

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Analisis Sintesis Material**

Peneliti berhasil menyintesis material polimer Pb(II), IIPs-Pb(II) dan NF-IIPs-Pb(II) dengan tegangan 15 kV dengan jarak jarum 12 cm. Variasi PVA/Gelatin 7/5% dan 5/5% (w/w) pada ujung jarum (*tylorcone*) menggunakan metode *electrospinning*. Material yang telah disintesis dikarakterisasi menggunakan beberapa karakterisasi seperti XRD, FTIR, SEM dan uji kinerja adsorpsi menggunakan karakterisasi AAS. Karakterisasi ini bertujuan untuk dapat menunjukkan kualitas dari material-material yang telah disintesis.

#### **4.2 Sintesis IIPs Pb(II)**

Material Polimer Pb(II) telah disintesis oleh peneliti menggunakan metode *cooling-heating*. Polimer Pb(II) disintesis dengan melibatkan beberapa bahan seperti *lead nitrate* sebagai ion aktif, *methacrylic acid* (MAA) sebagai monomer fungsional, *ethylene glycol dimethacrylate* (EGDMA) sebagai pengikat silang, metanol sebagai pelarut, dan *benzoin peroxide* (BPO) sebagai inisiator reaksi. Polimer Pb(II) disintesis menggunakan metode *cooling-heating* menggunakan komposisi bahan yang telah dimodifikasi dari peneliti sebelumnya (Abdullah et al., 2019). Metode *cooling-heating* memiliki keunggulan dari efisiensi waktu dan biaya yang dikeluarkan pada saat proses sintesis. Metode *cooling-heating* merupakan metode dengan dua tahapan yaitu *cooling* dan *heating*. *Cooling* bertujuan untuk mengurangi kadar oksigen pada larutan pra-polimer karena dapat menghambat proses terjadinya reaksi antara ion aktif Pb(II) dan monomer saat polimerisasi radikal serta dapat mengganggu kestabilan polimer yang dihasilkan. *Cooling* dilakukan selama 1 jam menggunakan lemari pendingin dengan memastikan tutup vial sudah tertutup rapat agar proses pengurangan kadar oksigen dapat efektif. *Heating* bertujuan untuk menguapkan larutan pra-polimer agar menjadi polimer padat dengan karakteristik berbentuk akrilik. *Heating* dilakukan dengan tiga variasi waktu dan temperatur yaitu 75°C selama 3 jam, 80°C selama 2 jam, dan 85°C selama 1 jam. Variasi 75°C selama 3 jam bertujuan untuk

menguapkan pelarut metanol dibuktikan dengan hasil larutan pra-polimer berubah menjadi fasa gel. Variasi 80°C selama 2 jam menghasilkan semi akrilik, dan variasi 85°C selama 1 jam menghasilkan polimer padat Pb(II) berbentuk akrilik. Polimer padat Pb(II) dihaluskan menggunakan cawan dan mortar hingga menjadi serbuk halus polimer Pb(II). Polimer yang sudah menjadi serbuk akan ekstraksi yang bertujuan untuk melepaskan ion aktif Pb(II) dari badan polimer. Proses ekstraksi dilakukan menggunakan HCl 1M sebanyak 8,5 mL dengan 15 kali perulangan. HCl dipilih sebagai larutan untuk ekstraksi karena memiliki kemampuan mengikat ion Pb(II) yang sangat baik dan karakteristik asam pekat yang dimiliki HCl (Hu *et al.*, 2016).



Gambar 4.1 Hasil sintesis, polimer padat (a), digerus menjadi serbuk polimer (b) dan sesudah di ekstraksi (c)

#### 4.3 Sintesis Material Nanofiber IIPs-Pb(II)

Sintesis material nanofiber IIPs-Pb(II) telah dilakukan setelah berhasil melakukan sintesis IIPs-Pb(II). Material IIPs-Pb(II) sangat penting ditransformasikan menjadi bentuk nanofiber agar dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dan jumlah rongga yang terbentuk. Metode *electrospinning* digunakan karena dianggap sebagai teknologi yang mudah dan dapat menghasilkan adsorben *nanofiber*. *Nanofiber* yang dipintal menggunakan metode *electrospinning* menunjukkan banyak karakteristik hebat seperti porositas dan permeabilitas gas yang tinggi, luas permukaan yang besar, dan distribusi ukuran pori yang sempit. Banyak adsorben nanofiber telah berhasil disintesis oleh *electrospinning* untuk menghilangkan ion logam (Mohammed *et al.*, 2020)



