0,0036848 menit^{-1}

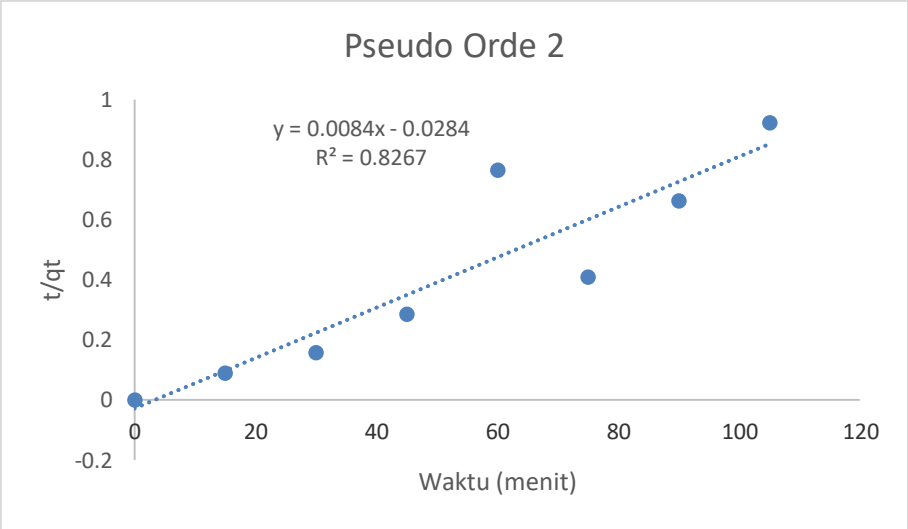
y = log qe

log qe = intersep

log qe = 1,3666

qe = $10^{1,3666}$

qe = 23,2594 ma/gram



Diperoleh persamaan Pseudo Orde 2 y = 0,0056x + 0,0134 maka dapat dihitung nilai K dan qe.

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{qe}}$ = slope

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{qe}}$ = 0,0084

qe = $\frac{\mathbf{1}}{\mathbf{0{,}0084}}$

qe = 119,04 mg/g

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{n}}$ = intersep

$\frac{1}{\boldsymbol{K\ x\ qe^2}}$ = ***intersep***

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{K\ x\ (119{,}04)^2}}$ = -0,0284

$\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{K\ x\ 14170{,}5216}}$ = -0,0284

