

**SINTESIS KOMPOSIT  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  DAN APLIKASINYA  
UNTUK ADSORPSI ZAT WARNA *CONGO RED***

**SKRIPSI**

**Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh  
Gelar Sarjana Bidang Ilmu Kimia**



**Oleh:**

**Vika Putri Safira**

**08031181823012**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SRIWIJAYA  
2022**

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**SINTESIS KOMPOSIT  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  DAN APLIKASINYA UNTUK**  
**ADSORPSI ZAT WARNA *CONGO RED***

**SKRIPSI**

Diajukan Untuk Melengkapi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains  
Bidang Studi Kimia

Disusun oleh :

**Vika Putri Safira**

**08031181823012**

Indralaya, September 2022

**Mengetahui,**

**Dekan FMIPA**



**Prof. Hermansyah, S.Si., M.Si., Ph. D**

**NIP. 197111191997021001**

**Pembimbing**

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Widia', written over a horizontal line.

**Widia Purwaningrum, M.Si**

**NIP. 197304031999032001**

## HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa skripsi ini dengan judul “Sintesis Komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Zat Warna *Congo Red*” telah diseminarkan dihadapan Tim Penguji Sidang Sarjana Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada Tanggal 09 September 2022 dan telah diperbaiki, diperiksa serta disetujui sesuai masukan yang diberikan.

Indralaya, September 2022

Ketua:

1. **Dr. Suheryanto, M.Si**

NIP. 196006251989031006



Pembimbing

1. **Widia Purwaningrum, M.Si**

NIP. 197304031999032001



Penguji:

1. **Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si**

NIP. 196808271994022001



2. **Dr. Heni Yohandini, M.Si**

NIP. 197011152000122004



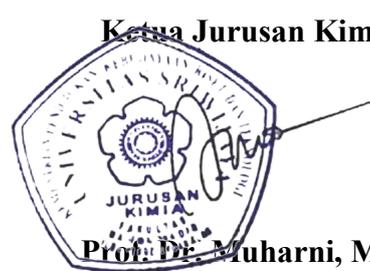
Mengetahui

**Dekan FMIPA**



**Prof. Hermansyah, S.Si., M.Si., Ph.D**  
NIP. 197111191997021001

**Ketua Jurusan Kimia**



**Prof. Dr. Muharni, M.Si**  
NIP. 196903041994122001

## HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama Mahasiswa : Vika Putri Safira

NIM : 08031181823012

Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai persyaratan untuk memperoleh gelar sarjana strata (S1) dari Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lain. Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Indralaya, 12 September 2022

Penulis



Vika Putri Safira

NIM. 08031181823012

## HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai civitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama Mahasiswa : Vika Putri Safira  
NIM : 08031181823012  
Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kimia  
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “Sintesis Komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Zat Warna *Congo Red*”. Dengan hak bebas royalti non-eksklusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalih, edit/memformat, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, 12 September 2022

Penulis



Vika Putri Safira

NIM. 08031181823012

## HALAMAN PERSEMBAHAN

- Maka nikmat Tuhan-mu yang manakah yang kamu dustakan (Q.S. Ar-Rahman).
- Ketika kamu ikhlas menerima semua kekecewaan hidup maka Allah akan membayar tuntas semua kekecewaanmu dengan beribu-ribu kebaikan (Ali bin Abi Thalib).
- Teruslah berusaha, bekerja keras, selalu dalam kebaikan dan ingatlah selalu Allah selalu menemani dalam setiap langkah yang kau ambil (Vika Putri Safira).
- Apapun yang menjadi takdirmu, akan mencari jalannya menemukanmu (Ali bin Abi Thalib).

Skripsi ini sebagai tanda syukurku kepada:

- Allah SWT.
- Nabi Muhammad SAW.

Dan kupersembahkan kepada:

1. Papa, Mama, Briyan dan Dzaka yang telah memberi semangat, support dan nasehat dalam berbagai hal dalam menempuh pendidikan.
2. Seluruh keluarga tercinta dan teman-temanku.
3. Pembimbing.
4. Diriku sendiri yang sudah berjuang dan bertahan sampai dititik ini.
5. Almamaterku (Universitas Sriwijaya).

## KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadiran Allah Subhanahu Wa Ta'ala karena atas berkat rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “Sintesis Komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Zat Warna *Congo Red*”. Skripsi ini dibuat sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya. Selama penelitian dan penulisan skripsi ini banyak sekali hambatan yang penulis alami, namun berkat bantuan, dorongan serta bimbingan dari berbagai pihak, akhirnya skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Ibu **Widia Purwaningrum, M.Si** yang telah sabar dalam memberikan bimbingan, saran, masukan, dukungan, motivasi, serta petunjuk kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga ibu dan bapak selalu senantiasa diberikan kesehatan dan perlindungan oleh Allah SWT.

Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Hermansyah, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Dekan FMIPA Universitas Sriwijaya.
2. Ibu Prof. Dr. Muharni, M.Si selaku Kepala Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya.
3. Ibu Widia Purwaningrum selaku dosen pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan, arahan, motivasi dan nasihat selama penulis menjalani masa perkuliahan hingga selesainya skripsi ini.
4. Ibu Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si yang telah memberikan bimbingan, arahan dan nasihat kepada penulis selama proses penelitian hingga skripsi ini selesai.
5. Ibu Dr. Heni Yohandini, M.Si dan Ibu Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si selaku dosen penguji sidang sarjana yang telah memberikan masukan dan saran kepada penulis terhadap penulisan skripsi ini.
6. Seluruh dosen FMIPA Kimia yang telah mendidik dan membimbing penulis selama masa perkuliahan.

7. Mba Novi dan Kak Chosiin selaku admin jurusan kimia yang telah berbaik hati membantu penulis dalam menyelesaikan administrasi selama masa perkuliahan.
8. Papa, mama dan adik-adikku yang selalu memberikan doa, dukungan, motivasi dan semangat serta terima kasih atas cinta dan kasih sayang tak terhingga sampai saat ini yang diberikan sehingga penulis dapat berada pada tahap ini.
9. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan semangat dan dukungan kepada penulis.
10. Member SGS Fadhila Annisa Mawaddah, Marya Antonetty Tarigan, Rotua Natalia Manalu, Sabrina Anastasya dan Salsabillah Aska Pirdausia selaku teman seperjuangan perkuliahan sejak maba, teman berbagi keluh kesah, suka duka, serta selalu senantiasa menemani, membantu, memberi semangat dan nasihat kepada penulis mengenai masalah perkuliahan maupun hal lainnya. Terimakasih telah menjadi orang-orang yang selalu ada, semoga kita dapat bertemu kembali.
11. Tim tugas akhir, Dinda Ulandari, Nurul Aulia dan Siti Chodijah yang selalu senantiasa memberikan semangat, motivasi, saran, waktu dan tenaga selama proses penelitian hingga selesainya skripsi ini.
12. Aulia, Erik, Dame, Ikram, Puput dan Lita selaku teman semasa SMA yang selalu memberikan saran, dukungan dan semangat serta mendengarkan segala keluh kesah penulis mengenai berbagai hal.
13. Teman-teman penelitian di lab analisis, Annisa Fitri Amatullah, Sri Anita Andini, Siti Azizah, Nurhidayah, Anggun Dita Dyah Gayatri, Tias Anisa Kemuning, Brahma dan Yolanda yang selalu senantiasa memberikan semangat, dukungan dan membantu penulis selama proses penelitian hingga skripsi ini selesai.
14. Tiara, Siti, Sukma, Restri, Rolis dan irene yang menemani penulis ketika lembur, memberikan bantuan serta semangat kepada penulis selama proses penelitian.
15. Teman-teman semasa KKN serta teman seperantauan HIMAJA yang telah kebersamai sebagai keluarga satu almamater.

16. Teman seperjuangan kimia 2018 yang senantiasa memberikan semangat dan dukungan. Terima kasih kepada kakak tingkat 2016, 2017 serta adik tingkat 2019, 2020, 2021 dan 2022 yang telah kebersamai sebagai keluarga satu almamater.
17. Terimakasih kepada diriku sendiri yang sudah berjuang dan bertahan sampai akhir. Jangan takut dan ragu akan masa depan. Kita pasti bisa melewati semua tahap kehidupan. Kumohon lebih sayangi dirimu sendiri.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dan masukan yang membangun dari para pembaca. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak yang membacanya.

Indralaya, 19 September 2022

Penulis

## SUMMARY

### SYNTHESIS OF CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> COMPOSITE AND ITS APPLICATION FOR CONGO RED DYE ADSORPTION

Vika Putri Safira: Supervised by Widia Purwaningrum, M.Si.  
Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University  
Viii + 87 pages, 19 images, 6 tables, 19 attachments

The presence of congo red dye in water can be removed by the adsorption method. CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite as adsorbent can adsorb congo red dye in water. CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> were synthesized using coprecipitation method and characterized by XRD, BET, FTIR and VSM analysis. CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite was used as an adsorbent in the adsorption process of congo red dye with variations in contact time, concentration and temperature. The results of the XRD characterization of the CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite showed a diffraction pattern at  $2\theta = 29.3780^\circ$ ;  $30.1918^\circ$ ;  $35.6294^\circ$ ;  $43.1931^\circ$ ;  $53.7291^\circ$ ;  $57.1870^\circ$  and  $62.8818^\circ$ . The result of the BET characterization showed that the surface area of the CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite was 110.546 m<sup>2</sup>/g. The results of FTIR characterization showed that before adsorption there were Fe-O groups at wave numbers 561.29 and 584.43 cm<sup>-1</sup> and at wave number 873.75 cm<sup>-1</sup> there were functional groups of Ca-O. CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> after adsorption showed a new absorption peak at wave number 1174.65 cm<sup>-1</sup> which is a functional group of S-O and at wave number 1226.73 cm<sup>-1</sup> there is a C-N functional group.

The results of the VSM characterization showed that the magnetization value of the CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite was 65 emu/g and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> was 91 emu/g. The optimum condition of the CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite in adsorption of congo red dye was at a contact time 50 minutes, concentration of the congo red solution was 225 mg/L and a temperature at 50 °C. The second order pseudo adsorption kinetic is more suitable to explain the adsorption process of congo red dye with  $R^2 = 0.9992$ ,  $K_2 = 0.12$  g/mg.minute and  $Q_e = 12.24$  mg/g. Congo red dye adsorption isotherm lead to the Langmuir isotherm model and has a value of  $R^2 = 0.9942$  and  $Q_m = 46.95$  mg/g. Congo red dye adsorption process using CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite has  $\Delta H = 39.77$  kJ/mol,  $\Delta S = 0.15$  and  $\Delta G$  is negative. So that the adsorption process takes place endothermic and occurs spontaneously.

Keywords : CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, congo red, coprecipitation, adsorption

Citation : 44 (1993-2021)

## RINGKASAN

### SINTESIS KOMPOSIT CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> DAN APLIKASINYA UNTUK ADSORPSI ZAT WARNA *CONGO RED*

Vika Putri Safira: Dibimbing oleh Widia Purwaningrum, M.Si.

Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya

Viii + 87 Halaman, 19 Gambar, 6 Tabel, 19 Lampiran

Keberadaan zat warna *congo red* dalam air dapat dihilangkan dengan metode adsorpsi. Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai adsorben dapat mengadsorpsi zat warna *congo red* dalam air. Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> disintesis menggunakan metode kopresipitasi dan dikarakterisasi dengan XRD, BET, FTIR dan VSM. Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> digunakan sebagai adsorben pada proses adsorpsi zat warna *congo red* dengan variasi waktu kontak, konsentrasi dan suhu. Hasil karakterisasi XRD komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> muncul pola difraksi pada  $2\theta = 29,3780^\circ$ ;  $30,1918^\circ$ ;  $35,6294^\circ$ ;  $43,1931^\circ$ ;  $53,7291^\circ$ ;  $57,1870^\circ$  dan  $62,8818^\circ$ . Hasil karakterisasi BET menunjukkan luas permukaan komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 110,546 m<sup>2</sup>/g. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebelum adsorpsi terdapat gugus Fe-O pada bilangan gelombang 561,29 dan 584,43 cm<sup>-1</sup> dan pada bilangan gelombang 873,75 cm<sup>-1</sup> terdapat gugus fungsi dari Ca-O. CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> setelah adsorpsi menunjukkan puncak serapan baru pada bilangan gelombang 1174,65 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus fungsi dari S-O dan pada bilangan gelombang 1226,73 cm<sup>-1</sup> terdapat gugus fungsi C-N.

Hasil karakterisasi VSM didapatkan nilai magnetisasi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 65 emu/g dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 91 emu/g. Kondisi optimum dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi zat warna *congo red* pada waktu kontak 50 menit, konsentrasi larutan *congo red* 225 mg/L dan suhu 50 °C. Kinetika adsorpsi pseudo orde dua lebih sesuai untuk menjelaskan proses adsorpsi zat warna *congo red* dengan nilai  $R^2 = 0,9992$ ,  $K_2 = 0,12$  g/mg.menit dan  $Q_e = 12,24$  mg/g. Isoterm adsorpsi zat warna *congo red* mengarah pada model isoterm Langmuir dan memiliki nilai  $R^2 = 0,9942$  dan  $Q_m = 46,95$  mg/g. Proses adsorpsi zat warna *congo red* menggunakan komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki  $\Delta H = 39,77$  kJ/mol,  $\Delta S = 0,15$  dan  $\Delta G$  bernilai negatif. Sehingga proses adsorpsi berlangsung secara endotermik dan terjadi secara spontan.

Kata Kunci : Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, *Congo red*, kopresipitasi, adsorpsi

Sitasi : 44 (1993-2021)

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS</b> .....	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>SUMMARY</b> .....	<b>x</b>
<b>RINGKASAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>4</b>
2.1 Zat Warna <i>Congo Red</i> .....	4
2.2 Kalsium Oksida (CaO).....	5
2.3 Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ).....	6
2.4 Metode Kopresipitasi.....	7
2.5 Adsorpsi.....	8
2.6 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	9
2.7 <i>Brunaur-Emmet-Teller (BET)</i> .....	10
2.8 <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i> .....	11
2.9 <i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM)</i> .....	12

2.10	Spektrofotometer UV-vis	13
2.11	Studi Isoterm Adsorpsi	14
2.12	Studi Kinetika Adsorpsi	15
2.13	Studi Termodinamika	16
2.14	pH <i>Point Zero of Charge</i> (pHpzc)	17
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>		<b>19</b>
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2	Alat dan Bahan	19
3.2.1	Alat	19
3.2.2	Bahan	19
3.3	Prosedur Penelitian	19
3.3.1	Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	19
3.3.2	Sintesis Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	20
3.3.3	Pembuatan Larutan Induk dan Larutan Standar	20
3.3.4	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	21
3.3.5	Penentuan Kurva Kalibrasi Zat Warna <i>Congo Red</i>	21
3.4	Karakterisasi CaO, CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	21
3.4.1	Penentuan pHpzc	22
3.5	Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi	22
3.5.1	Penentuan Waktu Kontak Pada Kondisi Optimum	22
3.5.2	Penentuan Konsentrasi Pada Kondisi Optimum	22
3.5.3	Penentuan Suhu Pada Kondisi Optimum	23
3.6	Analisis Data	23
3.6.1	Analisis Karakterisasi	23
3.6.2	Perhitungan Daya Serap, Persen Efisiensi dan Kapasitas Adsorpsi	24
3.6.3	Perhitungan Kinetika Adsorpsi	25
3.6.4	Perhitungan Isoterm Adsorpsi	26
3.6.5	Perhitungan Termodinamika	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>		<b>27</b>
4.1	Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	27
4.2	Sintesis Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	27

4.3	Penentuan <i>Point Zero of Charge</i> (pHpzc).....	28
4.4	Hasil Karakterisasi CaO Murni, Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan CaO/ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Menggunakan XRD .....	29
4.5	Hasil Karakterisasi CaO/ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Menggunakan BET.....	31
4.6	Hasil Karakterisasi CaO/ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Menggunakan FTIR.....	31
4.7	Hasil Karakterisasi Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> menggunakan VSM.....	32
4.8	Penentuan Variasi Waktu Kontak Pada Kondisi Optimum.....	33
4.9	Kinetika Adsorpsi Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	34
4.10	Penentuan Konsentrasi Pada Kondisi Optimum.....	35
4.11	Isoterm Adsorpsi.....	36
4.12	Penentuan Suhu Pada Kondisi Optimum.....	37
4.13	Studi Termodinamika.....	38
	<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	<b>40</b>
5.1	Kesimpulan.....	40
5.2	Saran.....	40
	<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>41</b>
	<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>45</b>
	<b>DAFTAR RIWAYAT HIDUP</b> .....	<b>83</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur Zat Warna <i>Congo Red</i> .....	4
Gambar 2.	Struktur Kristal $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	6
Gambar 3.	Prinsip Kerja XRD.....	9
Gambar 4.	Pola XRD dari CaO murni.....	10
Gambar 5.	Pola FTIR dari CaO/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ Setelah dan Sebelum Kalsinasi..._	12
Gambar 6.	Magnetisasi dari (a) $\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan (b) m-cell/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /ACC pada 25 °C.....	13
Gambar 7.	pHpzc dari CaO/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	17
Gambar 8.	Hasil Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	27
Gambar 9.	Komposit CaO/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	28
Gambar 10.	Kurva pHpzc CaO/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	28
Gambar 11.	Pola difraksi CaO, $\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan CaO/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	29
Gambar 12.	Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum dan Sesudah Adsorpsi....	32
Gambar 13.	Kurva Histerisi VSM Komposit CaO/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	33
Gambar 14.	Kurva Pengaruh Variasi Waktu Kontak.....	33
Gambar 15.	Kurva Pengaruh Variasi Konsentrasi.....	35
Gambar 16.	Kurva Pengaruh Variasi Suhu.....	37

