

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MAGNETIT (Fe_3O_4)- KITOSAN SEBAGAI ADSORBEN ION Pb^{2+}

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MAGNETITE (Fe_3O_4)- CHITOSAN AS AN ADSORBENT OF Pb^{2+} IONS

Omri, Soerja Koesnarpadi *, Nanang Tri Widodo

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman
Jalan Barong Tongkok, Kampus Gn.Kelua, Samarinda 72123, Kalimantan Timur, Indonesia

* Corresponding Author : soerja.koes@gmail.com

Article History

Submitted : 31 July 2024

Accepted: 20 June 2025

ABSTRACT

Lead is a heavy metal that is generally found in the environment and has a negative impact on organisms in tropical areas. In reducing lead levels, a solution is needed to overcome the dangers of this heavy metal, one of which is the adsorption method using magnetite (Fe_3O_4)-chitosan. In this research, chitosan modified magnetite (Fe_3O_4) was synthesized using the coprecipitation method. The aim of this research is to determine the characteristics of the Fe_3O_4 -chitosan adsorbent using Fourier Transform Infrared (FT-IR), X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and VSM (Vibrating Sample Magnetometer), determining optimum adsorption conditions based on variations pH time, variations in contact time and variations in Pb^{2+} metal concentration and determine the percent absorption and adsorption capacity. The results of FT-IR characterization of Fe_3O_4 -chitosan show the presence of Fe-O and O-H groups from Fe_3O_4 and the appearance of -NH compounds. XRD analysis obtained a diffraction pattern that showed a sharp crystal structure. SEM analysis of Fe_3O_4 -chitosan shows a granular surface morphology. VSM analysis shows that Fe_3O_4 -chitosan is superparamagnetic. The optimum condition for the Fe_3O_4 -chitosan adsorbent in absorbing Pb^{2+} ions is at pH 6 with a contact time of 10 minutes and an optimum concentration of 150 mg/L with an adsorption capacity of 63.62 mg/g.

Keywords: Lead, Adsorption, Magnetite (Fe_3O_4)-Chitosan.

1. PENDAHULUAN

Kalimantan Timur merupakan salah satu penghasil tambang yang memiliki potensi sumber daya alam yang kaya di Indonesia. Minyak mentah, emas, intan dan batubara adalah beberapa hasil tambang yang berskala besar setiap tahunnya. Tambang batubara merupakan hasil tambang paling banyak yang berasal dari Kalimantan Timur sekarang ini.¹ Kalimantan Timur memiliki cadangan batubara sebesar 37,5 miliar ton atau 35,7% dari cadangan batubara nasional dan merupakan provinsi yang paling aktif dan progresif dalam melakukan penambangan batubara dibandingkan provinsi lain.² Namun, di samping besarnya kontribusi batubara terhadap PDRB (Produk Domestik Regional Bruto) Kalimantan Timur, penambangan batubara dengan metode terbuka membawa dampak negatif bagi lingkungan. Limbah pencucian batubara diduga mengandung zat-zat yang sangat berbahaya apabila masuk ke dalam tubuh seperti merkuri dan timbal yang merupakan logam berat yang menyebabkan kanker.³

Timbal merupakan logam berat yang umumnya banyak ditemukan pada lingkungan dan memiliki dampak negatif terhadap organisme pada tingkatan tropik.⁴ Logam timbal (Pb) akan terabsorpsi dalam tubuh, terakumulasi di dalam jaringan lunak (ginjal, hati dan otak) dan ke jaringan keras (rambut, gigi, tulang dan kuku) serta terekskresikan melalui keringat,

This is an open-access article under the [CC-BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license.



urine dan feses.⁵ Dalam pengurangan kadar timbal, diperlukan solusi untuk mengatasi bahaya logam berat tersebut, salah satunya dengan metode adsorpsi menggunakan magnetit (Fe_3O_4)-kitosan. Raza *et al.*,⁶ menggunakan magnetit (Fe_3O_4)-kitosan sebagai adsorben untuk menghilangkan kontaminan arsen dalam air.

Kitosan dapat digunakan sebagai matriks polimer untuk menggabungkan adsorben lain untuk memperoleh komposit dengan sifat fungsional yang lebih baik. Fe_3O_4 dianggap berguna sebagai adsorben logam karena mampu membentuk kompleks dengan biaya yang relatif murah. Magnetit (Fe_3O_4)-kitosan dapat digunakan sebagai adsorben untuk ion logam berat dan metaloid karena memiliki afinitas yang tinggi terhadap kitosan dan memiliki reaktivitas yang tinggi.⁷ Komposit kitosan dengan magnetit mendukung pembentukan ikatan hidrogen antara hidrogen dari kitosan yang bermuatan parsial positif dengan oksigen pada Fe_3O_4 yang bermuatan parsial negatif, sehingga meningkatkan kombinasi permukaan antara kitosan dengan Fe_3O_4 .⁸ Terdapat banyak cara untuk mensintesis Fe_3O_4 -kitosan secara kimia salah satunya yaitu metode kopresipitasi di mana metode kopresipitasi adalah pengendapan secara serentak antara Fe_3O_4 dengan kitosan hingga mencapai titik kejenuhan.⁹ Penggabungan polimer kitosan dan Fe_3O_4 dapat menggunakan metode ikatan silang dengan zat pengikat silang untuk memperoleh luas permukaan dan magnetisasi yang lebih baik.¹⁰

Berdasarkan latar belakang di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui hasil modifikasi magnetit (Fe_3O_4)-kitosan menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan agen pengikat silang. Modifikasi magnetit (Fe_3O_4)-kitosan digunakan untuk mengurangi ion Pb^{2+} dan dilakukan uji karakterisasi dengan menggunakan beberapa alat instrumentasi seperti *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS), *X-Ray Diffraction* (XRD) *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Fourier Transform Infra-Red* (FT-IR), dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

2. METODE

2.1 Alat dan Bahan

2.1.1. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu alat-alat gelas, spektrofotometer AAS GBC XplorAA Dual SavantAA Flame, FT-IR, XRD, SEM, VSM, spektrofotometer UV-Vis Orion Aquamate 8100, oven, magnetic stirrer, pH meter, ayakan 100 mesh, orbital shaker Kalstein YR 05765, hot plate, tiang statif, klem, timbangan analitik dan magnet.