Gambar 4.2 Instrumen *Nachriebe 601 Electrospinning*

Sintesis *nanofiber* IIPs-Pb(II) dilakukan menggunakan prinsip pemberian tegangan listrik sebesar 15 kV pada ujung jarum agar membentuk jet. *Nanofiber* disintesis menggunakan *electrospinning*. Konsentrasi variasi PVA/Gelatin dengan perbandingan massa 7/5% dan 5/5% (w/w). PVA dan gelatin digunakan karena memiliki karakteristik seperti bersifat biodegradabel, tidak beracun bagi sel tubuh, biokompatibel, serta memiliki kestabilan secara kimiawi dan temperatur. PVA dihomogenkan menggunakan aquades dingin, lalu diletakkan di atas *hot plate* hingga temperatur larutan mencapai 80°C. Aquades dingin digunakan sebagai pelarut PVA karena PVA sangat mudah teraglomerasi jika dilarutkan pada aquades di temperatur ruangan. Sementara itu, gelatin dilarutkan menggunakan campuran aquades dan asam asetat dikarenakan gelatin sangat sulit larut dalam aquades dan berbentuk seperti tanah liat (Koudehi and Zibaseresht, 2019; Mutia, Novarini and Gustiani, 2020).

Larutan PVA dan gelatin didiamkan terlebih dahulu pada temperatur ruang sebelum dilakukan homogenisasi guna mendapatkan viskositas maksimal dari larutan PVA dan gelatin. PVA dan gelatin dilarutkan bersamaan dengan material 0,2 g IIPs-Pb(II) menggunakan *hot plate* pada temperatur 65°C selama 30 menit. Larutan *nanofiber* yang telah dihomogenkan harus didiamkan terlebih dahulu agar menghilangkan gelembung udara yang terbentuk saat proses homogenisasi. Larutan

*nanofiber* kemudian dimasukkan ke dalam jarum suntik sebanyak 10 mL. Sintesis nanofiber dilakukan menggunakan tegangan 15 kV dengan jarak jarum sejauh 12 cm yang diberikan pada ujung jarum suntik. Tegangan yang diberikan pada saat sintesis *nanofiber* dapat mempengaruhi karakteristik fisika dari *nanofiber* yang dihasilkan. Tegangan akan mempengaruhi keadaan muatan pada partikel pada larutan sehingga menghasilkan medan elektrostatis pada saat proses sintesis. Peristiwa medan elektrostatis menimbulkan adanya pancaran pada garis lurus (jet) dan memadat dengan waktu yang sangat cepat sehingga membentuk serat pada kolektor. Fenomena pembentukan *nanofiber* pada kolektor memberikan pandangan bahwasannya kualitas *nanofiber* sangat bergantung pada tegangan yang digunakan (Patil *et al.*, 2017; Xue *et al.*, 2019)

PVA/Gelatin 7/5% yang disintesis menggunakan tegangan 15 kV dengan jarak 12 cm memiliki ketebalan tertinggi karena penumpukan larutan yang menjadi *nanofiber*. *Nanofiber* IIPs-Pb(II) yang telah berhasil disintesis menggunakan PVA/Gelatin 7/5% dan 5/5% dapat dilihat pada Gambar 4.3. *Nanofiber* dianalisis lebih lanjut menggunakan instrumen SEM guna membuktikan hipotesis penulis.