## DAFTAR TABEL

Tabel 1.	Tabel Perbandingan Berat Komposit.....	20
Tabel 2.	Sudut Difraksi Hasil Penelitian Dibandingkan dengan JCPDS.....	30
Tabel 3.	Ukuran Kristal Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dari Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan CaO Murni.....	30
Tabel 4.	Data Parameter Kinetika Adsorpsi Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Terhadap <i>Congo Red</i> .....	34
Tabel 5.	Data Parameter Isoterm Adsorpsi Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Terhadap <i>Congo Red</i> .....	36
Tabel 6.	Data Persamaan Termodinamika Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Terhadap <i>Congo Red</i> .....	38

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Diagram Alir Prosedur Penelitian.....	46
Lampiran 2.	Perhitungan Perbandingan Massa Pembentukan Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	50
Lampiran 3.	Perhitungan Rendemen CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	51
Lampiran 4.	Perhitungan Rendemen Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	52
Lampiran 5.	Panjang Gelombang Maksimum Congo Red.....	53
Lampiran 6.	Hasil Karakterisasi CaO Murni dengan Menggunakan XRD.....	54
Lampiran 7.	Hasil Karakterisasi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan Menggunakan XRD.....	59
Lampiran 8.	Hasil Karakterisasi CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan Menggunakan XRD.....	63
Lampiran 9.	Karakterisasi BET.....	67
Lampiran 10.	Karakterisasi FTIR.....	68
Lampiran 11.	Pengukuran pH Point Zero Charge (pHpzc).....	69
Lampiran 12.	Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi Congo Red.....	70
Lampiran 13.	Data Kinetika Adsorpsi.....	72
Lampiran 14.	Pengaruh Variasi Konsentrasi Terhadap Adsorpsi Congo Red.....	74
Lampiran 15.	Data Isoterm Adsorpsi.....	76
Lampiran 16.	Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Adsorpsi Congo Red.....	78
Lampiran 17.	Data Termodinamika.....	80
Lampiran 18.	Gambar Penelitian.....	82

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Berbagai macam industri seperti tekstil, plastik, fotografi, cat, kertas dan percetakan merupakan salah satu penyumbang keberadaan zat warna sintetik terbesar untuk polusi air (Chatterjee *et al.*, 2020). Salah satu zat warna yang sering digunakan adalah *congo red*, yang merupakan pewarna azo sintesis dimana mengandung senyawa amina aromatik. Keberadaan zat warna *congo red* di perairan akan mengganggu keseimbangan ekosistem, karena sifatnya yang beracun, mutagenik, dan karsinogenik. Keberadaan zat warna *congo red* di perairan dapat pula menyebabkan penyakit kulit seperti iritasi dan dermatitis (Thakur *et al.*, 2021).

Kehadiran zat warna *congo red* dalam konsentrasi yang rendah bahkan sangat terlihat. Oleh karenanya dibutuhkan tindakan untuk menghilangkan zat warna ini selama pengolahan limbah aerobik. Berbagai metode efektif untuk menghilangkan kontaminan zat warna tersebut dari air telah banyak dikembangkan, seperti koagulasi, oksidasi kimia, pemisahan membran, proses elektrokimia, teknik adsorpsi dan sebagainya. Teknik adsorpsi dikenal sebagai salah satu teknik yang paling efektif, hal ini dikarenakan teknik ini dapat dengan cepat menurunkan konsentrasi dari zat warna yang terlarut dalam limbah dan pengoperasiannya yang sederhana. Berbagai adsorben untuk mengadsorpsi zat warna telah banyak digunakan seperti karbon aktif, silika, tanah liat, polimer alami, polimer sintesis, serat kaca, alumina dan sebagainya (Thakur *et al.*, 2021).

Sebagai adsorben, kalsium oksida (CaO) merupakan material yang menjanjikan dikarenakan sifat penyerapannya, permukaan material lebih mudah menyerap adsorbat dan kemampuan adsorpsi yang lebih besar dibandingkan adsorben lainnya seperti MgO. Kalsium oksida bersifat basa kuat, yang dapat digunakan untuk adsorpsi gas dan sebagai katalis untuk produksi biodiesel. Kalsium oksida merupakan katalis basa yang cocok untuk remediasi agen limbah beracun atau zat aditif dalam cat. Selain itu, kalsium oksida juga digunakan sebagai adsorben untuk zat warna dalam air yang berasal dari industri tekstil, farmasi dan limbah pertanian (Thakur *et al.*, 2021).

Untuk meningkatkan sifat adsorpsi dari kalsium oksida, maka digunakanlah nanopartikel magnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) untuk membuat adsorben komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang memiliki karakteristik magnetik yang kuat dan pemisahannya dari air yang mudah akibat dari medan magnet luar (Tamjidi and Esmaeili, 2019). Komposit merupakan material yang terbentuk dari dua atau lebih material dan memiliki sifat material yang lebih unggul dibanding material penyusunnya. Dengan mengatur komposisi dari material pembentuknya, dapat direncanakan karakteristik material komposit yang diinginkan. Pada pembuatan komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  diharapkan komposit memiliki sifat magnet dan kapasitas adsorpsi yang besar (Matthews and Rawlings, 1993).

Pembuatan komposit dengan menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan pengaplikasiannya terhadap adsorpsi zat warna *congo red* telah banyak dilakukan. Berdasarkan penelitian Jiang *et al.*, (2021) dengan menggunakan komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /Grafena oksida dapat mengadsorpsi zat warna *congo red* dengan kapasitas 769,2 mg/g dan dapat dikumpulkan dengan magnet eksternal setelah proses adsorpsi. Sedangkan Chatterjee *et al.*, (2020) menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang difungsikan dengan asam 1,2,4,5-Benzentetrakarbosilik (BTCA)/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @BTCA untuk mengadsorpsi zat warna *congo red*, dimana memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 630 mg/g. Adsorpsi zat warna *congo red* menggunakan  $\text{CaO}$  juga telah dilakukan pada penelitian sebelumnya. Taylor *et al.*, (2013) melaporkan bahwa  $\text{CaO}$  komersial memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 238,66 mg/g dalam mengadsorpsi zat warna *congo red*, dan ketika  $\text{CaO}$  dibandingkan dengan nano partikel oksida logam lainnya seperti  $\text{MgO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{NiO}$ , terlihat  $\text{CaO}$  memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar.

Melalui penelitian ini dilakukan sintesis komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan menggunakan kalsium oksida murni dan prekursor  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  serta  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan metode kopresipitasi. Komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  digunakan untuk mengadsorpsi zat warna *congo red* dengan variasi waktu kontak, konsentrasi zat warna dan suhu. Komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang didapatkan dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*), FTIR (*Raman and Fourier Transform Infrared Spectroscopy*), BET (*Brunaur-Emmet-Teller*) dan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*).

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Bagaimana keberhasilan sintesis dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>?
2. Bagaimana kondisi optimum dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi zat warna *congo red*?
3. Bagaimana kinetika adsorpsi, isoterm adsorpsi dan termodinamika dari adsorpsi zat warna *congo red* menggunakan komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mensintesis dan mengkarakterisasi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan XRD, BET, FTIR dan VSM.
2. Menentukan kondisi optimum komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi zat warna *congo red* dengan variasi waktu kontak, konsentrasi zat warna *congo red* dan suhu.
3. Menentukan kinetika adsorpsi, isoterm adsorpsi dan termodinamika komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi zat warna *congo red*.

## 1.4 Manfaat Penelitian

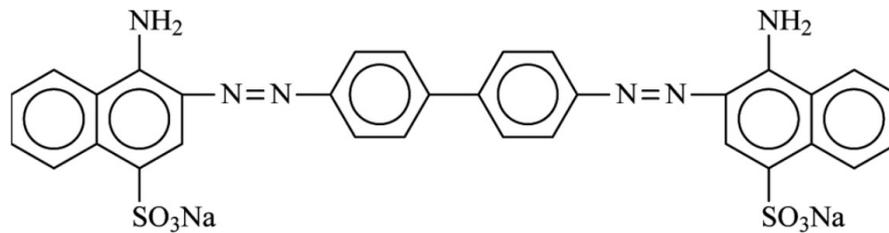
Penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan tentang sintesis dan karakterisasi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan serapannya terhadap zat warna *congo red*, sehingga dihasilkan komposit yang berguna untuk mengurangi zat warna *congo red* dalam perairan.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Zat Warna Congo Red

Untuk mewarnai produk dari berbagai macam industri, terutama industri tekstil dan makanan digunakan zat warna. Hal ini mengakibatkan industri tekstil dan makanan banyak menghasilkan limbah berwarna dalam jumlah yang besar, karena pada proses pewarnaan dan pencucian, pewarna tidak melekat pada serat atau makanan. Lepasnya air limbah berwarna ini di perairan menyebabkan masalah bagi kesehatan dan lingkungan (Zhu *et al.*, 2011). Zat warna bersifat beracun, mutagenik, karsinogenik dan dapat menyebabkan penyakit kulit seperti iritasi kulit dan dermatitis. Selain itu, zat warna sangat sulit untuk didegradasi karena memiliki struktur molekul aromatik yang kompleks (Taylor *et al.*, 2013).



**Gambar 1.** Struktur zat warna *congo red*

Apabila dilihat dari strukturnya, *congo red* (Gambar 1) terdiri atas pewarna diazo anionik dengan dua gugus azo, yang mana bagi kebanyakan organisme bersifat beracun dan dapat dimetabolisme menjadi benzidine yang karsinogenik bagi manusia. Karena sifatnya yang karsinogenik, *Congo red* banyak dilarang di berbagai negara. *Congo red* sebagai pewarna sintetis sulit untuk terurai karena memiliki struktur aromatik yang kompleks, dimana menyebabkannya memiliki stabilitas fisikokimia, termal dan optik. Pada perairan, zat warna ini tidak diinginkan dan pada konsentrasi yang sangat rendah masih dapat terlihat di dalam air. Selain itu, sebagai pewarna azo sintetis, *congo red* mengandung senyawa amina yang beracun, sehingga sangat berbahaya bagi lingkungan (Taylor *et al.*, 2013). *Congo red* memiliki sifat adsorpsi yang kuat ke dalam zat padat dan memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang 500 nm dan bersifat asam (Ghribi

*et al.*, 2014). Zat warna *congo red* memiliki rentang pH 3,0 (biru) sampai 6,2 (merah) (Sofiana, 2011).

## 2.2 Kalsium Oksida (CaO)

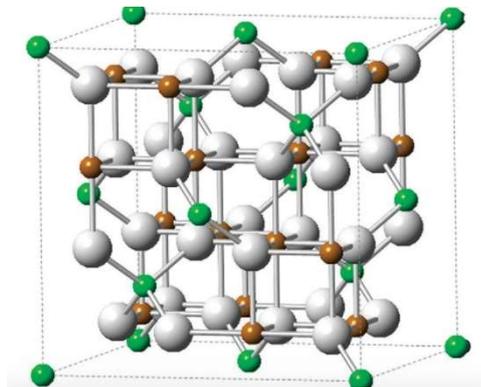
Nanopartikel kalsium oksida (CaO) memiliki struktur dengan luas permukaan yang tinggi dibandingkan dengan berbagai nanopartikel lainnya (Khoo and Esmacili, 2018). Kalsium oksida memiliki keuntungan dengan biaya yang rendah, bahan yang aman bagi manusia dan berfungsi sebagai adsorben yang efektif. Kalsium oksida dapat dibuat melalui kalsinasi kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>). Reaksi ini merupakan reaksi endotermik, dimana entalpi pembentukannya positif yang berarti membutuhkan energi untuk mengubah CaCO<sub>3</sub> menjadi CaO. Pembentukan kalsium oksida dapat terjadi sebagai akibat dari fungsi temperatur pada penurunan material reaksi dekomposisi kalsium karbonat menjadi kalsium oksida sesuai reaksi (Haryono dkk, 2018),



Suhu sekitar 700°C kalsium oksida mulai terbentuk. Setelah melewati suhu 700°C, peningkatan konversi kalsium karbonat menjadi kalsium oksida akan berlangsung secara signifikan, lalu sekitar suhu 850°C akan terjadi kondisi kesetimbangan. Pada akhir reaksi berat materi mengalami penurunan yang disebabkan gas karbon dioksida dilepaskan, yang mana merupakan hail dari produk sampingan. Penurunan berat materi ini menandakan pembentukan kalsium oksida dari hasil dekomposisi termal kalsium karbonat (Haryono dkk, 2018). CaO sebagai adsorben merupakan material yang menjanjikan karena memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi apabila dibandingkan dengan material komersial lainnya seperti MnO<sub>2</sub> komersial. CaO telah digunakan sebagai adsorben untuk mengadsorpsi zat warna *congo red* pada penelitian yang dilakukan oleh Taylor *et al.*, (2013). Penelitian yang dilakukan oleh Taylor *et al.*, (2013) menggunakan CaO komersial. Didapatkan bahwa, CaO komersial memiliki kapasitas sebesar 238,66 mg/g dalam mengadsorpsi zat warna *congo red*, dan ketika CaO dibandingkan dengan nano partikel oksida logam lainnya seperti MnO<sub>2</sub> yang memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 7 mg/g dan TiO<sub>2</sub> dengan kapasitas adsorpsi sebesar 2,42 mg/g, terlihat CaO memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar.

### 2.3 Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) membantu menghilangkan limbah dari larutan cair. Magnetit dapat menghilangkan ion limbah beracun dari air karena sifat magnetiknya, stabilitas kimia yang tinggi, sintesis yang mudah, dan kemampuan daur ulang yang sangat baik.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (ferrite) adalah bahan nanopartikel magnetit. Material  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki sifat fisik warna hitam, biasanya terdapat dalam bentuk partikel besar dan kecil. Senyawa ini memiliki rumus umum  $\alpha(\beta)_2\text{O}_4$  dari keluarga spinel dan merupakan ion logam dengan bilangan oksidasi +2 (Fe, Mg, Ni, Zn, dll), di mana ion  $\text{Fe}^{3+}$  dibagi menjadi dua bentuk spesifik. dalam struktur kristal. . Susunan ini memungkinkan elektron untuk bergerak di antara ion yang berbeda (Saragi dkk, 2018).



**Gambar 2.** Struktur kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Gawande *et al.*, 2013)

Berdasarkan Gambar 2,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang tersusun atas ion  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  dan ion oksida serta mempunyai struktur kubik spinel (Gawande *et al.*, 2013). Sifat optik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tergantung dari ukuran partikel pada magnetit dan memiliki energi-gap semikonduktor sebesar 0-3 eV (Saragi dkk, 2018). Magnetit bersifat superparamagnetit, sifat ini berada pada bahan magnetik dengan ukuran partikel nano. Superparamagnetik sendiri ialah material yang menyerupai paramagnetik, tetapi juga memiliki sifat material feromagnetik. Bahan superparamagnetik akan menunjukkan sifat magnetik ketika diberi medan magnet luar. Magnetit telah digunakan untuk mengadsorpsi zat warna *congo red* dalam air.

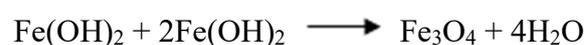
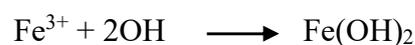
Jiang *et al.*, (2021) menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang digabungkan dengan grafine oksida dan didapatkan komposit grafine oksida magnetik (MGO) untuk

mengadsorpsi zat warna *congo red*, dimana kondisi optimum adsorpsi terjadi pada pH 7 dengan kapasitas adsorpsi sebesar 769,2 mg/g dan dapat ditarik oleh magnet eksternal setelah proses adsorpsi selesai. MGO memiliki sifat magnetik yang lemah, disebabkan oleh komponen dari grafine oksida yang dimodifikasi di dalam komposit MGO bersifat non-magnetik. Kemampuan regenerasi MGO untuk adsorpsi *congo red* tidak ideal. Chatterjee *et al.*, (2020) menggunakan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang difungsikan dengan asam 1,2,4,5-Benzentetrakarbosilik (BTCA)/ Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@BTCA untuk mengadsorpsi zat warna *congo red*, dimana memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 630 mg/g.