2.1.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah akuades, kitosan, kertas saring, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 0,1 M, CH_3COOH 2%, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, NH_4OH 25% dan methylene blue.

2.2 Prosedur Penelitian

2.2.1. Sintesis Magnetit (Fe_3O_4)

Magnetit dibuat dengan menggunakan metode kopresipitasi menggunakan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan mol 3:2 di mana $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 8,1 gram dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 5,56 gram. Kemudian, masing-masing dilarutkan dengan 50 mL akuades dan dicampurkan kedua larutan. Campuran dihomogenkan dengan magnetic stirrer dengan suhu 90°C selama 30 menit sambil ditetesi dengan larutan NH_4OH 25% sedikit demi sedikit sebanyak 60 mL¹². Residu disaring dan diambil lalu dibilas dengan menggunakan akuades hingga pH netral. Residu dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 2 jam, digerus dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh. Dikarakterisasi magnetit (Fe_3O_4) dengan menggunakan FT-IR, XRD, SEM dan VSM.

2.2.2. Sintesis Magnetit (Fe_3O_4)-Kitosan

Sebanyak 0,8 gram kitosan dilarutkan ke dalam 40 mL asam asetat 2% dan diaduk selama 1 jam hingga diperoleh gel kitosan. Ditimbang $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 8,1 gram dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 5,56 gram. Kemudian, masing-masing dilarutkan dengan 50 mL akuades dan dicampurkan kedua larutan. Larutan $\text{Fe}(\text{II})$ dan $\text{Fe}(\text{III})$ yang telah diperoleh ditambahkan ke dalam gel kitosan dan diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam.¹¹ Ditambahkan larutan

$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 0,1 M sebanyak 10 mL dan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 90°C selama 30 menit sambil ditetesi dengan NH_4OH 25% sebanyak 60 mL. Residu disaring dan diambil lalu dibilas dengan menggunakan akuades hingga pH netral¹². Residu dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 2 jam, digerus dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh. Dikarakterisasi Magnetit (Fe_3O_4)-kitosan dengan menggunakan FT-IR, XRD, SEM dan VSM.

2.2.3. Penentuan Luas Permukaan dengan Methylene Blue

Kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam 50 mL *methylene blue* 50 mg/L dan diaduk dengan *shaker* selama 30 menit, kemudian disaring. Konsentrasi *methylene blue* pada filtrat dihitung dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 662 nm. Berdasarkan (Oliviani *et al.*, 2023), luas permukaan dapat dihitung dengan menggunakan **Persamaan 1** dan **2**.¹³

$$X_m = \frac{V \times C}{W} \quad \text{Persamaan 1}$$

$$\text{Luas Permukaan} = \frac{X_m \times N \times A}{M_r} \quad \text{Persamaan 2}$$

Keterangan:

- X_m : Kapasitas adsorpsi (mg/g)
 V : Volume larutan (L)
 C : Konsentrasi *methylene blue* yang teradsorpsi (mg/L)
 N : Bilangan avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ molekul/mol)
 A : Luas penampang *methylene blue* (197×10^{-20} m²/molekul)
 M_r : Massa relatif *methylene blue* (g/mol)
 W : Massa adsorben (g)

2.2.4. Optimasi Proses Adsorpsi Logam Pb^{2+} dengan Kitosan, Magnetit (Fe_3O_4) dan Magnetit (Fe_3O_4)-Kitosan

2.2.4.1. Pengaruh pH

Padatan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan masing-masing sebanyak 0,05 gram ditambahkan ke dalam 25 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 10 mg/L dengan variasi pH 3, 4, 5 dan 6. Campuran di *shaker* selama 60 menit dan dipisahkan dengan menggunakan kertas saring. Ditentukan konsentrasi Pb^{2+} pada filtrat dengan menggunakan AAS dan dihitung persen adsorpsi.

2.2.4.2. Pengaruh Waktu Kontak

Padatan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan masing-masing sebanyak 0,05 gram ditambahkan ke dalam 25 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 10 mg/L dengan menggunakan pH optimum. Campuran di *shaker* selama 10, 15, 30, 45, 60, 70 dan 80 menit dan dipisahkan dengan menggunakan kertas saring. Ditentukan konsentrasi Pb^{2+} pada filtrat dengan menggunakan AAS dan dihitung persen adsorpsi.

2.2.4.3. Pengaruh Konsentrasi Ion Pb^{2+}

Padatan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan masing-masing sebanyak 0,05 gram ditambahkan ke dalam 25 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan variasi konsentrasi 10, 20, 40, 60, 80 dan 100 mg/L pada pH optimum. Campuran di *shaker* dengan waktu optimum dan dipisahkan dengan menggunakan kertas saring. Ditentukan konsentrasi Pb^{2+} pada filtrat dengan menggunakan AAS dan dihitung persen adsorpsi.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sintesis Magnetit (Fe_3O_4) dan Magnetit (Fe_3O_4)-Kitosan

Sintesis magnetit dilakukan menggunakan metode kopresipitasi dengan menggabungkan antara Fe(II) dan Fe(III) dengan perbandingan rasio mol Fe(II):Fe(III) 2:3 di mana digunakan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebagai penyedia Fe(II) dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai penyedia Fe(III). Fe(II):Fe(III) digunakan perbandingan rasio mol 2:3 untuk menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan meningkatkan sifat kemagnetan. Pembuatan magnetit dengan metode kopresipitasi dalam penelitian ini menggunakan NH_4OH sebagai agen pengendap. Sintesis magnetit (Fe_3O_4)-kitosan dilakukan dengan menggunakan metode yang sama yaitu dengan menggunakan metode kopresipitasi. Larutan $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ digunakan sebagai agen pengikat silang (*cross linker*) yang bertujuan untuk membentuk ikatan antara Fe_3O_4 dengan kitosan