(a)

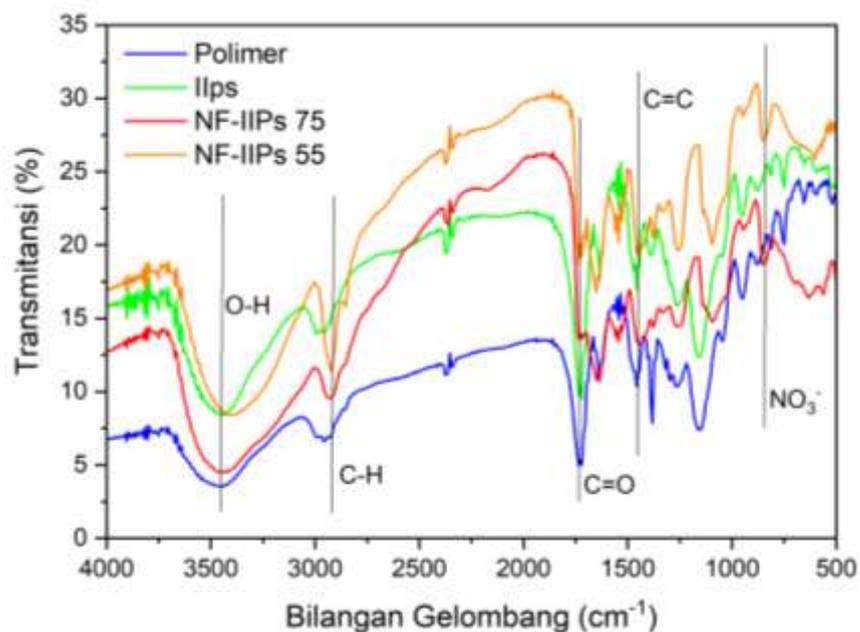
(b)

Gambar 4.3 Hasil sintesis menggunakan *electrospinning* (a) NF-IIPs Pb(II) 7/5% dan (b) NF-IIPs Pb(II) 5/5%

## 4.4 Karakterisasi Material FTIR, SEM, XRD dan AAS

### 4.4.1 Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi atau senyawa yang terdapat di dalam material. Gugus fungsi yang terdeteksi melalui karakterisasi FTIR merupakan bagian dari senyawa yang digunakan sehingga dapat memverifikasi bahwa larutan dari material sudah teraduk secara homogen (Yusuf, 2023). Hasil analisis FTIR diplot menggunakan *software* Origin guna melihat perbandingan nilai %transmitansi dari setiap material yang dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil analisis spektrum FTIR

Hasil analisis FTIR pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa adanya vibrasi pada bilangan gelombang tertentu menandakan terjadinya proses penyerapan frekuensi infrared gugus fungsi yang berada pada bilangan gelombang tersebut. *Infrared* yang diserap pada bilangan gelombang tertentu menunjukkan konsentrasi gugus fungsi yang ada pada bilangan gelombang tersebut. Gugus fungsi yang berada pada bilangan gelombang yang sama menandakan bahwa proses polimerisasi berhasil dilakukan dapat dilihat pada perbandingan spektrum antara Polimer Pb(II) dan IIPs-Pb(II) (Sharma *et al.*, 2018). Gugus fungsi yang terbentuk

pada bilangan gelombang (k) tertentu serta besarnya transmitansinya (%) dapat dilihat pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1 Nilai transmitansi Polimer Pb(II), IIPs-Pb(II), dan NF-IIPs-Pb(II)**

Gugus Fungsi	Bil. Gelombang k (cm <sup>-1</sup> )	Polimer Pb(II)	IIPs-Pb(II)	NF-IIPs-Pb(II) 5%/5%	NF-IIPs-Pb(II) 7%/5%
		T (%)	T (%)	T (%)	T (%)
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	817,82 – 848,68	19,72	24,74	27,08	18,67
C=C	1442,75 – 1458,18	10,33	16,93	19,42	13,21
C=O	1720,5 – 1735,93	4,94	9,54	18,74	13,54
C-H	2924,09 – 2954,95	6,86	13,92	11,42	9,57
O-H	3394,72 – 3464,15	3,52	8,37	8,41	4,5