## 2.4 Metode Kopresipitasi

Berbagai metode telah dikembangkan untuk mensintesis komposit, seperti metode hidrotermal, *combustion method*, metode sol gel dan metode kopresipitasi. Struktur kristal serta sifat magnetik material dapat dioptimalkan ketika menggunakan metode kopresipitasi, dengan kontrol parameter seperti pH, suhu, kecepatan pengadukan, waktu sintesis dan konsentrasi presipitan. Metode kopresipitasi menjadi salah satu metode yang menjanjikan dari berbagai metode tersebut, dikarenakan prosedurnya relatif sederhana, menghasilkan ukuran partikel yang relatif kecil, dan dapat dilakukan pada suhu kamar (Muflihatun dkk, 2015).

Metode kopresipitasi dalam mensintesis magnetit dipengaruhi oleh reduksi besi (III) oksihidroksida dan besi (II) hidroksida serta pengendapan. Kondisi keasaman serta perbandingan mol Fe<sup>3+</sup>/Fe<sup>2+</sup> yang digunakan berpengaruh pada proses pengendapan (Rahmayanti, 2020). Permana dkk (2017) dalam penelitiannya menjelaskan ukuran rata-rata butiran nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi pada pH 10 dan suhu kamar berukuran 9,6 ± 1,06 nm. Morfologi yang dihasilkan dengan metode kopresiptasi berbentuk bulat. pH larutan menjadi faktor penting dalam pembentukan partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan membuat media basa yang sesuai untuk menghasilkan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan ukuran dan morfologi tertentu. Tahapan pembentukan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berlangsung dengan persamaan kimia sebagai berikut:



## 2.5 Adsorpsi

Metode yang paling populer dan efektif untuk menangani kontaminasi logam berat merupakan metode adsorpsi. Hal ini karena proses adsorpsi menawarkan fleksibilitas dalam desain dan operasi (Sumiyati dan Samudro, 2010). Adsorpsi adalah proses agregasi zat terlarut dalam larutan oleh suatu adsorben, dimana bahan masuk dan terakumulasi dalam bahan penyerap. Adsorpsi meliputi apa yang disebut adsorben dan adsorbat. Adsorben adalah zat penyerap dan adsorbat adalah zat yang diserap. Bahan yang biasa digunakan sebagai adsorben adalah yang memiliki pori-pori sehingga proses adsorpsi terjadi pada lokasi tertentu di dalam pori atau partikel. Pemisahan dapat terjadi karena beberapa molekul menempel lebih erat ke permukaan daripada yang lain karena perbedaan berat molekul atau polaritas (Sudarmawan et al., 2020).

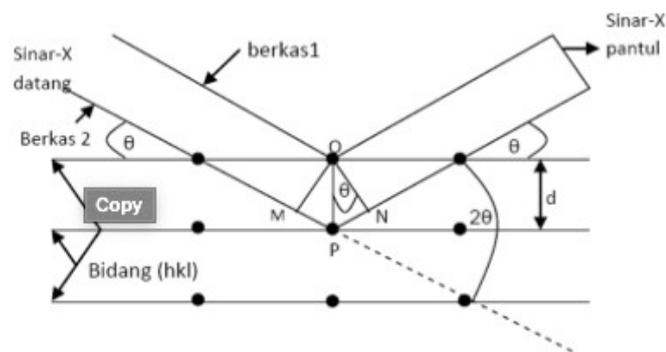
Adsorpsi secara umum dibagi menjadi dua jenis: chemisorption dan physisorption. Penyerapan kimia terjadi melalui kekuatan kimia dan diikuti oleh reaksi kimia. Penyerapan kimia menghasilkan pembentukan ikatan kimia diikuti oleh reaksi kimia. Dengan demikian, penyerapan kimia menghasilkan produk reaksi dalam bentuk senyawa baru. Ikatan kimia yang terjadi dalam chemisorption mengikat molekul gas atau cair ke permukaan padat begitu kuat sehingga pelepasan kembali molekul yang terikat adsorben sangat kecil. Fisisorpsi terjadi karena kekuatan fisik. Molekul yang teradsorpsi secara fisik tidak terikat erat ke permukaan dan biasanya mengalami proses pembalikan yang cepat dan mudah digantikan oleh molekul lain. Adsorpsi fisika mengikat ion yang teradsorpsi dengan ikatan kimia, tetapi ikatan ini mudah putus dan terjadi pertukaran ion. Namun, banyak kasus adsorpsi melibatkan tidak hanya satu jenis adsorpsi, tetapi dua (Masruhin dkk, 2018).

## 2.6 X-ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD digunakan untuk mengidentifikasi bahan kristal, seperti menggunakan radiasi elektromagnetik sinar-X untuk mengidentifikasi struktur kristal (kualitatif) dan fase (kuantitatif) suatu bahan. Selain itu, XRD juga digunakan untuk memeriksa detail lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, orientasi kristal, dan cacat. Struktur kristal ditentukan dengan menggunakan

metode difraksi. Difraksi adalah metode eksperimental hamburan elastis yang memungkinkan proses perubahan energi diabaikan dalam proses hamburan. Informasi yang diperoleh dari metode difraksi ini berupa data koordinat atom-atom dalam kristal, yang mendasari sifat-sifat dan sifat-sifat umum material (Hakim dkk, 2019).

Prinsip dasar XRD adalah membelokkan cahaya melalui celah kristal. Difraksi cahaya melalui kisi kristal ini terjadi bila difraksi terjadi dari radius dengan panjang gelombang yang sama dengan jarak antar atom (kurang lebih 1 Angstrom). Radiasi yang digunakan berupa sinar-X, elektron dan neutron. Ketika sinar X-ray berinteraksi dengan material, sebagian dari sinar diserap, ditransmisikan, dan sebagian didifraksikan (Gambar 3). Hamburan difraksi ini telah dibuktikan dengan XRD (Hakim dkk, 2019)

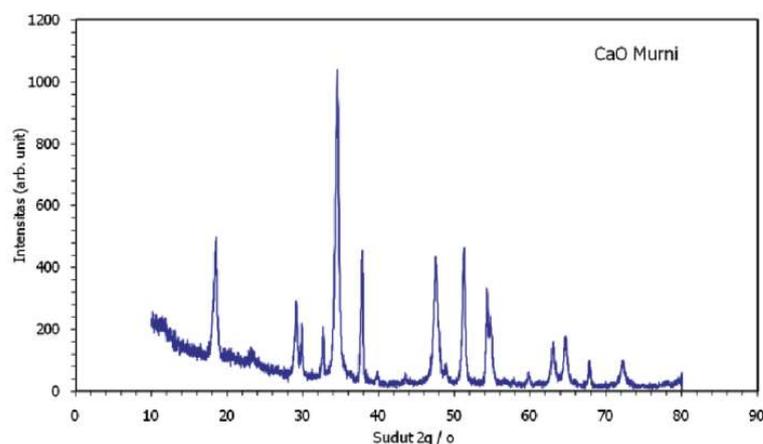


**Gambar 3.** Prinsip kerja XRD (Hakim dkk, 2019)

Beberapa sinar-X yang dihamburkan saling meniadakan karena berada di luar fase, sementara yang lain konstruktif karena berada dalam fase yang sama. Sinar-X yang saling menguatkan disebut garis difraksi (Hakim et al, 2019). Dari Ghandoor, dkk (2012) penelitian penggunaan XRD untuk menentukan ukuran partikel mengungkapkan bahwa hasil sampel menunjukkan puncak yang sangat luas, menunjukkan ukuran partikel kristal kecil. Serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki fase kubik tunggal. Ukuran kristal  $D_{hkl}$  didapatkan dengan menggunakan perhitungan Debye-Scherrer, ditunjukkan pada persamaan (1):

$$D_{hkl} = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \dots\dots\dots (1)$$

$\beta$  merupakan lebar penuh pada setengah maksimum (FWHM) dari garis difraksi XRD dengan panjang gelombang 0,154056 nm dan  $\theta$  adalah sudut setengah difraksi dari  $2\theta$ . Hasil karakterisasi XRD CaO murni ditampilkan pada Gambar 4 menunjukkan puncak difraksi pada  $2\theta = 34,094^\circ, 37,779^\circ, 47,516^\circ, 51,204^\circ$  (Murti dkk, 2015).



**Gambar 4.** Pola Xrd dari CaO Murni (Murti dkk, 2015)

## 2.7 Brunaur-Emmet-Teller (BET)

Dasar teori BET terkait dengan adsorpsi gas ke permukaan material. Fenomena ini melibatkan gaya van der Waals yang dihasilkan oleh lapisan adsorben, yang terdiri atas atom, ion atau molekul pada permukaan partikel adsorben. Adsorpsi dapat bersifat fisik atau kimia. Fisisorpsi melibatkan gaya van der Waals, sedangkan kemisorpsi adalah hasil reaksi kimia antara padatan dan adsorben. Jumlah gas yang teradsorpsi pada suatu adsorben dapat dikorelasikan dengan luas permukaannya. Ada beberapa parameter yang mempengaruhi proses ini seperti temperatur, tekanan dan sifat material. Teori BET berkaitan erat dengan teori Langmuir (Ambroz et al., 2018).

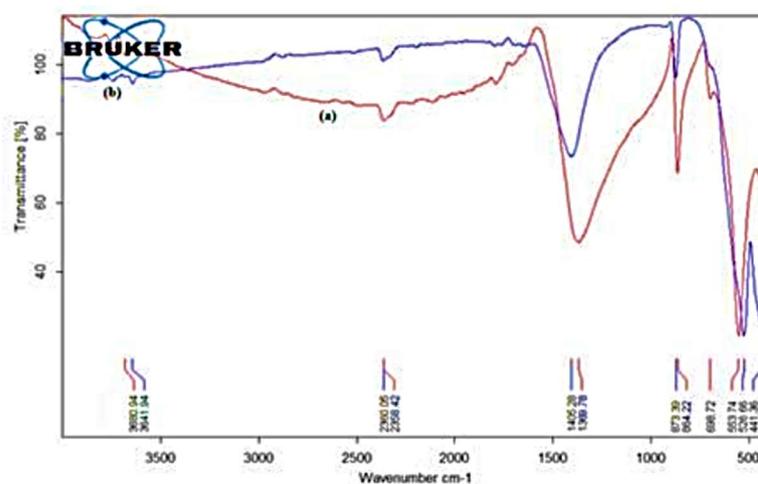
Diperkirakan bahwa keadaan di mana molekul gas membentuk lapisan adsorpsi adalah ideal. Dalam keadaan ini, semua molekul yang teradsorpsi berada dalam kontak dengan permukaan adsorben. Ini dapat terjadi dalam struktur tertutup di mana molekul-molekulnya berdekatan satu sama lain atau menyebar di permukaan (Ambroz *et al.*, 2018). BET digunakan untuk menentukan besarnya area permukaan suatu padatan, pada penelitian ini berupa CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Pada hasil BET untuk komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO yang dilakukan oleh Khoo and Esmaili,

(2018) didapatkan bahwa adsorben memiliki luas permukaan  $41,47 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  dan  $71,23 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ , diameter pori rata-rata sebesar  $50,38 \text{ \AA}$  dan  $96,14 \text{ \AA}$  serta volume pori total sebesar  $0,094 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ .

## 2.8 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Fourier transform infrared (FTIR) adalah teknik untuk mengamati interaksi molekuler menggunakan radiasi elektromagnetik dengan bilangan gelombang antara  $0,75$  dan  $1000 \text{ cm}^{-1}$  atau antara  $13.000$  dan  $10 \text{ cm}^{-1}$  (Lubis, 2015). Cara kerja FTIR. Pertama, bahan yang akan diukur diidentifikasi baik dalam bentuk atom atau molekul. Sumber cahaya inframerah dibagi menjadi dua sinar yang melewati sampel dan melalui komparator. Setelah melewati prisma, sinar tersebut mengenai detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang direkam oleh perekam. Jika sinyal yang dihasilkan sangat lemah, diperlukan amplifier (Pambudi dkk, 2017).

FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada katalis nano magnetit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebelum dan sesudah kalsinasi yang ditunjukkan pada Gambar 5. Puncak pada  $554 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi regangan Fe-O dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Pita pada  $2360 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya  $\text{CO}_2$  yang mana berkorespondensi pada pita  $678 \text{ cm}^{-1}$  akibat dari terlepasnya air ke udara. Pita lebar pada  $1369 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya  $\text{CO}_3^{2-}$  pada  $\text{CaCO}_3$ . Setelah kalsinasi, intensitas dari puncak-puncak ini menurun. Sebaliknya, muncul puncak baru pada  $441 \text{ cm}^{-1}$ , yang mana menggambarkan ikatan Fe-O dari komponen yang berbeda, kemungkinan berasal dari terbentuknya kalsium ferrite (Ali *et al.*, 2017).

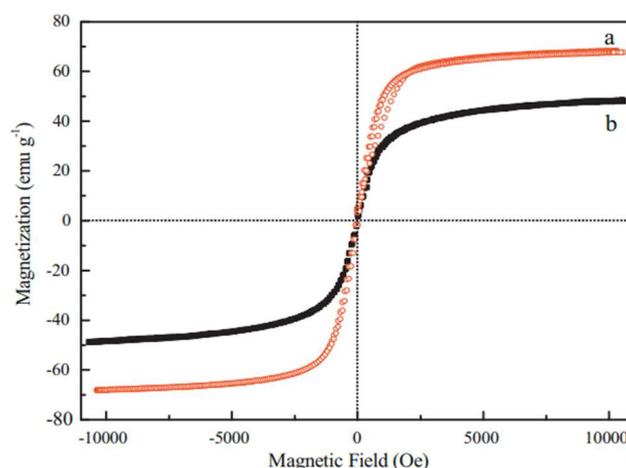


**Gambar 5.** Pola FTIR dari  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  setelah dan sebelum kalsinasi (Ali *et al.*, 2017)

## 2.9 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Alat berupa vibrating sample magnetometer (VSM) dapat digunakan untuk menyelidiki dan mempelajari sifat kemagnetan suatu bahan. Karakterisasi dengan VSM memberikan informasi tentang besarnya sifat magnetik dengan perubahan medan magnet luar yang ditunjukkan pada kurva histeresis. Sifat magnetik bahan dapat diselidiki dengan VSM (Tebriani, 2019).

Informasi yang diperoleh dengan menganalisis sifat kemagnetan menggunakan VSM adalah kurva histeresis yang merepresentasikan besarnya sifat kemagnetan akibat perubahan medan magnet luar. Kurva histeresis menunjukkan hubungan antara magnetisasi ( $M$ ) dan medan magnet luar ( $H$ ). Ada besaran-besaran penting dalam menentukan sifat magnetik pada kurva histeresis, seperti saturasi magnetik ( $M_s$ ), gaya koersif ( $H_c$ ), dan magnetisasi remanen ( $M_r$ ). Nilai magnetisasi saturasi menunjukkan kemampuan nanopartikel saat terkena medan magnet luar. Kemampuan ini untuk mempertahankan domain magnetik searah ketika terkena medan magnet eksternal. Gaya koersif adalah besarnya medan magnet yang diperlukan untuk mendapatkan magnetisasi nol, dan semakin besar nilainya, semakin kuat sifat magnetnya. Magnetisme menunjukkan kemampuan nanopartikel ketika terkena medan eksternal (Taib dan Suharyadi, 2015).



**Gambar 6.** Magnetisasi dari (a)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan (b)  $\text{m-cell/Fe}_3\text{O}_4/\text{ACC}_s$  pada  $25^\circ$

(Zhu *et al.*, 2011)

Zhu *et al.*, (2011) telah melakukan karakterisasi VSM terhadap  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{m-cell/Fe}_3\text{O}_4/\text{ACC}_s$  yang ditunjukkan pada Gambar 6. Dimana saturasi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dengan metode kopresipitasi memiliki saturasi

magnetisasi sebesar  $68,1 \text{ emu/g}^{-1}$ . m-cell/ $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ACC}_s$  memiliki saturasi magnetisasi sebesar  $48,2 \text{ emu g}^{-1}$ . Magnetisasi remanen dan medan koersivitas tidak diperhitungkan pada suhu  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , yang mengindikasikan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan m-cell/ $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ACC}_s$  tidak memiliki medan magnet pada suhu kamar dan bersifat paramagnetik.

## 2.10 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer ultraviolet atau spektrofotometer ultraviolet tampak adalah metode pengukuran yang didasarkan pada pengukuran energi cahaya bahan kimia pada panjang gelombang maksimum tertentu. Panjang gelombang sinar ultraviolet memiliki rentang panjang  $200\text{-}400\text{nm}$  dan cahaya tampak atau tampak memiliki rentang panjang  $400\text{-}750\text{nm}$  (Iskandar, 2017). Spektrofotometer UV-Vis adalah salah satu instrumen yang paling banyak digunakan untuk mendeteksi senyawa padat atau cair dalam analisis kimia. Panjang gelombang dalam rentang UV-Vis adalah  $200\text{-}700 \text{ nm}$ , dan reagen harus ditambahkan ke sampel untuk memungkinkan sampel menyerap foton dan pembacaan (Irawan, 2019). Spektrofotometer UV-Vis mempunyai prinsip kerja berupa cahaya monokromatik yang melewati suatu medium larutan, sebagian cahaya diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian dipancarkan.