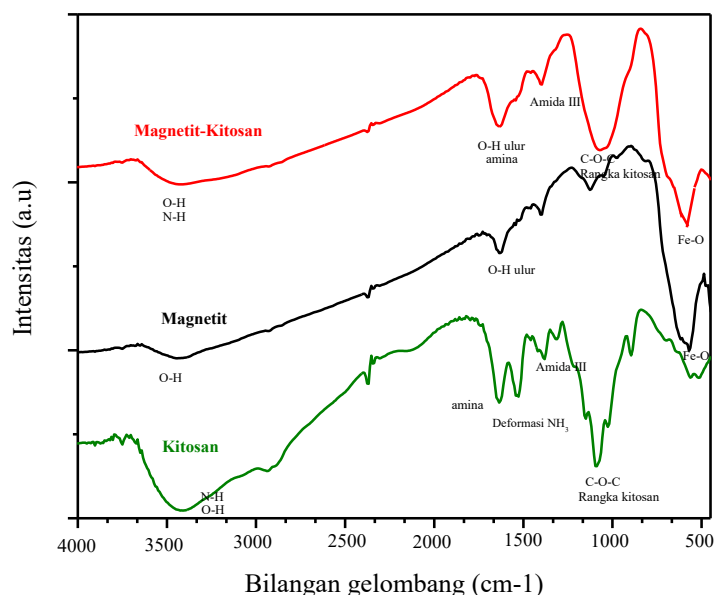
yang lebih kuat sehingga diperoleh luas permukaan dan magnetisasi saturasi partikel Fe_3O_4 -kitosan yang lebih besar. Magnetit dan Fe_3O_4 -kitosan yang dihasilkan dalam sintesis tersebut berupa padatan berwarna hitam yang dapat dilihat dalam **Gambar 1**.



Gambar 1. Magnetit (Fe_3O_4) dan magnetit (Fe_3O_4)-kitosan

3.2 Karakterisasi dengan Menggunakan FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) merupakan instrumen yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dan bilangan gelombang yang sesuai pada kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan. **Gambar 2** menunjukkan hasil karakterisasi yang diperoleh.



Gambar 2. Spektra FT-IR kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan

Berdasarkan dari hasil FT-IR pada **Gambar 2** dan **Tabel 1**, menunjukkan adanya persamaan pada spektrum kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan pada bilangan gelombang tertentu. Pada spektra kitosan menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang $3441,01\text{ cm}^{-1}$ yang mengalami ikatan hidrogen yang ditandai dengan adanya gugus O-H dan adanya gugus N-H amina, sedangkan pada spektra Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan memiliki pita serapan pada bilangan gelombang $3425,58\text{ cm}^{-1}$ di mana pada Fe_3O_4 -kitosan mengalami pergeseran bilangan gelombang yang disebabkan adanya senyawa Fe-O dari Fe_3O_4 . Pada spektra kitosan muncul N-H amina pada bilangan gelombang 1651 cm^{-1} dan pada Fe_3O_4 -kitosan muncul pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} . Pada spektra kitosan menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang $1427,32\text{ cm}^{-1}$ yaitu gugus C-H sedangkan pada Fe_3O_4 -kitosan gugus C-H muncul pada bilangan gelombang $1404,18\text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang 1404 cm^{-1} muncul C-N amida pada spektra kitosan dan Fe_3O_4 -kitosan. Spektra kitosan menunjukkan adanya gugus C-O-C pada bilangan gelombang $1080,14\text{ cm}^{-1}$ sedangkan pada spektra Fe_3O_4 -kitosan terlihat pada bilangan gelombang $1026,13\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan

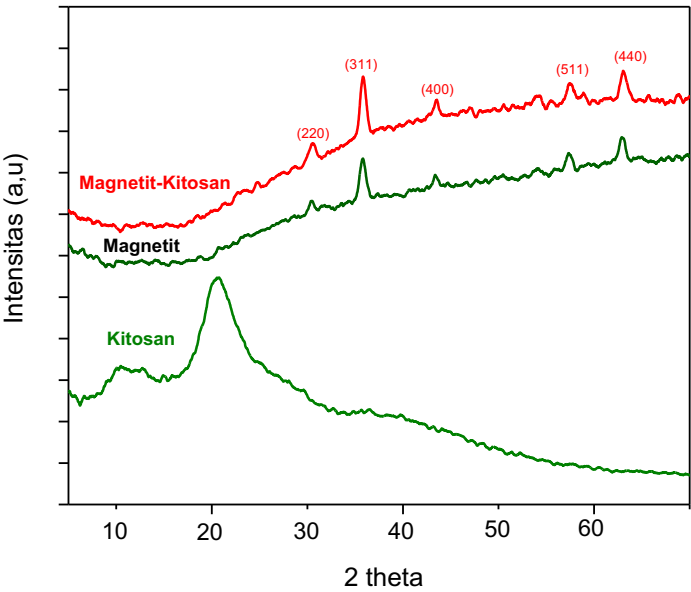
adanya penurunan intensitas yang ditandai dengan pergeseran bilangan gelombang yang menandakan bahwa adanya ikatan dengan senyawa Fe_3O_4 dengan *cross linker*. Pada spektrum Fe_3O_4 muncul puncak daerah baru pada gugus Fe-O di daerah bilangan gelombang $570,93\text{ cm}^{-1}$ karena adanya logam Fe yang bermuatan positif sedangkan pada spektra Fe_3O_4 -kitosan muncul gugus Fe-O pada bilangan gelombang $586,36\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan terjadinya ikatan antara Fe_3O_4 dengan kitosan yang memiliki banyak gugus fungsi yang bermuatan negatif sehingga terjadi pergeseran bilangan gelombang.

Tabel 1. Gugus fungsi dan bilangan gelombang pada kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan

| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang (cm^{-1}) | | | |
|-----------------------------------|---|---------|-------------------------|----------------------------------|
| | Literatur | Kitosan | Fe_3O_4 | Fe_3O_4 -Kitosan |
| O-H dan N-H (<i>stretching</i>) | 3750-3000 ¹⁴ | 3441,01 | 3425,58 | 3425,58 |
| N-H (amina) | 1650-1575 | 1651 | - | 1635 |
| C-H alkana | 1465-1379 | 1427,32 | - | 1404,18 |
| C-N (amida) | 1450-1200 | 1404 | - | 1404 |
| C-O-C Fenolik | 1300-900 | 1080,14 | - | 1026,13 |
| Fe-O | 610-500 ¹⁵ | - | 570,93 | 586,36 |

3.3. Karakterisasi dengan Menggunakan XRD (X-Ray Diffraction)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin pada kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan. **Gambar 3** menunjukkan hasil karakterisasi yang diperoleh.