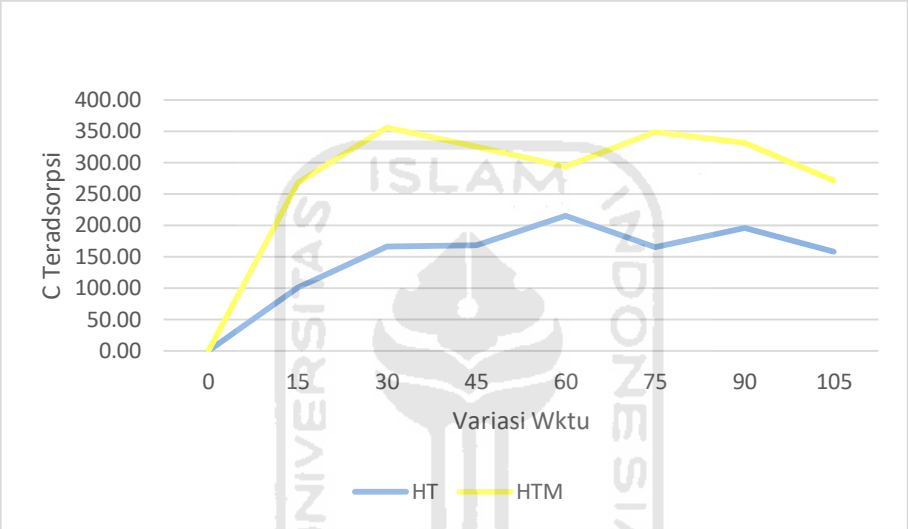
1 = 402,4428 x K

K = $\frac{\mathbf{1}}{\mathbf{402{,}4428}}$

K = 0,0024 gram mg^{-1} $menit^{-1}$

3.2 Penentuan Waktu Optimum

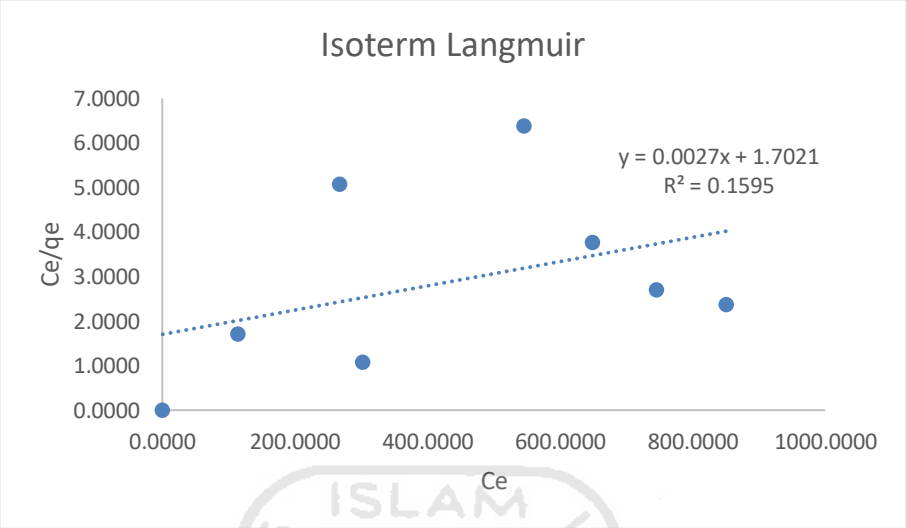
t (menit)	C Ads HT (ppm)	C Ads HTM (ppm)
0	186,82	167,59
15	101,33	166,78
30	166,37	189,68
45	168,41	157,37
60	215,04	78,43
75	165,14	183,55
90	196,23	135,69
105	158,19	113,60



Lampiran 4. Isoterm Adsorpsi

4.1 Penentuan Tipe Isoterm Adsorpsi

i. Tipe isoterm adsorpsi sampel hidrotalsit



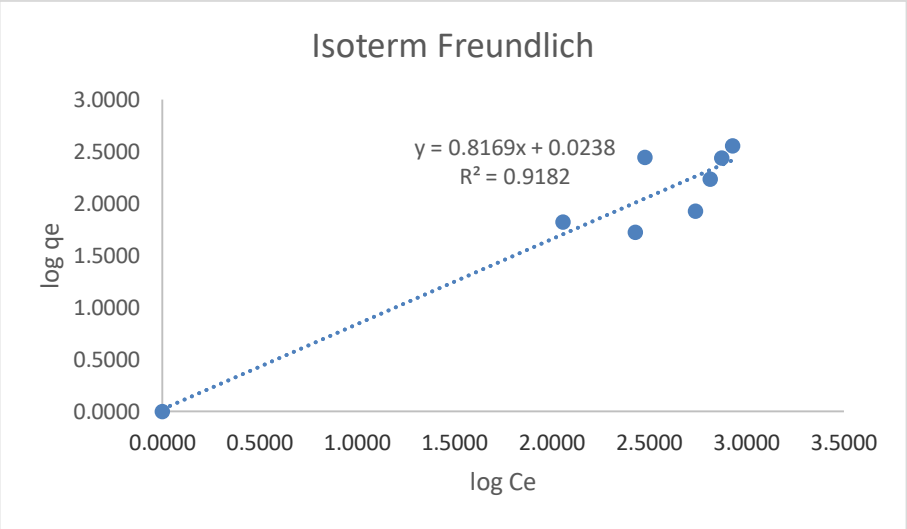
Diperoleh persamaan isoterm Langmuir y = 0,0027x + 1,7021 maka dapat dihitung nilai Q_m dan K_L.

$$\text{Slope} = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{Qm}} \qquad \text{Intersep} = \frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{Kl}\mathbf{Qm}}$$

$$0{,}0027 = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{Qm}} \qquad 1{,}7021 = \frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{KlQm}}$$

$$Q_m = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{0{,}0027}} \qquad K_L = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{1{,}7027}}$$

$Q_m = 370{,}37$ mg/g $\qquad K_L = 0{,}5875$ L/mL



Diperoleh persamaan isoterm Freundlich y = 0,8169x + 0,0238 maka dapat dihitung nilai K_f dan n.