Dalam pengukuran spektrofotometer UV-Vis, prinsip Lambert-Beer menyatakan bahwa ketika cahaya monokromatik melewati media larutan, absorbansi yang dihasilkan sebanding dengan konsentrasi larutan. Secara kuantitatif, perhitungan dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi hubungan antara deret konsentrasi larutan dan deret absorbansi larutan yang diperoleh pada panjang gelombang tertentu. Penentuan kualitatif didasarkan pada hasil puncak spektral unsur tertentu pada panjang gelombang tertentu (Yanlinastuti dan Fatimah, 2016). Keberhasilan proses adsorpsi dapat ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis dengan mengukur absorbansi larutan zat warna sebelum dan sesudah adsorpsi. Konsentrasi larutan zat warna sebelum adsorpsi dan sesudah adsorpsi diperoleh dari kurva kalibrasi rumus regresi untuk absorbansi yang diperoleh. Konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi dapat digunakan untuk menghitung efisiensi adsorpsi dan kapasitas adsorpsi, yang menggambarkan keberhasilan proses adsorpsi.

## 2.11 Studi Isoterm Adsorpsi

Model isotermal biasanya dipilih untuk menggambarkan proses adsorpsi dan mekanismenya. Isoterm adsorpsi adalah plot adsorpsi ( $q_e$ ) versus konsentrasi ion logam kesetimbangan ( $C_e$ ), dan data eksperimen ditempatkan dalam konteks yang diterapkan menggunakan parameter yang digunakan. Perilaku kesetimbangan adsorben dipelajari dengan menggunakan model isoterm Langmuir dan Freundlich (Tamjidi dan Esmaili, 2019). Isoterm adsorpsi Langmuir didasarkan pada beberapa asumsi. Artinya, adsorpsi maksimum terjadi ketika satu lapisan sempurna terbentuk, energi adsorpsi konstan, tidak tergantung pada sifat permukaan, dan adsorpsi terjadi tanpa interaksi antara molekul yang teradsorpsi. Karena mereka melekat pada situs tertentu di mana mereka teradsorpsi, mereka tidak dapat bergerak pada permukaan padat dan tidak dapat dibatalkan.

Isoterm adsorpsi Langmuir mengasumsikan bahwa hanya terjadi adsorpsi tunggal. Adsorpsi bersifat lokal. Artinya, molekul zat diserap hanya pada titik-titik tertentu dan panas adsorpsi tidak bergantung pada luas permukaan yang dicakup oleh adsorben. Isoterm adsorpsi Langmuir digunakan untuk menggambarkan kemisorpsi (Masruhin et al, 2018). Isoterm Langmuir diberikan pada persamaan 2:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{q_m} + \frac{1}{K_L q_m} \dots\dots\dots(2)$$

dimana  $C_e$  adalah konsentrasi larutan adsorbat kesetimbangan (mg/L),  $q_e$  adalah kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g),  $q_m$  adalah kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g) dan  $K_L$  adalah konstanta Langmuir. Maka, prosesnya dapat diketahui sebagai tidak diinginkan, tidak dapat diubah dan linier serta diinginkan bila masing-masing  $R_L > 1$ ,  $R_L = 0$  dan  $0 < R_L < 1$ . Nilai  $R_L$  dapat ditentukan dengan persamaan 3:

$$R_L = \frac{1}{1 + K_L C_0} \dots\dots\dots(3)$$

Model isoterm adsorpsi Freundlich berdasarkan pada adsorpsi beberapa lapis pada permukaan heterogen dengan distribusi energi yang tidak sama, melalui tempat pengikatan aktif dari adsorben. Bentuk linier dari model isoterm Isoterm Freundlich diberikan pada persamaan 1 berikut :

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \dots\dots\dots(4)$$

dimana  $K_F$  adalah konstanta Freundlich  $(\text{mg/g})(\text{L/g})^{1/n}$  dan  $n$  menyatakan pengalihan proses adsorpsi dari linearitas. Dengan demikian, proses adsorpsi akan dilakukan melalui mekanisme linear, kimia atau fisika jika masing-masing  $n = 1$ ,  $n < 1$  dan  $n > 1$  (Tamjidi and Esmaeili, 2019).

## 2.12 Studi Kinetika Adsorpsi

Studi kinetika adsorpsi penting untuk dilakukan, karena akan memberikan informasi berharga tentang jalur reaksi dan mekanisme kontrol proses adsorpsi. Didalam penelitian studi kinetika dilakukan untuk menyelidiki kinetika adsorpsi, model kinetic orde satu semu dan orde dua semu. Kinetika pseudo orde satu untuk proses adsorpsi diberikan dengan persamaan 5:

$$\log(Q_e - Q_t) = \log Q_e - \frac{K_1}{2,303} t \dots\dots\dots(5)$$

dimana  $Q_t$  adalah jumlah adsorbat yang teradsorpsi pada waktu  $t$  (mg/g),  $Q_e$  adalah kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g),  $t$  adalah waktu dalam menit, dan  $K_1$  adalah konstanta laju orde pertama. Bentuk linier dari model kinetika orde dua semu dinyatakan dengan persamaan 6:

$$\frac{t}{Q_t} = \frac{1}{k_2 Q_e^2} + \frac{1}{Q_e} t \dots\dots\dots(6)$$

dimana  $Q_t$  adalah jumlah adsorbat yang teradsorpsi pada waktu  $t$  (mg/g),  $Q_e$  adalah kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g),  $t$  adalah waktu dalam menit, dan  $K_2$  adalah konstanta laju orde kedua (Tamjidi and Esmaeili, 2019). Dasar analisis kinetika terletak pada kinetika orde 0, 1 dan 2. Suatu reaksi dikatakan orde nol jika perubahan konsentrasi reaktan tidak mempengaruhi laju reaksi. Reaksi orde pertama terjadi ketika laju reaksi hanya bergantung pada salah satu reaktan atau sebanding dengan salah satu keluaran reaktan. Reaksi orde kedua terjadi ketika laju reaksi berbanding lurus dengan produk dari konsentrasi dua reaktan, atau dengan kuadrat konsentrasi salah satu reaktan (Sanjaya dan Agustine, 2015).

## 2.13 Studi Termodinamika

Studi termodinamika diketahui sebagai studi yang mempelajari ketika proses adsorpsi sedang berlangsung terjadi perpindahan panas atau kalor, dimana studi termodinamika ini dilakukan dengan konsentrasi tetap tetapi menggunakan variasi suhu yang berbeda (Rahayu dkk, 2019). Parameter termodinamika yang

diperlukan untuk memberikan informasi tentang perubahan arah dan energi dalam yang terjadi pada proses adsorpsi oleh adsorben adalah perubahan entalpi ( $\Delta H^\circ$ ), perubahan entropi ( $\Delta S^\circ$ ), dan perubahan energi bebas Gibbs ( $\Delta G^\circ$ ). (Neolaka dkk., 2019).

Termodinamika adalah nilai kuadrat dari koefisien korelasi ( $R^2$ ) atau persamaan (7):

$$\ln \frac{Q_e}{C_e} = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H}{RT} \dots\dots\dots(7)$$

Energi adsorpsi yang dihasilkan dihitung menggunakan persamaan (8):

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \dots\dots\dots(8)$$

Keterangan:

R = Konstanta gas umum (8,314 J/K.mol)

T = Suhu (K)

$\Delta H$  = Entalpi (kJ/mol)

$\Delta S$  = Entropi (kJ/mol)

$\Delta G$  = Energi bebas Gibbs (kJ/mol)

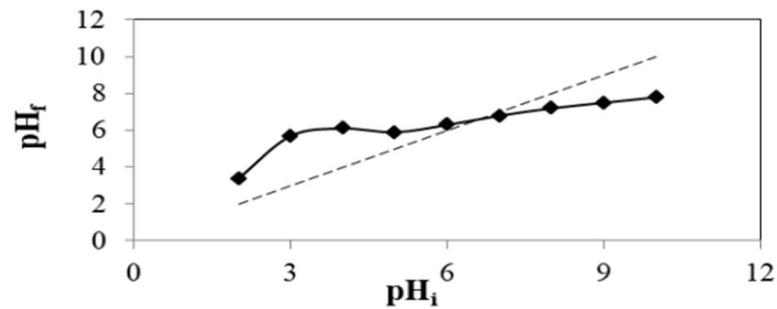
(Tamjidi and Esmacili, 2019).

#### 2.14 pH Point Zero Charge (pHpzc)

pH *point zero charge* (pHpzc) adalah pH pada perpotongan garis lurus dari kurva pH awal hingga pH akhir (jika pH awal sama dengan pH akhir) dan pH larutan yang digunakan. Adsorben didiamkan selama 48 jam. Pada pH ini, adsorben tidak lagi berkontribusi terhadap perubahan pH. Garis lurus merupakan kurva pH awal yang sama dengan pH akhir, dan garis bergelombang merupakan kurva perubahan pH larutan sebelum dan sesudah perendaman dalam adsorben (Wardiyati dkk, 2011).

CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang berhasil disintesis oleh Khoo dan Esmacili (2018) memiliki pH<sub>pzc</sub> sebesar 6,8 (Gambar 7). pH<sub>pzc</sub> digunakan dalam penelitian ini untuk menentukan pH larutan pewarna yang digunakan selama adsorpsi. Ketika pH melebihi titik pH nol muatan, permukaan adsorben menjadi bermuatan negatif. Jika adsorben bermuatan negatif, larutan pewarna harus bersifat kationik atau basa

agar interaksi antara permukaan adsorben dan pewarna dapat terjadi. Namun, bila pH di bawah  $pH_{pzc}$ , larutan pewarna anionik lebih disukai oleh adsorben ini, meskipun permukaan adsorben memiliki muatan positif. pH larutan merupakan parameter penting karena dapat mengubah muatan permukaan adsorben dan derajat ionisasi adsorbat selama proses adsorpsi.



**Gambar 7.**  $pH_{pzc}$  CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Khoo *and* Esmaeli, 2018)

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2021 sampai dengan April 2022 di Laboratorium Kimia Analisa FMIPA Universitas Sriwijaya. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang. Karakterisasi BET dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material ILRC Universitas Indonesia. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi VSM dilakukan di Laboratorium Fisika BATAN.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya seperangkat alat gelas, oven, magnet eksternal, *magnetic stirrer*, pH meter, timbangan analitik dan kertas saring Whatman No.42, XRD (*Panalytical* tipe X'Pert PR), BET (*Quadrasorb station 1* tipe 7.01), VSM (*Oxford* tipe 1.2), FTIR (tipe Shimadzu IR-03/17/07) dan spektrofotometer UV-Vis (Genesys 10).

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya NaOH (Merck),  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (Merck), *Congo red* (Merck), CaO murni (Merck) dan akuades.

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

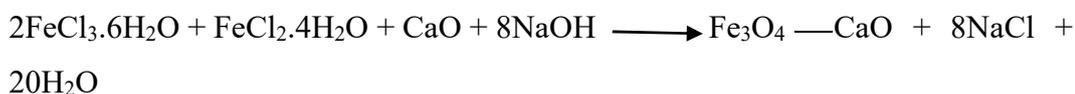
##### **3.3.1 Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

Sebanyak 1,167 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,429 g dilarutkan dengan 25 mL akuades. pH larutan campuran kemudian diukur. Hot plate dipanaskan pada suhu 60 °C. Larutan campuran diletakkan di atas *hot plate* dan distirer dengan kecepatan 400 rpm selama 50 menit, sedikit demi sedikit ditambahkan NaOH 1 M hingga mencapai pH 10 dan terbentuk endapan hitam. Larutan didiamkan, kemudian disaring dan dilakukan pencucian terhadap endapan sampai

filtrat menjadi pH 7. Endapan yang telah dicuci dikeringkan dengan oven pada suhu 60 °C sampai berat konstan (Hariani *et al.*, 2013).

### 3.3.2 Sintesis Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Prekursor FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O digunakan sebagai sumber dari Fe<sup>3+</sup> dan Fe<sup>2+</sup>. FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 1,167 g dan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O sebanyak 0,429 g masing-masing dilarutkan dengan 10 mL. Larutan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O ditambahkan ke dalam larutan FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan diukur pH larutan. Sebanyak 0,5 g CaO dimasukkan kedalam larutan campuran dan ditambahkan 5 mL akuades, kemudian ukur kembali pH larutan. Hot plate dipanaskan pada suhu 53°C, Erlenmeyer yang berisi campuran CaO, FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O distirer dengan kecepatan 450 rpm, selama 30 menit. Larutan campuran kemudian distirer kembali dengan kecepatan 400 rpm dan suhu 60°C selama 50 menit. Sedikit demi sedikit ditambahkan NaOH 1 M hingga mencapai pH 10 dan terbentuk endapan hitam. Larutan didiamkan, kemudian disaring dan dilakukan pencucian terhadap endapan sampai filtrat menjadi pH 7. Endapan yang telah dicuci dikeringkan dengan oven pada suhu 105 °C sampai berat konstan. Perhitungan perbandingan berat komposit terlampir pada lampiran 2. Reaksi yang terjadi pada sintesis CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai berikut:



**Tabel 1.** Perbandingan berat komposit

Rasio (b/b) komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1:1
CaO (g)	0,5
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (g)	0,5
FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O (g)	1,167
FeCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O (g)	0,429
Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (g)	1

### 3.3.3 Pembuatan Larutan Induk dan Larutan Standar Congo Red

Larutan induk *congo red* 1000 mg/L dibuat dengan cara melarutkan padatan *congo red* sebanyak 0,1 g ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan. Larutan standar dibuat

dengan mengencerkan larutan induk 1000 mg/L secara bertahap ke konsentrasi 500 mg/L, lalu larutan standar 500 mg/L diencerkan menjadi konsentrasi 100 mg/L pada labu ukur 100 mL. Larutan standar 100 mg/L kemudian secara bertahap diencerkan menjadi variasi konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L pada labu ukur 10 mL (Herlina dkk, 2017).

### **3.3.4 Penentuan Panjang Gelombang pada Absorbansi Maksimum Zat Warna Congo Red**

Larutan zat warna *congo red* dengan konsentrasi 15 mg/L diukur nilai absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-vis pada rentang panjang gelombang 400-700 nm. Panjang gelombang pada absorbansi maksimum yang didapat digunakan untuk mengukur serapan larutan standar dan sampel (Herlina dkk, 2017).

### **3.3.5 Penentuan Kurva Kalibrasi Zat Warna Congo Red**

Larutan standar dengan variasi konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-vis pada panjang gelombang maksimum. Absorbansi yang didapatkan dimasukkan kedalam kurva kalibrasi dan akan didapatkan persamaan regresi yang digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan zat warna serta nilai  $R^2$  (Herlina dkk, 2017).

## **3.4 Karakterisasi CaO, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO/ Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**

XRD digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal dari CaO, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dengan menggunakan radiasi Cu-K $\alpha$  (40 kV dan 30 mA) dengan panjang gelombang ( $\lambda$ ) sebesar 1,5406. Data didapatkan pada rentang  $2\theta$  dari 20° hingga 70° dengan langkah 0,02° pada kecepatan 6 derajat/menit (Ali, Al-Hydary and Al-Hattab 2017). BET digunakan untuk mengkarakterisasi luas permukaan spesifik CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan prinsip jumlah gas yang teradsorpsi pada bahan yang dikarakterisasi dihitung jumlahnya (Sibarani dkk, 2020).

FTIR digunakan untuk mengkarakterisasi gugus fungsi dari CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebelum adsorpsi dan sesudah adsorpsi, dengan menggunakan bilangan gelombang 400-4000 cm<sup>-1</sup> (Khoo and Esmaeili, 2018). VSM digunakan untuk mempelajari sifat magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Tebriani, 2019). Hasil karakterisasi yang

didapatkan berupa data magnetisasi (emu/g) serta medan magnet (Tesla) yang dihasilkan dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

### 3.4.1 Penentuan pH<sub>pzc</sub>

Sebanyak 50 mL larutan NaCl 1 M dimasukkan ke dalam erlenmeyer, variasi pH diatur pada 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 dan 12 dengan menambahkan HCl 1 M atau NaOH 1 M sedikit demi sedikit. Sebanyak 0,1 g komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditambahkan ke dalam masing-masing erlenmeyer. Selama 24 jam campuran diaduk dengan *magnetit stirrer* pada suhu kamar. Filtrat disaring dan diukur menggunakan pH meter. pH<sub>pzc</sub> dapat ditentukan melalui titik perpotongan dari grafik hubungan pH awal dengan pH akhir (Sepehr *et al.*, 2016).