Gambar 3. Analisa XRD kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan

Berdasarkan hasil yang telah diperoleh menggunakan XRD pada rentang sudut difraksi 2 theta $0-70^\circ$ menunjukkan puncak difraktogram kitosan diperoleh pola difraksi 2θ sebesar $22,55^\circ$ dengan bentuk puncak yang melebar yang menunjukkan bahwa kitosan berbentuk *amorf*. Pada difraktogram Fe_3O_4 diperoleh nilai 2θ sesuai dengan data standar JCPDS-ICDD No. 07-0322 yakni sudut 2θ sebesar $30,37^\circ$, $35,79^\circ$, $43,46^\circ$, $56,84^\circ$ dan $62,95^\circ$ dari refleksi (220), (311), (400), (511) dan (440) dengan puncak difraksi yang relatif tajam yang menandakan bahwa Fe_3O_4 berbentuk kristal. Sedangkan pada hasil analisa XRD Fe_3O_4 -kitosan dengan puncak difraksi 2θ sebesar $30,25^\circ$, $36,01^\circ$, $43,41^\circ$, $56,98^\circ$ dan $62,31^\circ$ di mana pola difraksi

yang dihasilkan memiliki kemiripan dengan magnetit dengan bentuk kristal namun pada pola difraksi Fe_3O_4 -kitosan terdapat kenaikan intensitas. Hal tersebut menunjukkan bahwa pada Fe_3O_4 -kitosan terjadi interaksi yang kuat antara partikel Fe_3O_4 dengan kitosan namun tidak sampai mempengaruhi struktur kristal dari Fe_3O_4 . Perbandingan data analisa XRD kitosan Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan Pola Difraksi Oksida Besi Hasil Pengukuran dan Data JCPDS-ICDD No. 07-0322 untuk Fe_3O_4 disajikan pada **Tabel 2**.

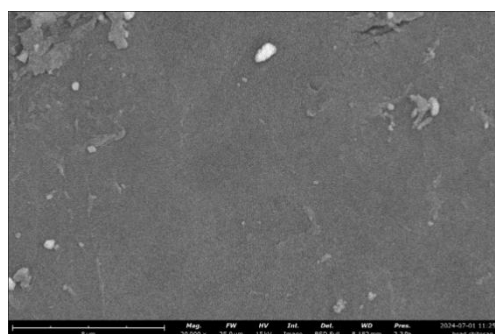
Tabel 2. Perbandingan data analisa XRD kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan pola difraksi oksida besi hasil pengukuran dan data JCPDS-ICDD No. 07-0322 untuk Fe_3O_4

| 2 Theta (Derajat) | | |
|-------------------------------------|----------------------------------|-----------------------------|
| Data Pola Difraksi Hasil Pengukuran | | Data JCPDS-ICDD No. 07-0322 |
| Fe_3O_4 | Fe_3O_4 -Kitosan | |
| 30,37 | 30,25 | 30,42 |
| 35,79 | 36,01 | 35,75 |
| 43,46 | 43,41 | 43,45 |
| 56,84 | 56,98 | 56,9 |
| 62,95 | 62,31 | 62,9 |

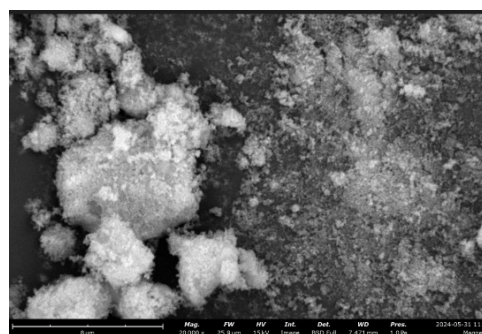
3.4. Karakterisasi Menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy)

Scanning Electron Microscopy (SEM) dapat digunakan untuk menentukan bentuk morfologi permukaan dan komposisi dalam kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan. Pada **Gambar 4** menunjukkan data yang dihasilkan.

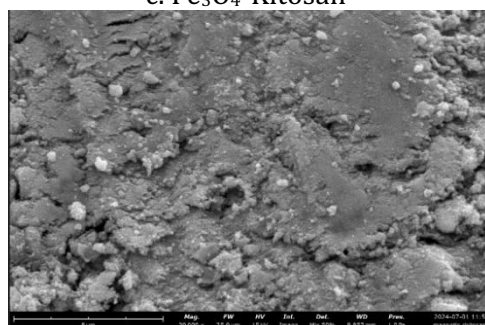
a. Kitosan



b. Fe_3O_4 (Magnetit)



c. Fe_3O_4 -Kitosan



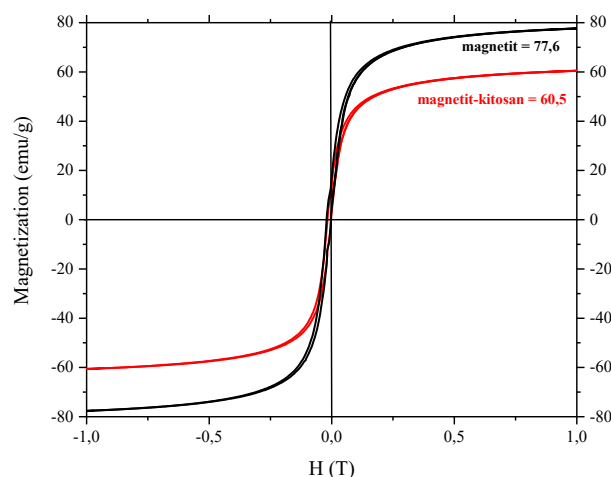
Gambar 4. Hasil analisa SEM dengan perbesaran 20.000x **a)** Kitosan; **b)** Fe_3O_4 ; **c)** Fe_3O_4 -kitosan

Berdasarkan dari gambar hasil analisa SEM tersebut, pada adsorben kitosan diperoleh bentuk morfologi permukaan halus dan rata. Pada Fe_3O_4 diperoleh struktur morfologi dengan bentuk permukaan yang homogen yang ditandai dengan terbentuknya partikel-partikel kecil

yang hampir sama. Pada Fe_3O_4 -kitosan diperoleh bentuk permukaan yang lebih halus dibandingkan struktur Fe_3O_4 dengan membentuk granul yang disebabkan oleh perpaduan antara kitosan dengan Fe_3O_4 di mana terjadi distribusi Fe_3O_4 pada permukaan kitosan.