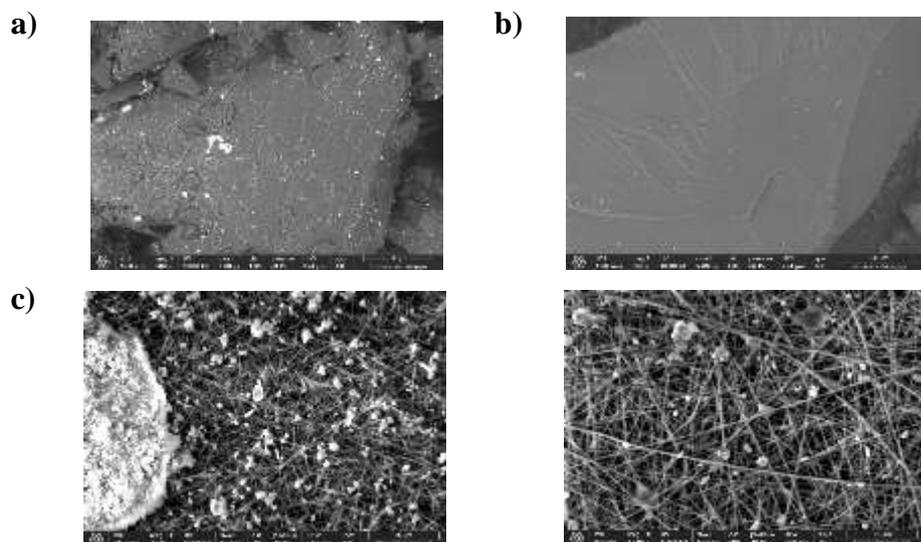
Vibrasi pada bilangan gelombang tertentu menandakan adanya gugus fungsi tertentu yang merupakan bagian senyawa dari bahan yang digunakan. Gugus fungsi NO<sub>3</sub><sup>-</sup> mengalami vibrasi pada bilangan gelombang 810,1 – 848,68 cm<sup>-1</sup> mengonfirmasi adanya senyawa ion *nitrat* dari Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. Bahan MAA dan BPO dikonfirmasi melalui adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1720,5 cm<sup>-1</sup> pada mengindikasikan adanya gugus fungsi C=O dari senyawa asam karboksilat (Hu *et al.*, 2016). Gugus fungsi C=C ditemukan pada bilangan gelombang 1442,75 – 1458,18 cm<sup>-1</sup> menandakan adanya konfirmasi senyawa alkena dari EGDMA (Abdullah *et al.*, 2019). Pada bilangan gelombang 3394,72 – 3464,15 cm<sup>-1</sup> mengalami vibrasi untuk konfirmasi senyawa O-H dari pelarut yang digunakan yaitu metanol (Nandiyantoÿ, Oktiani and Ragadhita, 2019). Bilangan gelombang 2924,09 – 2954,95 cm<sup>-1</sup> mengalami asimetrik dan simetrik *stretching* gugus fungsi C-H menunjukkan adanya bahan PVA/gelatin (Mutia, Novarini and Gustiani, 2020; Wu *et al.*, 2022).

Nilai %transmitansi pasti akan selalu berbanding terbalik dengan nilai absorbansi dari suatu sampel material yang diuji menggunakan FTIR. Berdasarkan Tabel 4.1 dapat dilihat perbandingan nilai transmitansi material IIPs-Pb(II) selalu lebih besar dibandingkan Polimer Pb(II). Nilai %transmitansi yang selalu lebih

besar pada IIPs-Pb(II) disebabkan oleh terikatnya bahan yang digunakan dengan larutan HCl selama proses ekstraksi berlangsung. Di sisi lain, bila material IIPs-Pb(II) dibandingkan dengan NF-IIPs-Pb(II) ada gugus fungsi yang mengalami penurunan nilai transmitansi yaitu C-H. Hasil ini diperoleh karena PVA dan Gelatin memiliki senyawa C-H sehingga konsentrasi pada senyawa ini akan bertambah (Sharma *et al.*, 2018; Mutia, Novarini and Gustiani, 2020).