## 3.5 Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi

### 3.5.1 Penentuan Waktu Kontak Pada Kondisi Optimum

Sebanyak 25 mL larutan zat warna *congo red* dengan konsentrasi 50 ppm dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan diukur pH larutan. HCl 1 M ditambahkan ke dalam larutan apabila pH larutan zat warna di atas pH<sub>pzc</sub>. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan nilai pH larutan zat warna di bawah nilai pH<sub>pzc</sub> agar adsorpsi dapat berjalan dengan baik, dimana *congo red* bersifat anionik. Sebanyak 0,1 g komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Erlenmeyer yang berisi komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan larutan *congo red* dikocok menggunakan *shaker* dengan kecepatan 120 rpm pada waktu kontak 10 menit dan suhu kamar. Adsorben dipisahkan dengan magnet eksternal dan filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-vis pada panjang gelombang maksimum. Perlakuan ini diulang untuk waktu kontak 20, 30, 40, 50 dan 60 menit (Zhu *et al.*, 2011).

### 3.5.2 Penentuan Konsentrasi Pada Kondisi Optimum

Sebanyak 25 mL larutan zat warna *congo red* dengan konsentrasi 25 ppm dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan diukur pH larutan. HCl 1 M ditambahkan ke dalam larutan apabila pH larutan zat warna di atas pH<sub>pzc</sub>. Sebanyak 0,1 g komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Erlenmeyer yang berisi komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan larutan *congo red* dikocok menggunakan *shaker* dengan kecepatan 120 rpm pada waktu kontak optimum dan suhu kamar. Adsorben dipisahkan dengan magnet eksternal dan filtrat diukur absorbansinya dengan

spektrofotometer UV-vis pada panjang gelombang maksimum. Perlakuan ini diulang untuk konsentrasi 50, 75, 100, 110, 125, 150, 175, 200, 225, 250 dan 300 ppm (Zhu *et al.*, 2011).

### 3.5.3 Penentuan Suhu Pada Kondisi Optimum

Sebanyak 25 mL larutan zat warna *congo red* dengan konsentrasi optimum dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan diukur pH larutan. HCl 1 M ditambahkan kedalam larutan apabila pH larutan zat warna diatas pH<sub>pzc</sub>. Sebanyak 0,1 g komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Erlenmeyer yang berisi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan larutan *congo red* dikocok menggunakan *shaker* dengan kecepatan 120 rpm pada waktu kontak optimum dan suhu 30 °C. Adsorben dipisahkan dengan magnet eksternal dan filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-vis pada panjang gelombang maksimum. Perlakuan ini diulang untuk suhu 40, 50, 60 dan 70 °C (Zhu *et al.*, 2011).

## 3.6 Analisis Data

### 3.6.1 Analisis Karakterisasi

Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD digunakan untuk melihat ukuran partikel dan adanya puncak difraktogram dari CaO, Ca(OH)<sub>2</sub> dan senyawa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang akan dicocokkan dengan JCPDS, apabila data karakterisasi XRD dan JCPDS memiliki kemiripan, maka sintesis dikatakan berhasil. Ukuran partikel dihitung dari nilai intensitas, 2θ dan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) yang diperoleh dari uji XRD. Data yang diperoleh dari karakterisasi BET digunakan untuk mendapatkan persamaan regresi, sehingga dapat dihitung luas permukaan spesifik CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Data yang diperoleh dari karakterisasi FTIR adalah puncak pada bilangan gelombang yang sesuai pada gugus fungsi CaO, CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-*congo red* maka sintesis dan adsorpsi dikatakan berhasil. Hasil karakterisasi VSM akan menghasilkan kurva *hysteresis*, yang bertujuan untuk mengetahui nilai magnetisasi dan besaran-besaran sifat magnetik CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Kurva *hysteresis* menunjukkan hubungan antara magnetisasi (M) dengan medan magnet luar (H).

### 3.6.2 Perhitungan Daya Serap, Persen Efisiensi dan Kapasitas Adsorpsi

Data yang diperoleh berupa nilai absorbansi yang digunakan untuk menghitung menentukan konsentrasi setelah adsorpsi dengan persamaan 9:

$$y = ax + b \dots\dots\dots(9)$$

Setelah didapatkan konsentrasi setelah adsorpsi, kemudian dihitung konsentrasi terserap menggunakan persamaan 10:

$$\text{Konsentrasi terserap} = C_o - C_e \dots\dots\dots(10)$$

Keterangan:

y = Absorbansi

a = *Slope* yang didapat dari kurva kalibrasi *congo red*

x = Konsentrasi sisa (mg/L)

b = *Intersept* yang didapat dari kurva kalibrasi *congo red*

C<sub>o</sub> = Konsentrasi awal larutan *congo red* (mg/L)

C<sub>e</sub> = Konsentrasi sisa dari persamaan (12) (mg/L)

Berdasarkan persamaan 9 dan 10, dapat dihitung nilai daya serap dengan persamaan 11:

$$Q_e = \frac{(C_o - C_e)V}{W} \dots\dots\dots(11)$$

Keterangan:

W = Berat adsorben yang digunakan (g)

V = Volume adsorbat yang akan diserap (L)

C<sub>o</sub> = Konsentrasi awal larutan *congo red* (mg/L)

C<sub>e</sub> = Konsentrasi sisa larutan *congo red* (mg/L)

Q<sub>e</sub> = Daya serap (mg/g)

Berdasarkan persamaan 9 dan 10, dapat dihitung persen efisiensi adsorpsi (%R) dari persamaan 12:

$$\%R = \frac{(C_o - C_e)}{C_o} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(12)$$

Keterangan:

$C_o$  = Konsentrasi awal larutan congo red (mg/L)

$C_e$  = Konsentrasi sisa larutan congo red (mg/L)

$\%R$  = Persen efisiensi adsorpsi (mg/g)

Berdasarkan persamaan 9 dan 10, kapasitas adsorpsi ( $q_e$ ) didapat dari persamaan 13:

$$q_e = \frac{(C_o - C_e)V}{W} \quad \dots\dots\dots(13)$$

Keterangan:

$W$  = Berat adsorben yang digunakan (g)

$V$  = Volume adsorbat yang akan diserap (L)

$C_o$  = Konsentrasi awal larutan congo red (mg/L)

$C_e$  = Konsentrasi sisa larutan congo red (mg/L)

$q_e$  = Kapasitas adsorpsi (mg/g)

### 3.6.3 Perhitungan Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi dipelajari dari variasi waktu kontak adsorpsi dan laju adsorpsi. Kinetika adsorpsi ditentukan melalui pendekatan persamaan kinetika adsorpsi yang paling sesuai dengan membandingkan nilai kuadrat koefisien korelasi ( $R^2$ ) atau linearitas. Kinetika adsorpsi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan pseudo orde satu dan pseudo orde dua. Perhitungan kinetika adsorpsi pseudo orde satu dilakukan menggunakan data  $Q_t$  dan  $Q_e$  dari variasi waktu kontak.  $Q_t$  yaitu jumlah adsorbat yang teradsorpsi pada waktu  $t$  (mg/g) dan  $Q_e$  yaitu kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g).

Berdasarkan persamaan 5 maka dibuat kurva antara waktu vs  $\log(Q_t - Q_e)$  sehingga didapatkan persamaan regresi dan nilai  $R^2$ . Intersept menunjukkan nilai  $\log Q_e$  dan slope menunjukkan nilai  $-\frac{K_1}{2,303}$ . Perhitungan kinetika adsorpsi pseudo orde dua dilakukan menggunakan data  $Q_t$  dari variasi waktu kontak. Berdasarkan persamaan 6 maka dibuat kurva antara waktu vs  $t/Q_t$  sehingga didapatkan

persamaan regresi dan nilai  $R^2$ . Intersept menunjukkan nilai  $\frac{1}{k_2 Q_e^2}$  dan slope menunjukkan nilai  $\frac{1}{Q_e}$ .

### 3.6.4 Perhitungan Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi dipelajari dari variasi konsentrasi pada saat adsorpsi berlangsung. Isotherm adsorpsi ditentukan dengan membandingkan nilai kuadrat koefisien korelasi ( $R^2$ ) atau linearitas dari isotherm yang ditentukan berdasarkan persamaan Langmuir dan Freundlich. Untuk menentukan isoterm adsorpsi dilakukan menggunakan data  $C_e$  dan  $Q_e$  dari variasi konsentrasi *congo red*.  $C_e$  adalah konsentrasi larutan adsorbat kesetimbangan (mg/L) dan  $Q_e$  adalah kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g). Berdasarkan persamaan 2 maka dibuat kurva antara  $C_e$  (mg/L) vs  $C_e/Q_e$  untuk isoterm Langmuir, sehingga didapatkan persamaan regresi dan nilai  $R^2$ . Intersept menunjukkan nilai  $\frac{1}{K_L Q_m}$  dan slope menunjukkan nilai  $\frac{1}{Q_m}$ . Berdasarkan persamaan 3 maka dibuat kurva antara  $\log C_e$  vs  $\log Q_e$  untuk isoterm Freundlich, sehingga didapatkan persamaan regresi dan nilai  $R^2$ . Intersept menunjukkan nilai  $\log K_r$  dan slope menunjukkan nilai  $\frac{1}{n}$ .

### 3.6.5 Perhitungan Termodinamika

Termodinamika dipelajari dari variasi suhu pada saat adsorpsi berlangsung. Parameter termodinamika adsorpsi meliputi  $\Delta G$ ,  $\Delta S$  dan  $\Delta H$  yang dapat dihitung menggunakan data  $C_e$  dan  $Q_e$  dari variasi suhu. Penentuan termodinamika adsorpsi dilakukan dengan membuat kurva antara  $1/T$  vs  $\ln(Q_e/C_e)$  berdasarkan persamaan 7. Persamaan regresi yang didapat menunjukkan slope berupa  $-\frac{\Delta H}{RT}$  dan intersept berupa  $\frac{\Delta S}{R}$ , sehingga nilai  $\Delta H$  dan  $\Delta S$  dapat dihitung dari slope dan intersept. Nilai  $\Delta G$  dihitung menggunakan persamaan 8 setelah mendapatkan nilai  $\Delta H$  dan  $\Delta S$ .

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> disintesis dengan perbandingan mol FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O 2:1. Digunakan metode kopresipitasi untuk mesintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dengan menambahkan NaOH sebagai pemberi suasana basa yang berfungsi sebagai pengendap diberikan sampai mencapai pH 10. pH larutan pada sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan metode kopresipitasi mempunyai peranan penting dalam pertumbuhan partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan sebagai medium basa yang sesuai untuk menghasilkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan ukuran dan morfologi tertentu. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang terbentuk dari metode kopresipitasi memiliki morfologi berbentuk bulat (Permana dkk, 2017).



**Gambar 8.** Hasil Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Apabila dilihat dari Gambar 8 diketahui bahwa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang didapatkan berwarna hitam dan bila diberikan magnet eksternal, dapat tertarik menuju magnet eksternal. Hal ini dikarenakan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> bersifat superparamagnetik, dimana akan menunjukkan sifat magnetiknya ketika diberi medan magnet luar.

### 4.2 Sintesis komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Sintesis komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> didapatkan dengan mencampurkan FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O dan CaO dengan perbandingan berat antara CaO dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 1:1. Sintesis komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> bertujuan untuk mendapatkan material baru dengan karakteristik memiliki sifat kemagnetan. Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dibuat dengan menggunakan metode kopresipitasi, yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu senyawa secara bersama-sama. Penambahan NaOH sampai pH 10 bertujuan untuk membentuk endapan, karena pada suasana basa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terbentuk (Muflihatun dkk, 2015).

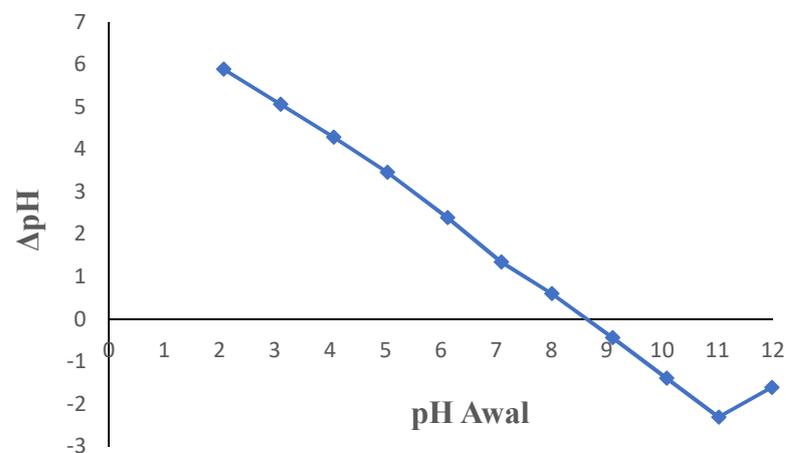


**Gambar 9.** Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang didapatkan berwarna coklat kehitaman dan bersifat magnetik yang dapat dilihat pada Gambar 9. Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berwarna coklat kehitaman, karena CaO yang berwarna putih dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang berwarna hitam berubah menjadi coklat kehitaman. Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara kasat mata dikatakan berhasil disintesis bila dapat ditarik oleh magnet eksternal. Hal ini dikarenakan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mempunyai sifat superparamagnetik, yang mana sifat ini berasal dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang terbentuk.

#### 4.3 Penentuan Point Zero of Charge (pHpzc)

*Point zero of charge* (pHpzc) merupakan ukuran dari pergerakan ion H<sup>+</sup> dari dan menuju permukaan adsorben. Titik potong dari pH awal dan pH akhir mengindikasikan tidak ada pergerakan dari ion H<sup>+</sup> dan adsorben berada pada kondisi netral, sehingga adsorben tidak akan memberikan pengaruh pada perubahan pH lagi. Keadaan pH dimana ion H<sup>+</sup> tidak bergerak diantara adsorben dinamakan pH<sub>pzc</sub> (Krisbiantoro dkk, 2017). Gambar 10 menunjukkan pH<sub>pzc</sub> komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berada pada pH 8,6.

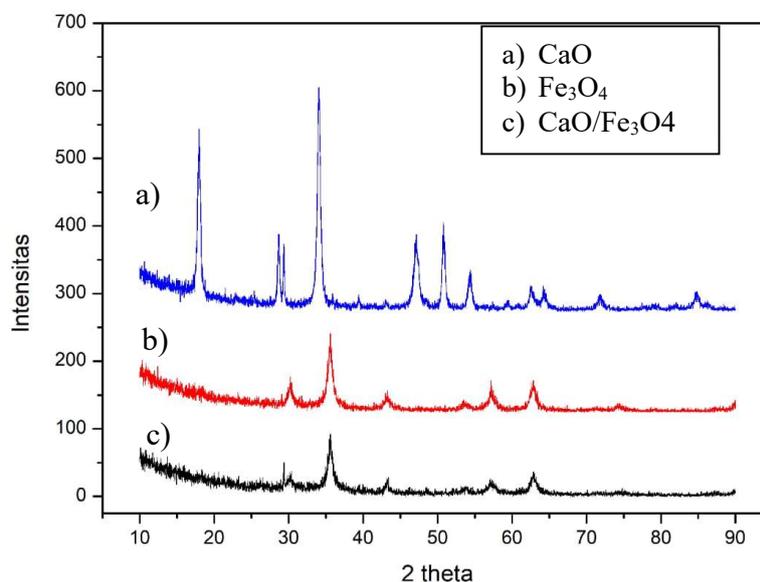


**Gambar 10.** Kurva pH<sub>pzc</sub> CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Menurut Wardiyati dkk, (2011) apabila pH larutan berada dibawah pH<sub>pzc</sub> maka permukaan adsorben bermuatan positif, sedangkan bila pH larutan berada diatas pH<sub>pzc</sub> maka permukaan adsorben bermuatan negatif. Zat warna *congo red* merupakan zat warna anionik, dan didapatkan pH dari *congo red* yaitu pH 6,1. Sehingga, pH *congo red* tidak perlu diatur lagi, karena pH larutan telah berada di bawah pH<sub>pzc</sub> komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

#### 4.4 Hasil Karakterisasi CaO Murni, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan XRD

Melalui karakterisasi XRD maka akan didapatkan sudut difraksi dan intensitas puncak yang akan dibandingkan dengan JCPDS serta ukuran kristal melalui perhitungan dengan rumus *Debye-Scherrer* pada persamaan (1). Berdasarkan Gambar 11 dan Tabel pola difraksi pada CaO murni menunjukkan adanya puncak dari Ca(OH)<sub>2</sub> pada 2θ = 28,65; 34,06; 47,09 dan 50,77. Hal ini dapat terjadi karena CaO sangat reaktif sehingga, ketika CaO berinteraksi dengan uap air (H<sub>2</sub>O) dalam udara akan menghasilkan Ca(OH)<sub>2</sub>.