3.5. Karakterisasi dengan Menggunakan VSM (Vibrating Sample Magnetometer)

Sifat kemagnetan magnetit (Fe_3O_4) dapat diukur dengan menggunakan alat VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) yang bertujuan untuk mengukur sifat kemagnetan dari senyawa Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan yang telah dibuat. Diperoleh hasil yang disajikan pada **Gambar 5**.



Gambar 5. Kurva magnetisasi magnetit dan magnetit-kitosan dengan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*)

Berdasarkan **Gambar 5**, diperoleh diagram sampel mirip dengan huruf S dan bentuk diagram yang melengkung menunjukkan sifat super paramagnetik sampel. Nilai magnetisasi sampel yang dihasilkan dari momen magnet Fe_3O_4 sebesar 77,6 emu/g dan Fe_3O_4 -kitosan sebesar 60,5 emu/g yang menunjukkan adanya penurunan sifat kemagnetan setelah dimodifikasi diakibatkan sifat dari kitosan yang non magnetik sehingga menurunkan presentase kemagnetan dibandingkan Fe_3O_4 yang murni. Nilai momen magnet dari Fe_3O_4 mengakibatkan sifat super paramagnetik Fe_3O_4 yang tinggi akan memudahkan dalam pemisahan dari lingkungan oleh magnet eksternal.

3.6. Penentuan Luas Permukaan dengan Methylene Blue

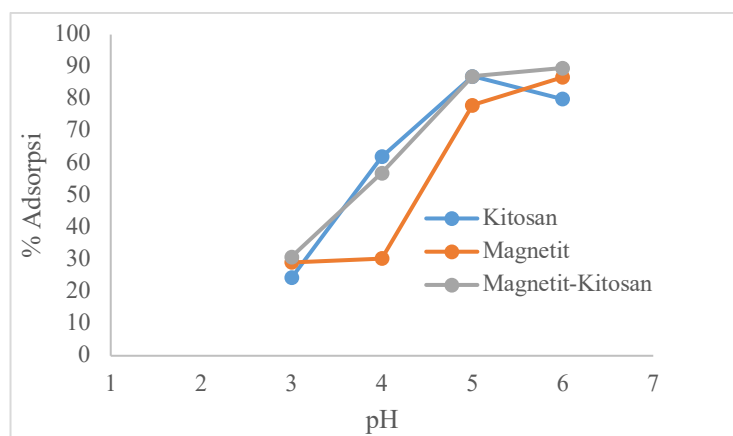
Uji luas permukaan dilakukan dalam penelitian ini menggunakan adsorben kitosan, Fe_3O_4 , dan magnetit (Fe_3O_4)-kitosan sebanyak 0,1 gram dalam 50 mL larutan *methylene blue* dengan konsentrasi 50 mg/L yang diukur dengan spektrofotometer UV pada panjang gelombang optimum yaitu 622 nm.

Berdasarkan data yang telah didapatkan, diperoleh luas permukaan adsorben kitosan, Fe_3O_4 , dan magnetit (Fe_3O_4)-kitosan secara berturut-turut sebesar 87,51 m²/g, 87,80 m²/g dan 89,34 m²/g, di mana semakin besar luas permukaan maka semakin besar persen adsorpsi dan kapasitas adsorpsi adsorben sehingga mampu menyerap lebih banyak adsorbat. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa hasil modifikasi Fe_3O_4 -kitosan memiliki luas permukaan yang lebih besar sehingga semakin banyak *methylene blue* yang dapat teradsorpsi dibandingkan adsorben Fe_3O_4 dan kitosan yang murni. Hal ini dikarenakan semakin banyaknya gugus fungsi yang terdapat dalam komposit yakni gugus aktif FeOH dari Fe_3O_4 dan gugus -OH dan -NH₂ dari kitosan yang mampu menyerap *methylene blue*. Menurut (Rohamat *et al.*, 2023), adsorben yang baik adalah adsorben yang memiliki luas permukaan yang tinggi dan volume mikropori yang tinggi serta memiliki jaringan pori yang cukup besar sehingga memudahkan proses difusi ke dalam adsorben.¹⁶

3.7. Uji Kemampuan Penyerapan Kitosan, Magnetit (Fe_3O_4) dan Magnetit (Fe_3O_4)-Kitosan pada Logam Pb^{2+}

3.7.1. Penentuan pH Optimum Ion Pb^{2+}

Uji adsorpsi dilakukan dalam penelitian ini dengan tujuan untuk menentukan pH optimum dari adsorbat ion logam Pb^{2+} yang diadsorpsi dengan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan, menggunakan 0,05 gram padatan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan, dalam 25 mL larutan ion logam Pb^{2+} dengan konsentrasi masing-masing larutan 10 mg/L. Untuk mendapatkan data grafik pengaruh pH terhadap jumlah adsorbat ion logam Pb^{2+} , maka diperoleh grafik yang disajikan pada **Gambar 7**.



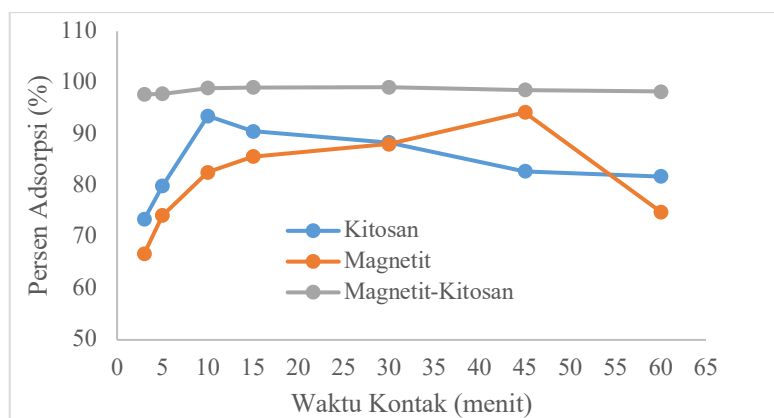
Gambar 7. Pengaruh pH terhadap jumlah ion Pb^{2+} yang teradsorpsi oleh kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan

Berdasarkan **Gambar 7**, diperoleh pH optimum dari hasil adsorpsi ion Pb^{2+} menggunakan kitosan pada pH 5 sebesar 87,04% sedangkan Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan berada pada pH 6 dengan persen adsorpsi yang diperoleh secara berturut-turut sebesar 86,73% dan 89,60%. Pada grafik tersebut terlihat bahwa kenaikan pH akan mempengaruhi kenaikan persen adsorpsi karena pada pH rendah akan menurunkan kemampuan pertukaran ion dan kompleksasi yang lebih rendah akan menurunkan serapan ion Pb^{2+} . Pada adsorben kitosan diperoleh pH 5 sebagai pH optimum di mana pada pH tersebut ion logam diduga memiliki afinitas lebih tinggi untuk berikatan dengan gugus fungsi pada kitosan sehingga terjadi peningkatan ion logam yang teradsorpsi. Sedangkan pada pH 6 akan mengalami penurunan karena pada pH yang tinggi menyebabkan ion $-\text{OH}$ sulit berikatan dengan gugus aktif dari kitosan sehingga proses adsorpsi akan menurun.¹⁷ Pada adsorben Fe_3O_4 diperoleh pH 6 sebagai pH optimum, jika $\text{pH} < 6$ maka Fe_3O_4 akan cenderung bermuatan positif membentuk (FeOH_2^+) sedangkan menurut (Agnestisia, 2017) pada pH 6 ke atas situs aktif yakni FeOH pada Fe_3O_4 akan cenderung bermuatan negatif membentuk FeO^- yang dapat berinteraksi dengan logam Pb^{2+} yang bersifat kationik sehingga semakin besarnya peluang Pb^{2+} yang bermuatan positif dan mengalami ikatan elektrostatis untuk mengalami ikatan dengan situs aktif dari permukaan Fe_3O_4 yang bersifat negatif.¹⁸ Pada adsorben Fe_3O_4 -kitosan diperoleh pH optimum pada pH 6. Hal ini dikarenakan pada $\text{pH} < 6$ gugus fungsi pada Fe_3O_4 akan terprotonasi, sehingga akan terjadi tolakan elektrostatis antar gugus fungsi yang terprotonasi pada Fe_3O_4 dengan ion Pb^{2+} yang bersifat kationik. Sedangkan pada pH 6 gugus FeOH akan terdeprotonasi menjadi FeO^- yang dapat meningkatkan interaksi antara ion Pb^{2+} yang bermuatan positif.¹⁹

3.7.2. Penentuan Waktu Kontak Optimum Ion Pb^{2+}

Uji adsorpsi dilakukan dalam penelitian ini dengan tujuan untuk menentukan waktu kontak optimum dari adsorbat ion logam Pb^{2+} yang diadsorpsi dengan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan, menggunakan 0,05 gram padatan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan, dalam 25 mL larutan ion logam Pb^{2+} dengan konsentrasi masing-masing larutan 10 mg/L. Untuk

mendapatkan data grafik pengaruh waktu kontak terhadap jumlah adsorbat ion logam Pb^{2+} , maka diperoleh grafik sebagaimana yang ditampilkan pada **Gambar 8**.



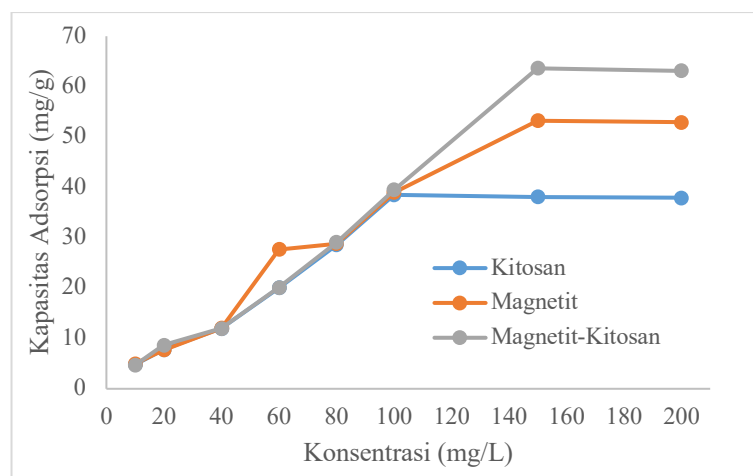
Gambar 8. Pengaruh waktu kontak terhadap jumlah ion Pb^{2+} yang teradsorpsi oleh kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan

Berdasarkan **Gambar 8**, diperoleh waktu optimum pada adsorben kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan secara berturut-turut 10 menit, 45 menit dan 10 menit dengan persen adsorpsi yang dihasilkan masing-masing 93,53%, 94,22% dan 98,95%. Pada adsorben kitosan, diperoleh data terjadi kenaikan persen adsorpsi dari menit ke 0 hingga 10 menit sehingga diperoleh waktu kontak optimum pada waktu kontak 10 menit. Hal ini dikarenakan pada awal proses adsorpsi, pori adsorben kitosan masih kosong sehingga seiring kenaikan waktu kontak terjadi kenaikan persen adsorpsi. Pada menit ke 10 hingga 60 menit terjadi penurunan persen adsorpsi seiring dengan lamanya waktu kontak pada waktu, hal ini terjadi karena kitosan telah mencapai titik optimum pada waktu kontak 10 menit sehingga akan menurunkan daya serap kitosan di mana kondisi optimum terjadi karena gugus fungsi telah melampaui ambang batas penyerapan logam yang menyebabkan $-NH_2$ tidak dapat berikatan dengan ion Pb^{2+} .²⁰ Selain itu, lamanya waktu kontak akan menyebabkan kekentalan (viskositas) pada kitosan akan semakin tinggi. Sebaliknya, waktu kontak akan memberikan waktu gugus amino pada kitosan untuk mengikat logam Pb^{2+} di mana semakin lama waktu kontak dengan kitosan maka semakin banyak kadar ion logam yang diikat oleh gugus amino. Pada adsorben Fe_3O_4 , terjadi kenaikan persen adsorpsi dari waktu kontak 0 menit hingga 45 menit dan terjadi penurunan pada waktu kontak 60 menit sehingga diperoleh waktu kontak optimum pada waktu 45 menit. Menurut (Agnestisia, 2017), hal tersebut sesuai dengan konsep adsorpsi di mana semakin lama waktu kontak yang diperlukan maka akan semakin banyak zat yang teradsorpsi, tetapi jumlah zat terlarut yang diadsorpsi akan mencapai batas pada waktu tertentu karena terjadi kejenuhan pada permukaan magnetit di mana adsorben tidak mampu lagi mengadsorpsi.¹⁸ Pada adsorben Fe_3O_4 -kitosan, diperoleh persen adsorpsi dengan perbedaan yang tidak terlalu signifikan yang ditandai dengan grafik yang landai di mana terjadi kenaikan persen adsorpsi dari waktu kontak 3 menit hingga 10 menit di mana pada waktu kontak 15 menit hingga 60 menit diperoleh bentuk kurva yang landai sehingga diperoleh waktu kontak optimum pada waktu ke 10 menit. Menurut (Cheraghipour & Pakshir, 2020), terjadi kenaikan kapasitas adsorpsi disebabkan karena ketersediaan situs aktif dari adsorben masih banyak yang memberikan ruang pada permukaan adsorben untuk berinteraksi dengan ion Pb^{2+} dan pada waktu kontak 10 menit proses adsorpsi yang terjadi telah mencapai keadaan setimbang.¹⁹