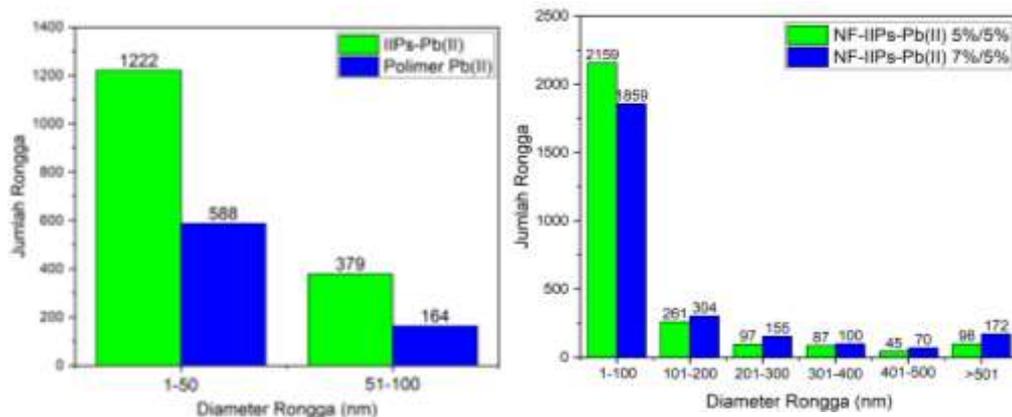
#### 4.4.2 Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM diterapkan untuk menganalisis sebaran diameter rongga pada material NF-IIPs-Pb(II) 5/5% dan NF-IIPs-Pb(II) 7/5%. Hasil karakterisasi SEM dianalisis lebih lanjut menggunakan bantuan *software* imageJ guna mengetahui jumlah rongga pada *nanofiber*. Karakterisasi SEM memanfaatkan pemancaran elektron, elektron yang sudah mengenai atom-atom pada material akan membuat elektron atom-atom terlepas dari lintasan elektron. Elektron yang terlekeluar dari lintasan elektron akan menjadi informasi yang ditangkap oleh detektor untuk merepresentasikan morfologi suatu material yang dianalisis (Sharma *et al.*, 2018). Material NF-IIPs-Pb(II) 5/5% dan NF-IIPs-Pb(II) 7/5% yang sudah dianalisis SEM pada perbesaran 2.500 kali dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Hasil analisis SEM perbesaran 250 kali (a) Polimer Pb(II); (b) IIPs-Pb(II); dan perbesaran 2.500 kali (c) NF-IIPs-Pb(II) 5/5%; (d) NF-IIPs-Pb(II) 7/5%

Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa material polimer Pb(II) memiliki rongga yang lebih sedikit dibandingkan dengan material IIPs-Pb(II). Peristiwa ini terjadi karena material IIPs-Pb(II) sudah melewati proses ekstraksi, dimana proses ekstraksi berguna melepaskan ion aktif Pb(II) dari badan polimer. Jumlah rongga yang terbentuk berdampak pada kemampuan adsorpsi dari material IIPs-Pb(II). NF-IIPs-Pb(II) 5/5% memiliki serat yang lebih tipis dibandingkan NF-IIPs-Pb(II) 7/5%. Hal ini terjadi karena viskositas larutan yang dihasilkan lebih kecil sehingga jet yang dihasilkan semakin tipis. *Nanofiber* yang lebih tipis pada NF-IIPs-Pb(II) 5/5% diharapkan dapat membentuk lebih banyak rongga karena luas permukaan dari serat tipis semakin luas. Berdasarkan hasil citra SEM yang telah dianalisis menggunakan software imagej maka didapatkan distribusi rongga pada *nanofiber* yang dapat diplot menggunakan *software* origin dapat dilihat pada Gambar 4.6.