**Gambar 11.** Pola difraksi CaO, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

**Tabel 2.** Sudut difraksi hasil penelitian dibandingkan dengan JCPDS

JCPDS	Material	$2\theta$					
82-1690	CaO	32,59	37,75	53,54	64,1	67,76	
65-3107	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	30,50	35,51	43,32	53,71	57,21	62,94
Hasil Penelitian	CaO	28,65	34,06	47,09	50,77	64,28	
	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	30,19	35,58	43,21	53,73	-	62,81
	CaO/ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	29,37	30,19	35,62	43,19	53,72	57,18

Pola difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dilihat pada Gambar 11 dan Tabel 2 dimana puncak-puncak tersebut sesuai dengan JCPDS No.65-3107, yang menandakan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berhasil disintesis. Berdasarkan JCPDS No.65-3107 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki struktur kristal kubik spinel. CaO memiliki struktur kubik berdasarkan JCPDS No.82-1690. Apabila dilihat dari Gambar 12 dan Tabel 2 komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan pola difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dimana terdapat puncak  $2\theta = 35,62$  yang sangat khas untuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Tetapi pada hasil karakterisasi XRD dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tidak menunjukkan adanya pola difraksi dari CaO.

Hal ini disebabkan karena pada komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> lebih didominasi oleh Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> daripada CaO, sehingga pola difraksi dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tidak menunjukkan sudut  $2\theta$  dari CaO dan hanya menunjukkan sudut  $2\theta$  dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> saja. Ukuran kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dilihat pada Tabel 3 dimana Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki ukuran kristal sebesar 28,23 nm.

**Tabel 3.** Ukuran kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan CaO murni

Material	Ukuran kristal Rata-rata (nm)
CaO	9,39
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	28,23

#### 4.5 Hasil Karakterisasi CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Menggunakan BET

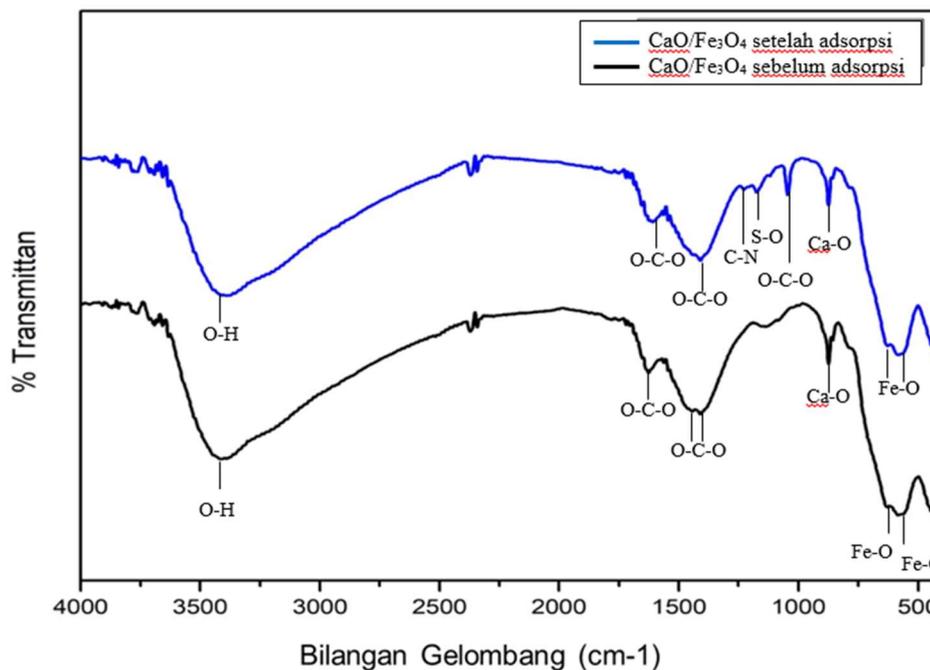
Karakterisasi BET digunakan untuk melihat karakteristik dari permukaan komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, yaitu luas permukaan. Luas permukaan dapat mempengaruhi proses adsorpsi. Semakin luas permukaan adsorben, maka makin banyak adsorbat yang teradsorpsi. Berdasarkan hasil karakterisasi BET didapatkan luas permukaan komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 110,546 m<sup>2</sup>/g.

Khoo dan Esmacili (2018) juga telah melakukan karakterisasi BET pada CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimana CaO yang digunakan berasal dari cangkang telur ayam. Luas permukaan yang didapatkan sebesar 71,23 m<sup>2</sup>/g. Penelitian Tamjadi dan Esmacili (2019) didapatkan luas permukaan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SDS sebesar 36,47 m<sup>2</sup>/g. Apabila dibandingkan dengan dua penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang berasal dari CaO murni mempunyai luas permukaan yang lebih besar.

#### 4.6 Hasil Karakterisasi CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Menggunakan FTIR

Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebelum adsorpsi dan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> setelah adsorpsi dikarakterisasi menggunakan FTIR yang bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada komposit. Hasil karakterisasi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebelum adsorpsi pada Gambar 13 menunjukkan gugus fungsi –OH pada bilangan gelombang 3408,22 cm<sup>-1</sup> yang diduga berasal dari dan air. Gugus O-C-O berada pada bilangan gelombang 1625,99; 1444,68 dan 1409,96 cm<sup>-1</sup>, gugus O-C-O berasal dari karbonat yang merupakan pengotor dari CaO. Gugus Fe-O berada pada bilangan gelombang 561,29 dan 584,43 cm<sup>-1</sup>.

Terdapat serapan tajam pada bilangan gelombang 873,75 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus fungsi dari Ca-O. Hal ini menandakan bahwa komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> telah terbentuk. Dapat dilihat pada Gambar 12 bahwa komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> setelah adsorpsi menunjukkan puncak serapan baru, yaitu pada bilangan gelombang 1174,65 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus fungsi dari S-O yang berasal dari senyawa sulfonat pada zat warna *congo red*. Kemudian pada bilangan gelombang 1226,73 cm<sup>-1</sup> menunjukkan gugus fungsi C-N yang berasal dari amina primer pada zat warna *congo red*.



**Gambar 12.** Hasil karakterisasi FTIR sebelum dan sesudah adsorpsi

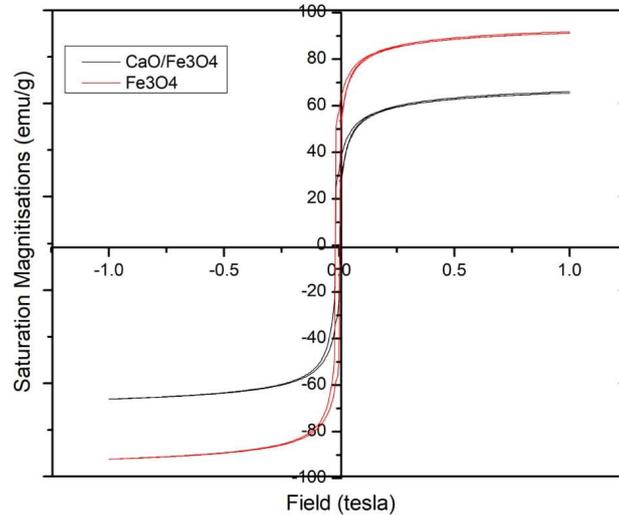
Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR yang didapatkan maka dapat disimpulkan bahwa proses adsorpsi zat warna *congo red* menggunakan komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah berhasil dilakukan. Hal ini dapat dilihat dari munculnya gugus fungsi S-O dan C-N pada hasil karakterisasi FTIR setelah terjadinya adsorpsi yang menandakan *congo red* telah teradsorpsi dan berikatan dengan komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

#### 4.7 Karakterisasi Komposit $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4$ Menggunakan VSM

Komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dikarakterisasi menggunakan VSM untuk mengetahui sifat magnetiknya. Kurva histerisis VSM dari komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilihat pada Gambar 13. Berdasarkan kurva histerisis VSM, nilai magnetisasi saturasi dari komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  lebih kecil daripada  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dimana nilai magnetisasi komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 65 emu/g. Dibandingkan dengan nilai magnetisasi saturasi dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 91 emu/g. Penurunan sifat magnet dari komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  terjadi, karena CaO merupakan bahan yang tidak memiliki sifat magnetik.

Ketika CaO disintesis bersamaan dengan precursor  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  untuk membentuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang memiliki sifat magnetik, akan terjadi penurunan nilai magnetisasi saturasi ketika komposit terbentuk. Gambar 14 merupakan kurva histerisis untuk bahan superparamagnetik (Tebriani, 2019).

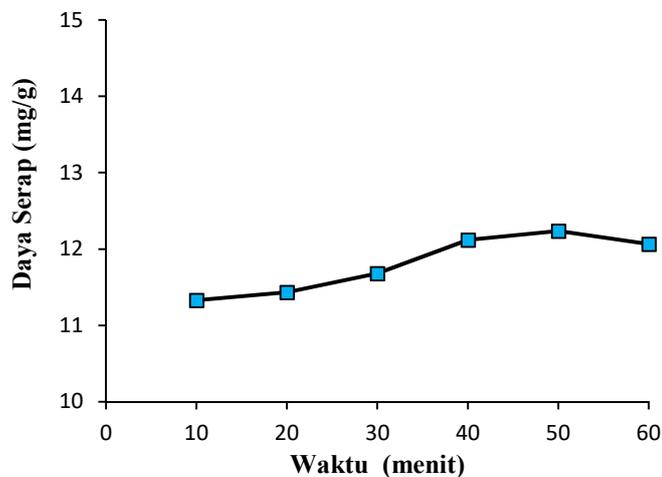
Superparamagnetik adalah keteraturan sifat magnetik bahan yang terjadi ketika ada medan magnet luar. Sifat ini timbul pada bahan magnetik yang mempunyai ukuran partikel kecil sampai nano.



**Gambar 13.** Kurva histerisis VSM Komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

#### 4.8 Penentuan Variasi Waktu Kontak Pada Kondisi Optimum

Variasi waktu dilakukan untuk mengetahui waktu optimum dari komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  untuk menyerap zat warna *congo red* secara optimum. Komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebanyak 0,1 g dimasukkan ke dalam zat warna *congo red* 50 mg/L sebanyak 25 mL dengan dengan variasi waktu kontak 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit.. Data adsorpsi terhadap pengaruh waktu kontak dapat dilihat pada Lampiran 12.



**Gambar 14.** Kurva pengaruh variasi waktu kontak

Waktu kontak optimum untuk adsorpsi *congo red* berada pada menit ke 50 dengan daya serap sebesar 12,24 mg/g dan %efisiensi penyerapan 98%. Bila dilihat dari Gambar 14 dapat dilihat bahwa, semakin lama waktu kontak semakin besar pula daya serap. Hal ini dikarenakan, pada waktu kontak awal, permukaan adsorben masih memiliki pori-pori yang kosong, sehingga semakin tinggi kecenderungan larutan zat warna untuk terserap ke adsorben. Jumlah zat warna yang terserap ke adsorben semakin meningkat, seiring bertambahnya waktu kontak hingga mencapai titik kesetimbangan. Ketika telah mencapai waktu kontak optimum, terjadi penurunan daya serap. Daya serap menurun, disebabkan pada saat mencapai titik kesetimbangan, permukaan adsorben telah terpenuhi oleh zat warna, sehingga adsorben mengalami kejenuhan dan tidak dapat lagi menyerap zat warna (Herawati dkk, 2018).

#### 4.9 Kinetika Adsorpsi Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Untuk mengetahui laju adsorpsi yang terjadi pada adsorben terhadap adsorbat yang dipengaruhi oleh waktu digunakan lah kinetika adsorpsi. Kinetika adsorpsi diperoleh dengan menggunakan persamaan pseudo orde satu dan pseudo orde dua dari persamaan 5 dan 6. Berdasarkan nilai koefisien koorelasi ( $R^2$ ) dari persamaan empiris yang diperoleh, maka dapat ditentukan kinetika adsorpsi yang sesuai untuk komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red* (perhitungan dapat dilihat pada lampiran 13).

**Tabel 4.** Data parameter kinetika adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*

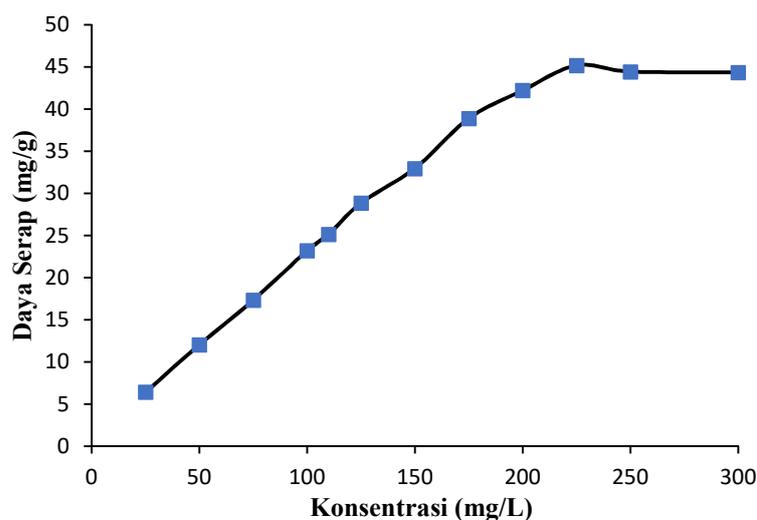
Model Kinetika	Parameter	Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
<i>Pseudo first order</i>	Q <sub>e</sub> eksperimen (mg/g)	12,24
	Q <sub>e</sub> perhitungan (mg/g)	1,07
	K <sub>1</sub> (min <sup>-1</sup> )	0,02
	R <sup>2</sup>	0,661
<i>Pseudo second order</i>	Q <sub>e</sub> eksperimen (mg/g)	12,24
	Q <sub>e</sub> perhitungan (mg/g)	12,24
	K <sub>2</sub> (g/mg.menit)	0,12
	R <sup>2</sup>	0,9992

Melalui Tabel 4 dapat dilihat bahwa Pseudo orde dua lebih cocok digunakan sebagai kinetika adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*. Hal ini karena nilai koefisien koorelasi ( $R^2$ ) pseudo orde dua bernilai 0,9992 yang mana mendekati nilai 1. Laju reaksi dari kinetika adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red* dilihat dari parameter  $K_2$  yang bernilai 0,12 g/mg.menit, nilai  $Q_e$  eksperimen sebesar 12,24 mg/g dan  $Q_e$  perhitungan sebesar 12,24 mg/g.

#### 4.10 Penentuan Konsentrasi Pada Kondisi Optimum

Penelitian ini menggunakan variasi konsentrasi untuk mengetahui konsentrasi optimum dari zat warna yang akan diadsorpsi oleh komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Dengan menambahkan 0,1 g CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kedalam larutan *congo red* sebanyak 25 mL dengan variasi konsentrasi 25, 50, 75, 100, 110, 125, 150, 175, 200, 225, 250, dan 300 ppm pada waktu kontak 50 menit. Data variasi konsentrasi akan digunakan untuk menentukan isoterm adsorpsi dan data adsorpsi terhadap pengaruh konsentrasi dapat dilihat pada Lampiran 14. Grafik pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 15.

Konsentrasi optimum dari *congo red* adalah 225 mg/L dengan daya serap sebesar 45,16 mg/g dan %efisiensi penyerapan sebesar 80,25%. Terlihat dari Gambar 15 bahwa semakin tinggi konsentrasi maka semakin besar pula daya serap dari CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, hal ini dapat terjadi karena permukaan adsorben yang pada awalnya kosong mulai terisi dengan zat warna yang terserap.



**Gambar 15.** Kurva pengaruh variasi konsentrasi

Seiring dengan meningkatnya zat warna yang terserap, maka semakin sedikit pula sisi permukaan adsorben yang kosong sampai permukaan adsorben tidak dapat lagi menyerap zat warna lalu mencapai titik optimum dan terjadi kesetimbangan. Kesetimbangan terjadi karena adsorben telah terpenuhi oleh adsorbat dan tidak dapat lagi mengadsorpsi.

#### 4.11 Isoterm Adsorpsi

Berdasarkan variasi konsentrasi maka dapat ditentukan isotherm adsorpsi yang digunakan pada komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Isoterm adsorpsi dengan model persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dan Langmuir digunakan untuk menjelaskan proses adsorpsi yang terjadi. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dapat menentukan nilai konstanta isoterm Freundlich ( $K_r$ ) dan nilai derajat kebebasan adsorpsi ( $n$ ), sedangkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat menentukan nilai konstanta isoterm Langmuir ( $K_L$ ) dan nilai kapasitas adsorpsi maksimum adsorben ( $Q_m$ ) yang mana persamaan ini dapat dilihat pada Lampiran 15.

Melalui Tabel 5 dapat dilihat bahwa nilai koefisien koorelasi ( $R^2$ ) yang mendekati angka 1 adalah persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dimana mempunyai nilai  $R^2 = 0,9942$ . Kapasitas adsorpsi larutan zat warna *congo red* sebesar 46,948 mg/g. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir yang lebih sesuai digunakan untuk isoterm adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*. Langmuir menggambarkan bahwa adsorpsi terjadi pada lapisan monolayer yang homogen (Nafsiyah dkk, 2017).