log K_f = intersep

log K_f = 0,0238

K_f = 1,056 mg/g

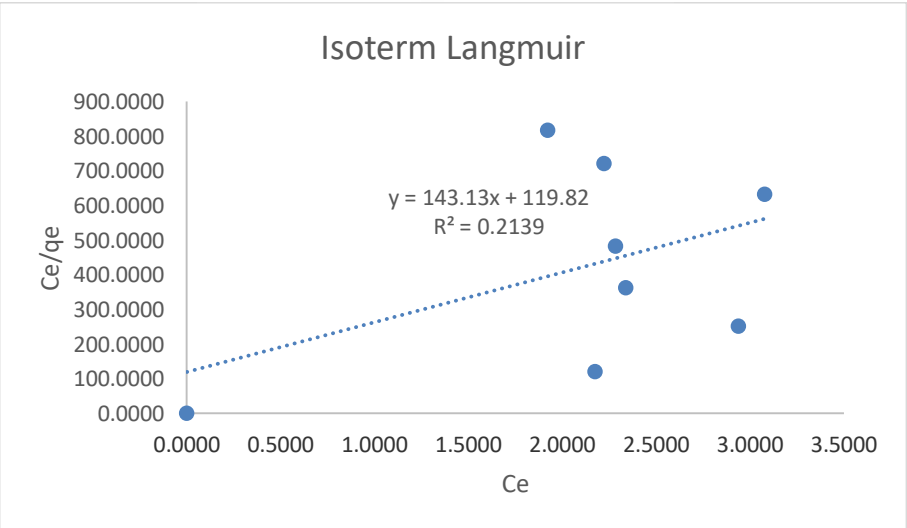
$$\text{Slope} = \frac{1}{n}$$

$$0{,}8169 = \frac{1}{n}$$

$$n = \frac{1}{0{,}8169}$$

$$n = 1{,}224$$

ii. Tipe isoterm adsorpsi sampel hidrotalsit magnetit



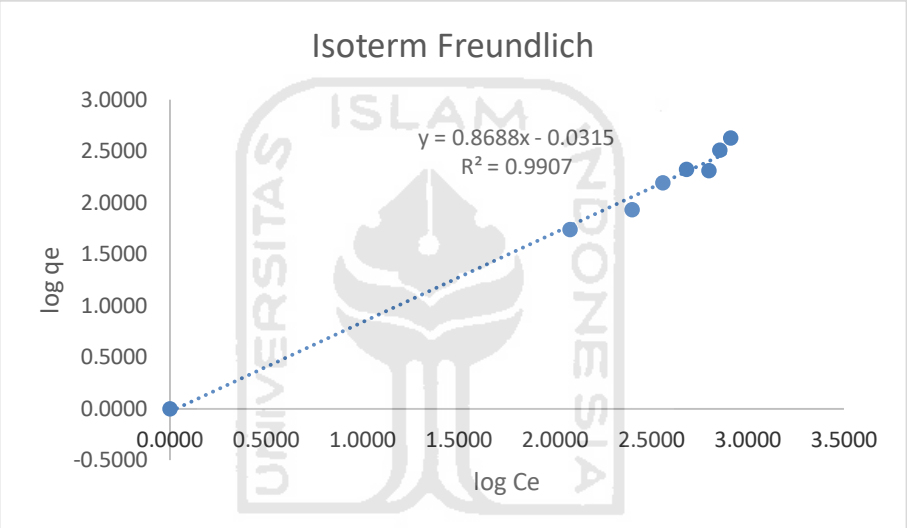
Diperoleh persamaan isoterm Langmuir y = 143,13x + 119,82 maka dapat dihitung nilai Q_m dan K_L.

$$\text{Slope} = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{Qm}} \qquad \text{Intersep} = \frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{Kl}\mathbf{Qm}}$$

$$143{,}13 = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{Qm}} \qquad 119{,}82 = \frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{KlQm}}$$

$$Q_m = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{143{,}13}} \qquad K_L = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{119{,}82}}$$

$Q_m = 0{,}0069$ mg/g $\qquad K_L = 0{,}0083$ L/mL



Diperoleh persamaan isoterm Freundlich y = 0,8688x - 0,0315 maka dapat dihitung nilai K_f dan n.

$\log K_f$ = intersep

$\log K_f = -0{,}0315$

$K_f = 1{,}075$ mg/g

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

$$0{,}8688 = \frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{n}}$$

$$n = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{0{,}8688}}$$

$n = 1{,}151$