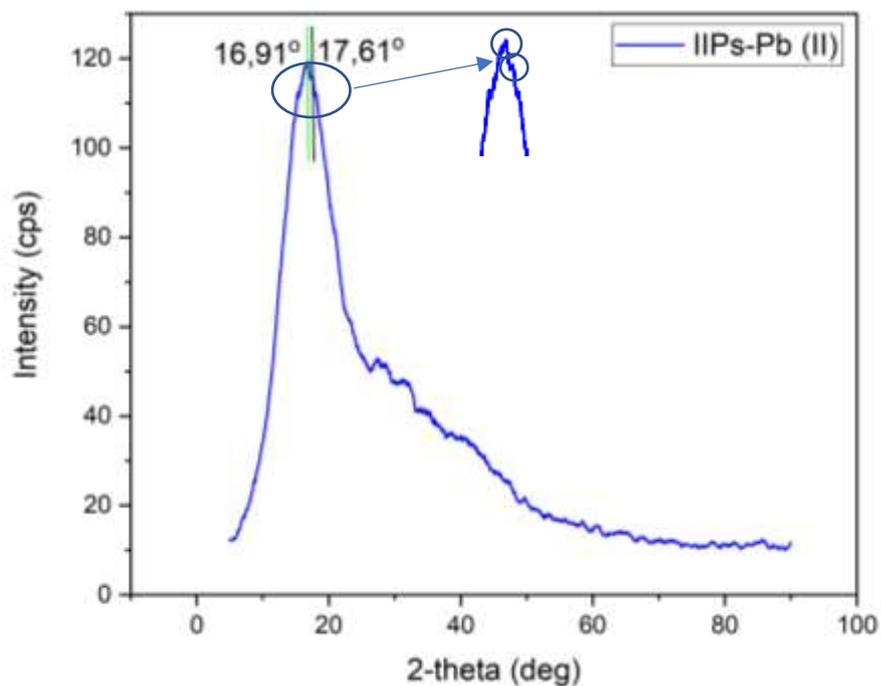
Gambar 4.6 Persebaran diameter rongga di serat yang terbentuk pada material Poimer Pb(II), IIPs-Pb(II), NF-IIPs-Pb(II) 5/5% dan NF-IIPs-Pb(II) 7/5%

Diamter rongga paling banyak terbentuk pada skala nanometer yaitu 1 -100 nm. Hasil ini mengonfirmasi bahwa sintesis *nanofiber* IIPs-Pb(II) dengan kedua variasi konsentrasi menggunakan *electrospinning* telah berhasil dilakukan. *Nanofiber* IIPs-Pb(II) 5/5% lebih banyak menghasilkan rongga dibandingkan *Nanofiber* IIPs-Pb(II) 7/5% karena luas permukaan yang dihasilkan lebih besar. Jumlah rongga yang lebih banyak *Nanofiber* IIPs-Pb(II) 5/5% berdampak pada nilai kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi karena rongga merupakan *template* untuk

penyerapan ion Pb(II). Hipotesis ini perlu dikonfirmasi menggunakan karakterisasi AAS untuk mengetahui hasil uji kinerja adsorpsi material NF-IIPs-Pb(II) 5/5% dan NF-IIPs-Pb(II) 7/5%.

#### 4.4.3 Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD digunakan untuk menganalisis fasa material menggunakan *software* pendukung yaitu *profex* dan *origin*. Hasil analisis yang didapatkan melalui *software origin* dapat digunakan untuk mengetahui ukuran material yang telah disintesis yaitu IIPs-Pb(II) dapat dilihat pada Tabel 4.2. Hasil Karakterisasi XRD berupa hubungan antara intensitas dan 2-theta serta dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.8 Grafik Karakterisasi XRD

Material Polimer IIPs-Pb(II) pada Gambar 4.7 terlihat memiliki puncak intensitas yang tinggi pada  $2\theta$  yaitu  $16,88^\circ$ . Prinsip kerja XRD menggunakan pola interferensi dan puncak tertinggi merupakan hasil dari interferensi konstruktif. Interferensi konstruktif terjadi karena difraksi dari *x-ray* yang melewati atom-atom penyusun material dan bentuk fasa gelombangnya sama sehingga saling menguatkan (Bunaciu, Udriștioiu and Aboul-Enein, 2015). Berdasarkan analisis menggunakan *software profex* terdapat fasa material *benzoic acid* dan *litharge*

pada rentang *peak*  $2\theta$   $15^{\circ}$ – $25^{\circ}$ . *Benzoic acid* didapat dari penggunaan HCl dan *litharge* didapat dari penggunaan Pb (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.

IIPs-Pb (II) memiliki fasa material *benzoic acid* pada  $2\theta$   $16,91^{\circ}$  dengan puncak intensitas pada  $2\theta$   $16,88^{\circ}$ . *Benzoic acid* adalah senyawa organik berstruktur kristal putih yang terdiri dari ring *benzene* dengan *substituen* asam karboksil, senyawa ini memiliki rumus kimia C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COOH. Material IIPs-Pb(II) berstruktur semikristal sesuai dengan karakteristik material polimer pada umumnya dan ditandai dengan adanya satu puncak pada setiap material tersebut (Chauhan and Chauhan, 2020). Fasa *litharge* adalah bagian mineral dari timbal yaitu timbal monoksida yang terdapat pada  $2\theta$   $17,61^{\circ}$ . Gambar 4.8 menunjukkan bahwa difraksi pada fasa *litharge* tidak terjadi dengan maksimal dikarenakan ion Pb(II) pada material sudah berkurang karena proses ekstraksi yang dilakukan.