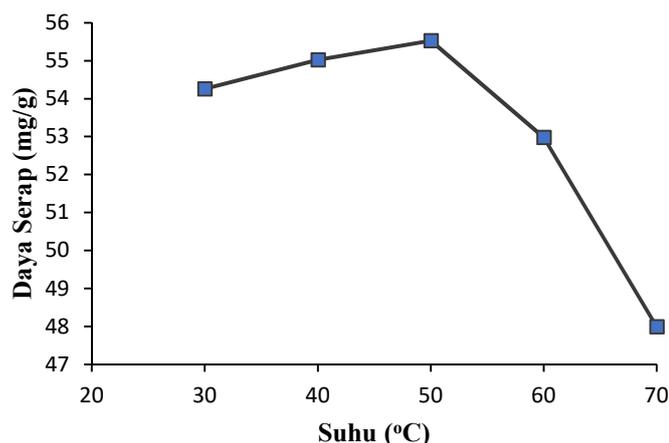
**Tabel 5.** Data parameter isoterm adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*

Model Isoterm	Parameter	Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
Langmuir	$Q_m$ (mg/g)	46,95
	$K_L$ (L/mg)	0,16
	$R^2$	0,9942
Freundlich	$n$	3,43
	$1/n$	0,29
	$K_r$ (mg/g)	13,36
	$R^2$	0,9443

Untuk menentukan isoterm Langmuir atau Freundlich yang digunakan dalam suatu penelitian, dilihat juga dari nilai  $1/n$ . Nilai  $1/n$  sama dengan 0 menunjukkan adsorben memiliki nilai heterogenitas yang tinggi. Nilai  $1/n$  lebih rendah dari satu menunjukkan model isoterm Langmuir normal. Nilai  $1/n$  lebih tinggi dari satu menunjukkan model isoterm kooperatif (mengikuti isoterm Langmuir dan Freundlich). Tabel 5 menunjukkan nilai  $1/n$  untuk komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 0,29 yang menyatakan nilai  $1/n$  yang didapat kurang dari 1. Dapat disimpulkan bahwa penelitian ini mengikuti model isoterm Langmuir (Lazim dkk, 2018).

#### 4.12 Penentuan Suhu Pada Kondisi Optimum

Variasi suhu dilakukan dalam penelitian ini untuk mengetahui suhu optimum dari komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam menyerap *congo red*. Sebanyak 0,1 g CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimasukkan kedalam larutan *congo red* 25 mL dengan konsentrasi 225 ppm dan waktu kontak 50 menit, serta variasi suhu 30, 40, 50, 60 dan 70 °C. Data variasi suhu akan digunakan untuk menentukan termodinamika dan data adsorpsi terhadap pengaruh suhu dapat dilihat pada (Lampiran 16). Grafik pengaruh suhu terhadap adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Kurva pengaruh variasi suhu

Berdasarkan Gambar 16 dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan daya serap sampai pada kondisi optimum, lalu terjadi penurunan daya serap. Suhu optimum

dari CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi *congo red* adalah 50 °C dengan daya serap sebesar 55,53 mg/g dan %efisiensi penyerapan 98,59%. Suhu yang tinggi dapat menyebabkan energi kinetik partikel zat meningkat dan mengakibatkan semakin banyak terjadinya tumbukan efektif, sehingga mempercepat proses adsorpsi zat warna. Dapat dilihat pada Gambar 16 semakin meningkatnya suhu maka semakin banyak pula *congo red* yang terserap oleh CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Semakin tinggi suhu maka akan semakin besar pula energi kinetiknya sehingga partikel-partikel zat didalam larutan bergerak lebih cepat. Mengakibatkan, kemampuan interaksi anatar adsorben dan adsorbat berkurang, sehingga terjadi penurunan daya serap (Widiastuti dkk, 2019)

#### 4.13 Studi Termodinamika

Berdasarkan variasi suhu, maka dapat ditentukan isotherm adsorpsi yang terjadi. Penentuan parameter termodinamika, seperti entalpi ( $\Delta H^\circ$ ), entropi ( $\Delta S^\circ$ ) dan energi bebas Gibbs ( $\Delta G^\circ$ ) penting untuk memperkirakan dari sudut pandang termodinamika, apakah prosesnya menguntungkan atau tidak, menilai spontanitas sistem dan memastikan apakah proses adsorpsi yang terjadi bersifat eksotermik atau endotermik. Persamaan entalpi ( $\Delta H^\circ$ ), entropi ( $\Delta S^\circ$ ) dan energi bebas Gibbs ( $\Delta G^\circ$ ) dapat dilihat pada Lampiran 17.

**Tabel 6.** Data persamaan termodinamika adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*

T (K)	$\Delta H$ (kJ/mol)	$\Delta S$ (J/K.mol)	$\Delta G$ (kJ/mol)
303			-4,72
313			-6,19
323	39,77	0,15	-7,65
333			-9,12
343			-10,59

Tabel 6 menunjukkan hasil termodinamika adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*, dimana didapatkan nilai entalpi sebesar 39,77 kJ/mol. Nilai entalpi yang bernilai positif menunjukkan bahwa adsorpsi berlangsung secara endotermik. Entropi bernilai sebesar 0,15 J/K.mol, nilai positif dari entropi mengindikasikan terjadinya peningkatan ketidakteraturan selama proses adsorpsi

(Widiastuti dkk, 2019). Energi bebas gibbs bernilai negatif menandakan bahwa adsorpsi terjadi secara spontan, serta energi bebas gibbs semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu.

Jenis adsorpsi dapat dibedakan berdasarkan nilai energi bebas Gibbs dan nilai entalpi. Nilai  $\Delta G^\circ$  pada rentang -20 sampai 0 kJ/mol menandakan adsorpsi fisika dan nilai  $\Delta G^\circ$  pada rentang -80 sampai -400 kJ/mol menandakan adsorpsi kimia (Neolaka *et al.*, 2019). Nilai perubahan entalpi antara 84 – 420 kJ/mol untuk adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika memiliki nilai perubahan entalpi kurang dari 84 kJ/mol (Yaneva *et al.*, 2012). Sehingga, dilihat dari nilai entalpi dan energi bebas Gibbs, adsorpsi terjadi secara fisika.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

1. Sintesis komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  telah berhasil dilakukan, dengan diidentifikasinya puncak pada pola difraksi  $2\theta = 29,3780^\circ$ ;  $30,1918^\circ$ ;  $35,6294^\circ$ ;  $43,1931^\circ$ ;  $53,7291^\circ$ ;  $57,1870^\circ$  dan  $62,8818^\circ$ . Hasil karakterisasi FTIR pada komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  sebelum adsorpsi terdapat gugus fungsi Ca-O dan Fe-O pada bilangan gelombang 873,75 dan 561 sampai 628,79  $\text{cm}^{-1}$ . Komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  setelah adsorpsi menunjukkan bilangan gelombang baru pada 1174,65 dan 1226,73  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan gugus fungsi S-O dan C-N. Hasil karakterisasi BET didapatkan luas permukaan komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 110,55  $\text{m}^2/\text{g}$ . Nilai magnetisasi komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 65 emu/g didapatkan dari hasil karakterisasi VSM.
2. Waktu kontak pada kondisi optimum komposit  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  didapatkan pada menit ke 50 dengan daya serap sebesar 12,24 mg/g, konsentrasi pada kondisi optimum dari *congo red* adalah 225 mg/L dengan daya serap sebesar 45,16 mg/g dan suhu pada kondisi optimum dari  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$  dalam mengadsorpsi *congo red* adalah  $50^\circ\text{C}$  dengan daya serap sebesar 55,53 mg/g.
3. Model kinetika adsorpsi yang sesuai adalah pseudo orde dua. Isoterm adsorpsi yang sesuai adalah isoterm adsorpsi Langmuir. Proses adsorpsi bersifat endotermik dan adsorpsi terjadi secara spontan.

#### 5.2 Saran

Penelitian lebih lanjut perlu dilakukan dalam mengadsorpsi zat warna *congo red* menggunakan CaO sehingga dapat dilakukan perbandingan daya serap adsorpsi dengan  $\text{CaO/Fe}_3\text{O}_4$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- Ali, M. A., Al-hydary, I. A. and Al-hattab, T. A. 2017. Nano-Magnetic Catalyst CaO-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> for Biodiesel Production from Date Palm Seed Oil. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*. 12(3): 460–468.
- Ambroz, et al. 2018. Evaluation of BET Theory for the Characterization of Meso and Microporous MOFs. *Small Methods*. 2(11): 1-17.
- Chatterjee, et al. 2020. Selective and Recyclable Congo Red Dye Adsorption by Spherical Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles Functionalized with Acid. *Scientific Reports*. 10(1): 1–11.
- Yanlinastuti dan Fatimah, S. 2016. Pengaruh Konsentrasi Pelarut untuk Menentukan Paduan U-Zr dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-vis. *PIN Pengelola Instalasi Nuklir*. 9(17): 22-33.
- Ghribi, A., Bagane, M. and Chlendi, M. 2014. Sorptive Removal of Congo Red from Aqueous Solutions Using Raw Clay Batch and Dynamic Studies. *International Journal of Innovative Environmental Studies Research*. 2(1): 45-56.
- Gawande, B. M., Branco, P. S. and Varma, R. S. 2013. Nano-magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) as a Support for Recyclable Catalysts in the Development of Sustainable Methodologist. *Chem Soc Rev*. 42(8): 3371-3393.
- Ghandoor, et al. 2012. Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Nanoparticles. *International Journal of Electrochem*. 7(2012): 5734-5745.
- Hakim, L., Dirgantara, M. dan Nawir, M. 2019. Karakterisasi Struktur Material Pasir Bongkahan Galian Golongan C Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction (X-RD) Di Kota Palangkaraya. *Jurnal Jejaring Matematika dan Sains*, 1(1): 44–51.
- Haryono *et al.* 2018. Kalsium Oksida Mikropartikel Dari Cangkang Telur Sebagai Katalis pada Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*. 8(01): 8–15.
- Hariani, dkk. 2013. Synthesis and Properties of Fe<sub>3</sub>HAl<sub>4</sub> Nanoparticles by Coprecipitation Method for Removing Procion Dyes. *International Journal of Environment and Development Sciences*. 4(3): 366-340.
- Herawati, D., Santoso, S. D. dan Amalina, I. 2018. Kondisi Optimum Adsorpsi-Fluidisasi Zat Warna Limbah Tekstil Menggunakan Adsorben Jantung Pisang. *Jurnal Sains Health*. 2(1): 1-7.
- Herlina, R. Masri, M. dan Sudding. 2017. Studi Dedak Padi Terhadap Zat Warna Congo Red di Kabupaten Wajo. *Jurnal Chemica*. 18(2): 16-25.

- Khoo, F. S. and Esmaeili, H. 2018. Synthesis of CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Magnetic Composite for the Removal of Pb(II) and Co(II) from Synthetic Wastewater. *Journal of the Serbian Chemical Society*. 83(2): 237–249.
- Krisbiantoro, P. A., Santosa, S. J. and Kunarti, E. S. 2017. Synthesis of Fulvic Acid-Coated Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-FA) and its Application for the Reductive Adsorption of [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>. *Indonesia Journal Chemistry*. 17(3): 453-460.
- Lazim, A. M., Osman, A. H. and Mokhtarom, M. 2018. Absorption Ability of Gamma Irritated Bacterial Cellulose Hydrogel Using Langmuir and Freundlich Isotherme. *Sains Malaysiana*. 47(4):715-723.
- Lubis, K. 2015. Metoda-Metoda Karakteristik Nanopartikel Perak. *Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat*. 21(79): 50–55.
- Matthews, F. L. and Rawlings, R. D. 1993. *Composite Material Engineering and Science*. London: Imperial College of Science, Technology and Medicine.
- Mardani, H. R. *et al.* 2020. A Comparative Study on Physicochemical Properties of Two Nanomagnetic Compounds CaO@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@CaO and Their Catalytic Role on Biodiesel Preparation OH. *Environmental Progress and Sustainable Energy*. 39(4): 1–11.
- Masruhin, M., Rasyid, R. and Yani, S. 2018. Penjerapan Logam Berat Timbam (Pb) dengan Menggunakan Lignin Hasil Isolasi Jerami Padi. *Journal Of Chemical Process Engineering*. 3(1): 11–20.
- Murti, dkk. 2015. Optimasi Proses Produksi Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit dan Jarak Pagar dengan Menggunakan Katalis Heterogen Kalsium Oksida. *Jurnal Energi dan Lingkungan*. 11(2): 91-100.
- Muflihatun, Shofiah, S. dan Suharyadi, E. 2015. Sintesis Nanopartikel Nikel Ferrite (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Jurnal Fisika Indonesia*. 55(19): 20-25.
- Nafsiyah, N., Shofiyani, A. dan Syahbanu, I. 2017. Studi Kinetika dan Isoterm Adsorpsi Fe(III) pada Bentonit Teraktivasi Asam Sulfat. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 6(1); 57-63.
- Neolaka, Y. A. B. *et al.* 2019. Studi Termodinamika Adsorpsi Pb (II) Menggunakan Adsorben Magnetik GO-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang disintesis dari Kayu Kusambi (*Schleichera oleosa*). *Jurnal Saintek Lahan Kering*. 2(2): 49–51.
- Nurdila, F. A., Asri, N. S. dan Suharyadi, E. 2015. Adsorpsi Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Nikel (Ni) dalam Limbah Cair Buatan Menggunakan Nanopartikel Cobalt Ferrite. *Jurnal Fisika Indonesia*. 19(55): 23–27.
- Pambudi, A., Farid, M. dan Nurdiansah, H. 2017. Analisa Morfologi dan Spektroskopi Infra Merah serat Bambu Betung (*Dendrocalamus asper*) Hasil Proses Alkalisasi Sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara. *Jurnal Teknik*

- ITS. 6(2): 441–444.
- Permana, dkk. 2017. Sintesis Nanopartikel Magnetik dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*. 7(2): 17-20.
- Rahayu, dkk. 2019. Adsorpsi Ion Kadmium Menggunakan Silika Xerogel Berbasis Abu Bagasse. *Journal Cis-Trans*. 3(1): 10-16.
- Rahmayanti, M. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Studi Komparasi Metode Konvensional dan Metode Sonokimia. *Al Ulum Sains dan Teknologi*. 6(1): 26-31.
- Sartika, D., Malis, E. dan Lestari, A. S. 2020. Studi Penyerapan Logam Berat Pb Menggunakan Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . *JPSE (Journal of Physical Science and Engineering)*. 4(1): 18–22.
- Saragi, dkk. 2018. Karakteristik Optik dan Kristal Nanopartikel Magnetit. *Jurnal Ilmu dan Inovasi Fisika*. 2(1): 53-56.
- Sanjaya, A. S. dan Agustine, R. P. 2015. Studi Kinetika Adsorpsi Pb Menggunakan Arang Aktif dari Kulit Pisang. *Konversi*. 4(1): 17-24.
- Sepehr, et al. 2016. Adsorption Performance of Magnesium/Aluminium Layered Double Hydroxide Nanoparticles Metronidazole from Aqueous Solution. *Arabian Journal of Chemistry*. 7(3): 1-13.
- Sudarmawan, W. S. et al. 2020. Abu Cangkang Kerang *Anadara granosa* Sebagai Adsorben Logam Berat dalam Air Laut. *Journal of Marine Research*. 9(3): 237–244.
- Sulistiyani, M. dan Huda, N. 2018. Perbandingan Metode Transmisi dan Reflektansi pada Pengukuran Polistirena Menggunakan Instrumentasi Spektroskopi Fourier Transform Infrared. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 7(2): 196–198.
- Sumiyati, S. dan Samudro, G. 2010. Pengolahan Air Limbah Kegiatan Penambangan Batubara Menggunakan Biokoagulan: Studi Penurunan Kadar TSS, Total Fe dan Total Mn Menggunakan Biji Kelor (*Moringa oleifera*). *Jurnal Presipitasi*. 7(2): 57–61.
- Sibarani, J., Zulfiardini, M. dan Suarsa, I. W. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Katalis CaO-Bentonit untuk Reaksi Transferikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Cakra Kimia*. 8(1): 59-65.
- Sofiana, N. D. 2011. Pembuatan Membran Fotokatalitik dari Selulosa Diastet Serat Daun Nanas (*Ananas comocus*) dan  $\text{TiO}_2$  untuk Mendegradasi Congo Red. Skripsi. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Taib, S. dan Suharyadi, E. 2015. Sintesis Nanopartikel Magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dengan Template silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Indonesian*

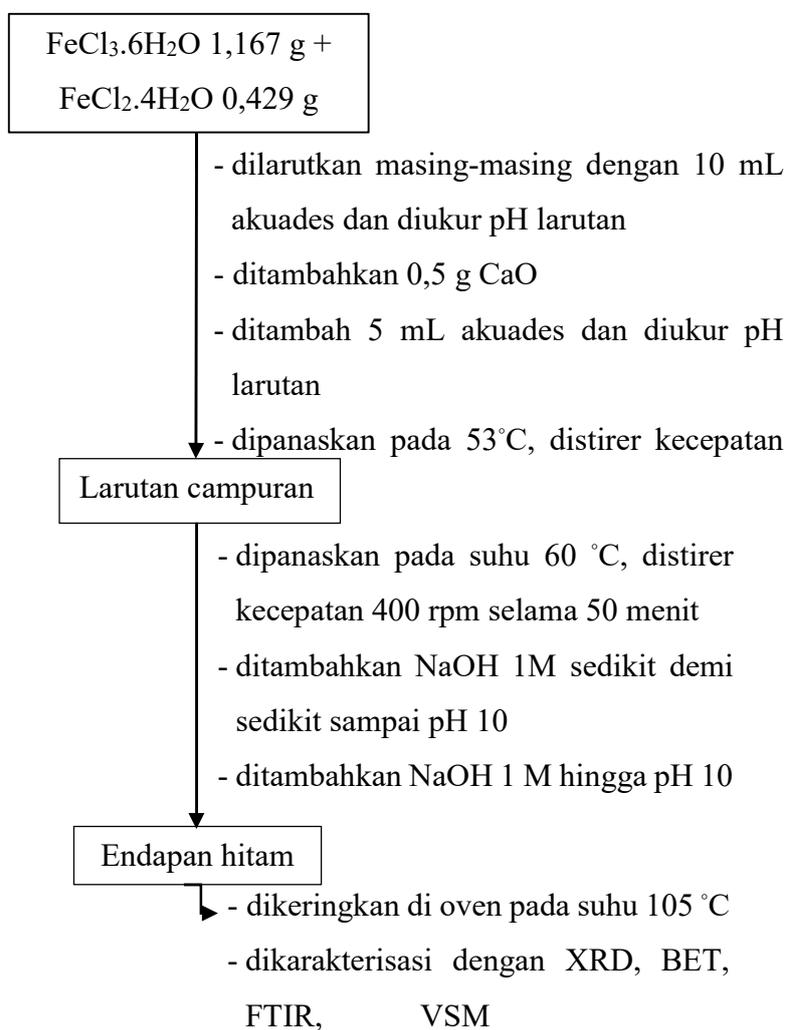
*Journal of Applied Physics*. 5(01): 23–30.