3.7.2. Penentuan Konsentrasi Optimum Ion Pb^{2+}

Uji adsorpsi dilakukan dalam penelitian ini dengan tujuan untuk menentukan kapasitas adsorpsi optimum dari adsorbat ion logam Pb^{2+} yang diadsorpsi dengan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan, menggunakan 0,05 gram padatan kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan, dalam 25 mL larutan ion logam Pb^{2+} dengan menggunakan pH dan waktu kontak optimum. Untuk

mendapatkan data grafik konsentrasi terhadap jumlah adsorbat ion logam Pb^{2+} , maka diperoleh grafik seperti yang ditampilkan pada **Gambar 9**.



Gambar 9. Pengaruh konsentrasi terhadap jumlah ion Pb^{2+} yang teradsorpsi oleh kitosan, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan

Berdasarkan **Gambar 9**, diperoleh kapasitas adsorpsi optimum pada adsorben kitosan sebesar 100 mg/L sedangkan pada Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan sebesar 150 mg/L dengan kapasitas adsorpsi secara berturut-turut sebesar 38,5 mg/g, 53,21 mg/g dan 63,62 mg/g. Berdasarkan data tersebut, terjadi peningkatan kapasitas adsorpsi dari ketiga adsorben seiring dengan kenaikan konsentrasi. Hal ini dapat terjadi karena semakin tinggi konsentrasi adsorbat, maka akan semakin tinggi laju adsorpsinya. Namun, pada kondisi tertentu akan menjadi stabil karena telah mencapai titik jenuh sehingga terjadi proses kesetimbangan. Jumlah logam Pb^{2+} yang teradsorpsi juga dipengaruhi oleh adanya gugus aktif dari adsorben yang digunakan. Jika gugus aktif dari adsorben belum jenuh, maka kapasitas adsorpsinya akan semakin besar.²¹ Pada adsorben kitosan, diperoleh konsentrasi optimum 100 mg/L. Hal tersebut dikarenakan ketersediaan gugus aktif kitosan dalam mengadsorpsi logam Pb^{2+} telah maksimal sehingga jumlah logam Pb^{2+} yang teradsorpsi akan berhenti pada konsentrasi tertentu karena mengalami kejenuhan atau terjadi desorpsi²². Pada adsorben Fe_3O_4 , diperoleh konsentrasi optimum sebesar 150 mg/L di mana pada konsentrasi tersebut Fe_3O_4 telah mencapai kesetimbangan atau jenuh. Pada konsentrasi di bawah 150 mg/L, situs aktif dari Fe_3O_4 hanya terisi sedikit sehingga proses adsorpsi akan terus mengalami kenaikan hingga kondisi optimum. Menurut (Maylani *et al.*, 2016), semakin besar konsentrasi adsorbat maka semakin banyak substansi yang terkumpul pada permukaan adsorbat.²³ Pada adsorben Fe_3O_4 -kitosan, diperoleh konsentrasi optimum sebesar 150 mg/L di mana terlihat pada grafik kapasitas adsorpsi meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi ion logam Pb^{2+} yang dimungkinkan disebabkan karena lebih banyaknya ketersediaan situs adsorpsi untuk mengikat ion Pb^{2+} dan situs aktif adsorben yang lebih besar. Namun, pada konsentrasi 200 mg/L terjadi penurunan yang dimungkinkan disebabkan karena kejenuhan situs pengikat pada permukaan adsorben.¹⁹ Dari hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa kapasitas adsorpsi yang tinggi adalah Fe_3O_4 -kitosan kemudian Fe_3O_4 dan adsorben yang memiliki kapasitas adsorpsi yang paling rendah adalah kitosan, hal tersebut dikarenakan kitosan memiliki luas permukaan yang rendah dan memiliki stabilitas yang rendah. Oleh karena itu, perlu dilakukan modifikasi antara Fe_3O_4 dengan kitosan karena memiliki gugus -OH dan -NH₂ yang mudah berikatan dengan senyawa dari Fe_3O_4 sehingga dapat mengoptimalkan penyerapan logam berat Pb^{2+} .

4. KESIMPULAN

Karakterisasi menggunakan FT-IR pada Fe_3O_4 -kitosan menunjukkan adanya gugus Fe-O dan O-H dari Fe_3O_4 serta munculnya senyawa -NH dari penambahan kitosan. Hasil analisa XRD pada Fe_3O_4 -kitosan diperoleh pola difraksi yang mirip dengan Fe_3O_4 dengan struktur kristal yang tajam. Hasil analisa SEM pada Fe_3O_4 -kitosan diperoleh morfologi permukaan berbentuk granul yang disebabkan oleh perpaduan antara kitosan dengan Fe_3O_4 di mana terjadi distribusi Fe_3O_4 pada permukaan kitosan. Selanjutnya pada analisa VSM diperoleh hasil yang menunjukkan Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -kitosan bersifat superparamagnetik. Kondisi optimum yang diperoleh pada adsorben Fe_3O_4 -kitosan berada pada pH 6 dengan waktu kontak 10 menit pada konsentrasi optimum logam Pb^{2+} 150 mg/L dengan kapasitas adsorpsi sebesar 63,62 mg/g.