Nilai puncak  $2\theta$  pada material IIPs-Pb (II) yang didapatkan berpengaruh pada ukuran material yang dihasilkan. Nilai  $\sin 2\theta$  yang semakin kecil berdampak pada pelebaran jarak antara bidang difraksi (*d*) sesuai dengan hukum Bragg. Nilai *d* yang semakin besar berdampak pada nilai  $\cos \theta$  yang semakin besar pula sehingga ukuran material semakin kecil sesuai dengan perhitungan menggunakan persamaan *Debye Scherrer* (Bunaciu, Udriştioiu and Aboul-Enein, 2015; Ali, Chiang and Santos, 2022). Hasil perhitungan ukuran material menggunakan persamaan Debye Scherrer dapat dilihat pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Ukuran Material**

Sampel	$2\theta$ (°)	$\theta$ (°)	Cos $\theta$	$\beta$ (rad)	D (nm)
IIPs-Pb(II)	16,88	8,44	0,989	0,174	0,802

#### 4.4.4 Karakterisasi AAS

Material IIPs-Pb(II), NF-IIPs-Pb(II) yang disintesis menggunakan konsentrasi PVA/GE 7/5% dan 5/5% dilakukan proses uji kinerja adsorpsi ion aktif Pb(II) guna menunjukkan besar kapasitas adsorpsi material. Larutan uji kinerja adsorpsi memiliki konsentrasi 20 ppm dalam 10 mL. Dosis adsorben untuk material yang diuji yaitu IIPs-Pb(II), NF-IIPs-Pb(II) yang disintesis menggunakan konsentrasi PVA/GE 7/5% dan 5/5% masing-masing adalah 0,389 g, 0,389 g.

Instrumen yang digunakan untuk mengukur konsentrasi ion aktif Pb(II) larutan uji setelah proses adsorpsi dilakukan adalah *Atomic Absorption Spectrometer* (AAS). AAS dipilih karena memiliki tingkat sensitifitas yang tinggi untuk menganalisa kadar logam berat dalam jumlah yang kecil (Fajar Nugraha *et al.*, 2021; Wahab, Makmur and Fakhruddin, 2022). Hasil konsentrasi larutan uji setelah dilakukan proses adsorpsi dapat dilihat pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3 Hasil uji kinerja kapasitas adsorpsi ion logam Pb(II)**

No	Material	Waktu (Menit)	Konsentrasi setelah adsorpsi (ppm)	%Removal	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
1	IIPs-Pb(II)	45	10,85	45,75%	0,32
2	NF-IIPs-Pb(II) 5/5 %	45	7,03	64,85%	0,33
3	NF-IIPs-Pb(II) 7/5 %	45	8,94	55,3%	0,28

Hasil Uji kinerja kapasitas adsorpsi pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa NF-IIPs-Pb(II) konsentrasi PVA/GE 5/5% memiliki nilai %removal paling besar. Hasil ini mengonfirmasi bahwasannya semakin banyak rongga yang dihasilkan oleh suatu material berdampak pada nilai %removal yang semakin besar. Rongga yang dihasilkan berperan sebagai pengikat untuk ion aktif Pb(II) yang ada pada larutan uji. Hal ini terjadi karena rongga yang semakin banyak akan membentuk area kontak yang semakin banyak antara adsorben dan adsorbat (İnce and İnce, 2017). *Nanofiber* IIPs-Pb(II) dengan variasi konsentrasi PVA/GE 5/5% dan 7/5% menghasilkan rongga lebih banyak dengan diameter berukuran nanometer serta didukung dengan luas permukaan *nanofiber* yang lebih luas dari IIPs-Pb(II). Oleh karena itu, material NF-IIPs-Pb(II) 5/5% dan NF-IIPs-Pb(II) 7/5% memiliki nilai %removal yang lebih besar daripada IIPs-Pb(II).