DAFTAR PUSTAKA

1. Palupi, N. P., Kesumaningwati, R., & Widodo, B. Perbaikan Kualitas Tanah Bekas Tambang Batubara melalui Aplikasi Kompos Sampah Kota dengan Bioaktivator Mikroorganisme Keong Mas dan *Trichoderma sp.* *Jurnal Agroekoteknologi Tropika Lembab* **2021**, 4(1), 1–12.
2. Subarudi. Kebijakan Resolusi Konflik Tambang Batubara di Kawasan Hutan Kaltim. *Jurnal Analisis Kebijakan* **2016**, 13, 53–71.
3. Zaini, A. *Pengembangan Sektor Unggulan di Kalimantan Timur*. Yogyakarta: Deepublish, **2019**.
4. Haryanto, Mukaromah, I., Firdaus, F. D., & Hernahadini, N. Struktur Daun Tanaman Fitoremediasi Hanjuang (*Cordyline sp*) yang Terpapar Logam Berat Timbal (Pb II). *Journal of Science, Technology and Entrepreneurship (In Press)*, *Pb II*, **2020**. 2(2). 1–6.
5. Mulyati Ana, T., Purnadianti, M., Nur Azizah Institut Ilmu Kesehatan Bhakti Wiyata Kediri, L., Wachid Hasyim No, J. K., & Kediri, K. *Prosiding Seminar Nasional Kimia (SNK) 2021 Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya*, **2021**.
6. Raza, Z. A., Khalil, S., Ayub, A., & Banat, I. M. Recent Developments in Chitosan Encapsulation of Various Active Ingredients for Multifunctional Applications. *Carbohydrate Research* **2020**, 492(108004), 1–54.
7. Mendizabal, E., Ríos-Donato, N., Jasso-Gastinel, C. F., & Verduzco-Navarro, I. P. Removal of Arsenate by Fixed-Bed Columns Using Chitosan-Magnetite Hydrogel Beads and Chitosan Hydrogel Beads: Effect of the Operating Conditions on Column Efficiency. *Gels* **2023**, 9(10). 1–17.
8. Suyanta, Sutarno, S., Nuryono, N., Rusdiarso, B., Kunarti, E. S., Kusumastuti, H., & Kurnia, L. Superparamagnetic nanocomposite of magnetite-chitosan using oleic acid as anti agglomeration and glutaraldehyde as crosslinkage agent. *Indonesian Journal of Chemistry* **2019**, 19(1), 133–142.
9. Harsono, H. *Sintesis Partikel Nano Seng Oksida (ZnO) Doping Mangan (Mn) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakteristik Kekristalan Serta Sifat Magnetik*. Pascal Books, **2022**.
10. Wang, K., Zhang, F., Xu, K., Che, Y., Qi, M., & Song, C. Modified Magnetic Chitosan Materials for Heavy Metal Adsorption: A Review. *RSC Advances* **2023**, 13(10), 6713–6736.
11. Ambiya, U. W., Nurlina, N., & Gusrizal, G. Synthesis of Magnetic Chitosan Composite Beads as an Adsorbent for Removal of Organic Matter from Peat Water. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi* **2022**, 25(9), 338–345.
12. Mahyati, A., Koesnarpadi, S., & Erwin. Synthesis of Chitosan-Magnetite Nanoparticles Cross-Linked Tripolyphosphate as Antibacterial *Salmonella typhi* and *Staphylococcus aureus*. *Jurnal Atomik* **2021**, 6(1), 16–21.
13. Oliviani, N., Wirawan, T., & Sitorus, S. Adsorpsi Zat Warna Tekstil Air Limbah Industri Rumah Tangga Sarung Tenun Samarinda Seberang dengan Menggunakan Serbuk Kulit Lai (*Durio Kutejensis (Hassk.) Becc.*). *Jurnal Atomik* **2023**. 8(2). 43–49.
14. Pebiansyah, A., & Yuliana, A. Aktivitas Antibakteri Kitosan dari Cangkang Lobster Air Tawar (*Cherax quadricarinatus*) terhadap *Staphylococcus aureus*. *Prosiding Seminar Nasional Diseminasi Penelitian, September*, **2021**, 70–76.
15. Skoog, D. A., Donald M. W., F. James Holler., Stanley R. Crouch. *Fundamentals of Analytical*

- Chemistry*. New York: Brooks Cole, **2000**.
16. Rohamat, F. N., Qothrunnada, K. A. A., & Hamzah, A. Rancang Bangun Cerobong Pembakaran Bahan Bakar Plastik pada Pabrik Tahu Menggunakan Adsorben. *Jurnal Teknik ITS* **2023**, *12*(3), 167-172.
 17. Nadia, A. A. *Studi Adsorpsi Logam Berat Pada Adsorben Kitosan Silika - Kitosan Silika Ditizon*. In *Skripsi Universitas Islam Yogyakarta* **2020**.
 18. Agnestisia, R. Sintesis dan Karakterisasi Magnetit (Fe_3O_4) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Methylene Blue *Sains Dan Terapan Kimia* **2017**, *11*(2), 61-70.
 19. Cheraghipour, E., & Pakshir, M. Process Optimization and Modeling of Pb(II) Ions Adsorption on Chitosan-Conjugated Magnetite Nano-Biocomposite Using Response Surface Methodology. *Chemosphere* **2020**, *260*(2).
 20. Riswanda, T., Rachmadiarti, F., & Kuntjoro, S. Pemanfaatan Kitosan Udang Putih (*Lithopannaeus vannamei*) sebagai Bioabsorben Logam berat Timbal (Pb) pada Daging kerang Tahu di Muara Sungai Gunung Anyar. *Lentera Bio* **2014**, *3*(3), 266-271.
 21. Fauzizah, U., Utami, B., & Masykuri, M. Adsorpsi Ion Cd^{2+} dengan Kombinasi Adsorben Cangkang Telur-Tongkol Jagung Teraktivasi Menggunakan Metode Batch. *Seminar Nasional Kimia Dan Pendidikan Kimia XIII* **2022**, *13*(1), 80-93.
 22. Rosema, R., Supriyantini, E., & Sedjati, S. Pemanfaatan Kitosan untuk Menurunkan Kadar Logam Pb dalam Perairan yang Tercemar Minyak Bumi. *Buletin Oseanografi Marina* **2021**, *10*(1), 61-66.
 23. Maylani, A. S., Sulistyaningsih, T., & Kusumastuti, E. Preparasi Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetit) dan Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium. *Indonesian Journal of Chemical Science* **2016**, *5*(2), 130-135.