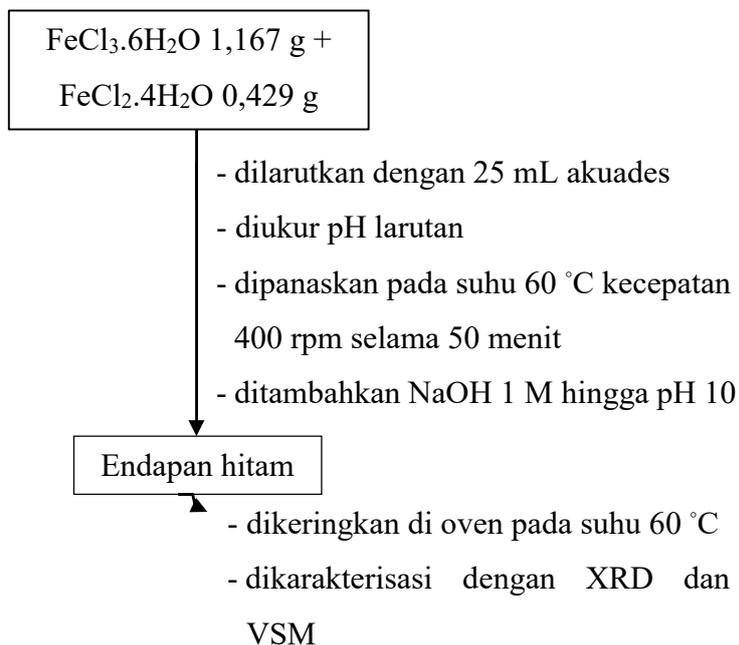
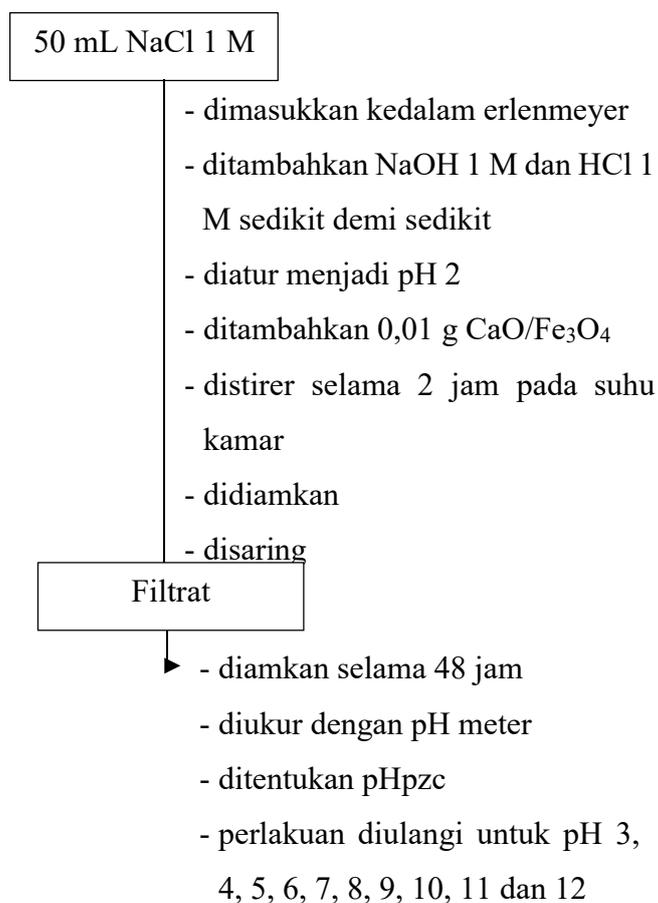
- Tamjidi, S. and Esmaeili, H. 2019. Chemically Modified CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocomposite by Sodium Dodecyl Sulfate for Cr(III) Removal from Water. *Chemical Engineering and Technology*. 42(3): 607–616.
- Tebriani, S. 2019. Analisa Vibrating Sample Magnetometer ( VSM ) Pada Hasil Elektrodeposisi Lapisan Tipis Magnetite Menggunakan Arus *Continue Direct Current*. *Natural Science Journal*. 5(1): 722–730.
- Thakur, S., Singh, S. and Pal, B. 2021. Superior Adsorption Removal of Dye and High Catalytic Activity for Transesterification Reaction Displayed by Crystalline CaO Nanocubes Extracted from Mollusc Shells. *Fuel Processing Technology*. 213(2021): 1-9.
- Wardiyati, S., Fisli, A. dan Ridwan. 2011. Penyerapan logam Ni dalam Larutan oleh Nano Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Karbon Aktif. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 12(3): 224–228.
- Widiastuti, dkk. 2019. Adsorpsi Metilen Biru dan Kongo Merah pada Zeolit-X Sintesis dari Abu Dasar. *SPECTA Journal of Technology*. 3(3): 20-35.
- Yaneva, Z. L. and Georgieva, N. V. 2012. Insights into Congo Red Adsorption on Agro-Industrial Materials-Spectral, Equilibrium, Kinetic, Thermodynamic, Dynamic and Desorption Studies A Review. *International Review of Chemical Engineering*. 4(2): 127–146.
- Zhu, et al. 2011. Adsorption Removal of Congo Red onto Magnetic Cellulose/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Activated Carbon Composite: Equilibrium, Kinetic and Thermodynamic Studies. *Chemical Engineering Journal*. 173(2): 494–502.
- Xia, H., Chen, L. and Fang, Y. 2014. Highly Efficient Removal of Congo Red from Wastewater by Nano-CaO. *Separation Science and Technology*. 48(17): 2681-2687.

# LAMPIRAN

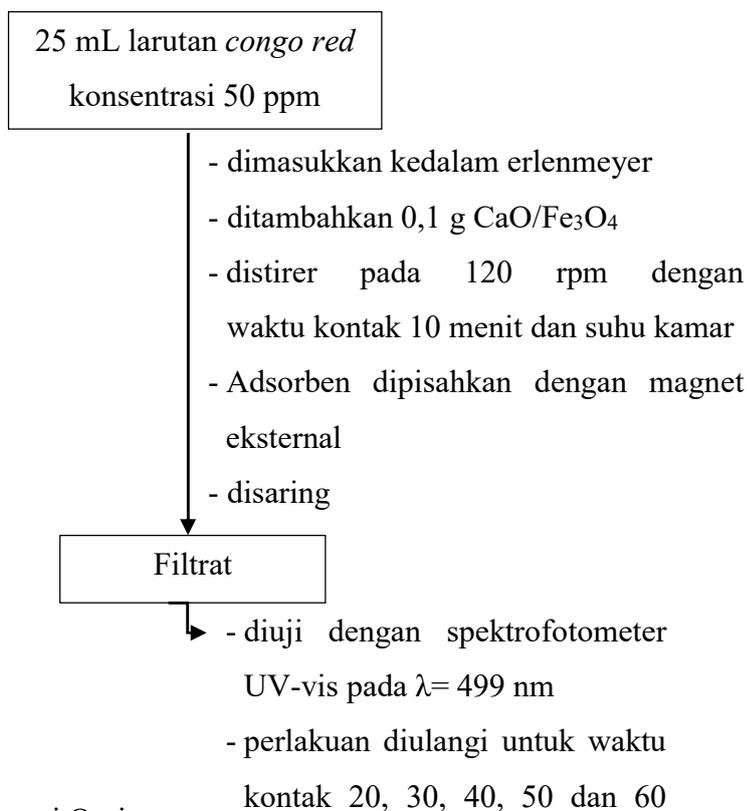
## Lampiran 1. Diagram Alir Prosedur Penelitian

### A. Sintesis komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

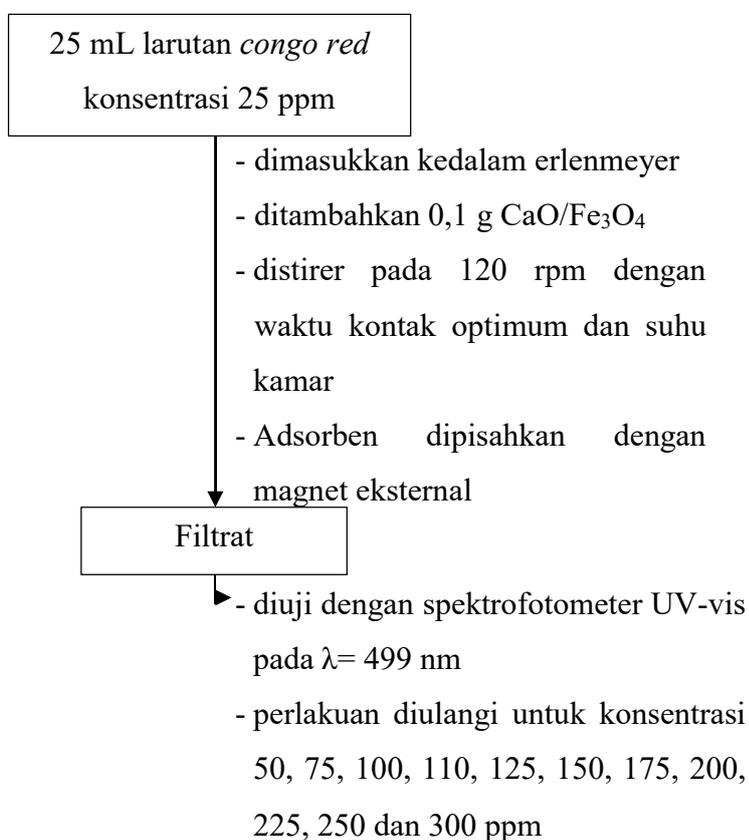


B. Sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ C. Penentuan pH<sub>pzc</sub>

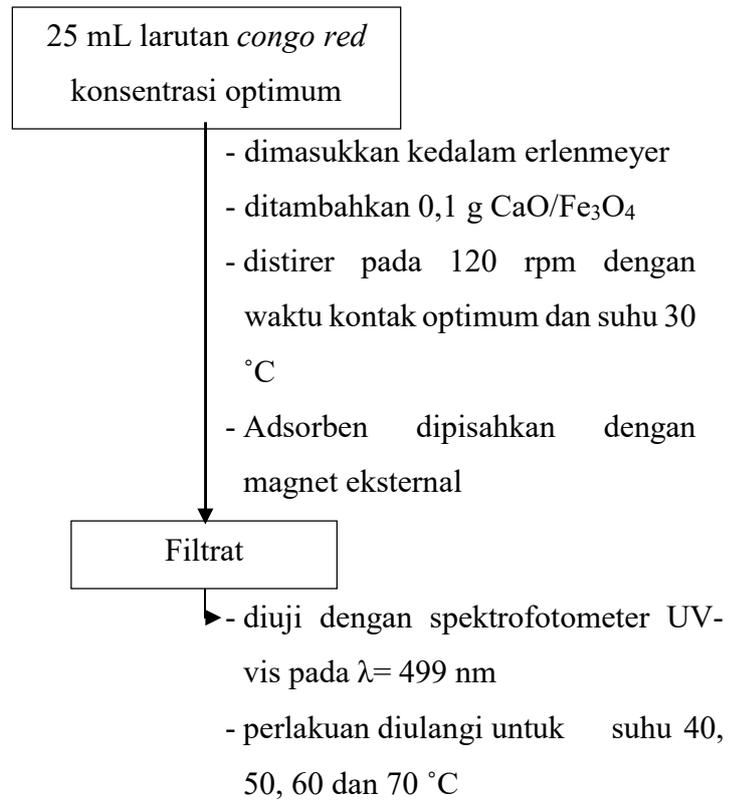
#### D. Penentuan Waktu Kontak Optimum



#### E. Penentuan Konsentrasi Optimum



## F. Penentuan Suhu Optimum



**Lampiran 2. Perhitungan Perbandingan Massa Pembentukan komposit  
CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**



Diketahui:

$$\text{BM Fe}_3\text{O}_4 = 231,5 \text{ g/mol}$$

$$\text{BM FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 270,2 \text{ g/mol}$$

$$\text{BM FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 198,75 \text{ g/mol}$$

Sintesis CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (1:1) sebanyak 10 g

$$0,5 \text{ g Fe}_3\text{O}_4 \times 10 \text{ g} = 5 \text{ g Fe}_3\text{O}_4$$

$$\text{mol Fe}_3\text{O}_4 = \frac{5 \text{ g}}{231,5 \text{ g/mol}} = 0,0216 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{mol FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 2 \times \text{mol Fe}_3\text{O}_4 \\ &= 2 \times 0,0216 \text{ mol} \\ &= 4,32 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{mol FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{BM FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ &= 4,32 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \times 270,2 \text{ g/mol} \\ &= 11,67 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{mol FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = \text{mol Fe}_3\text{O}_4$$

$$\begin{aligned} \text{Berat FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} &= \text{mol FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \times \text{BM FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 2,16 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \times 198,75 \text{ g/mol} \\ &= 4,29 \text{ g} \end{aligned}$$

**Lampiran 3. Perhitungan Rendemen CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**Data perhitungan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

No.	FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O (g)	FeCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O (g)	CaO (g)	CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> eksperimen (g)	CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> teori (g)
1.	11,6981	4,2949	5,0187	5,8681	10

Cara menghitung %Rendemen:

$$\begin{aligned}\% \text{Rendemen I} &= \frac{\text{berat eksperimen}}{\text{berat teori}} \times 100\% \\ &= \frac{5,8681}{10 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 58,681\%\end{aligned}$$

**Lampiran 4. Perhitungan Rendemen Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**Data perhitungan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

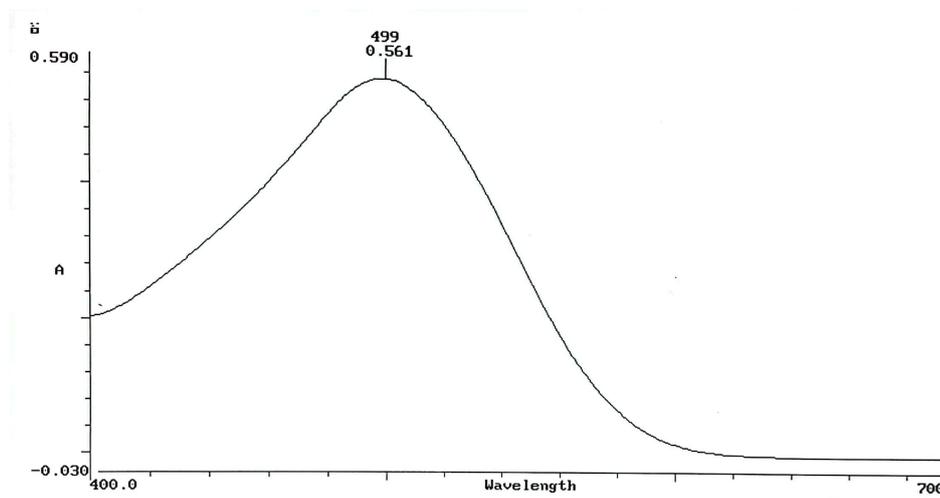
No.	FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O (g)	FeCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O (g)	CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> eksperimen (g)	CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> teori (g)
1.	11,6842	4,3012	2,6417	5

Cara menghitung %Rendemen:

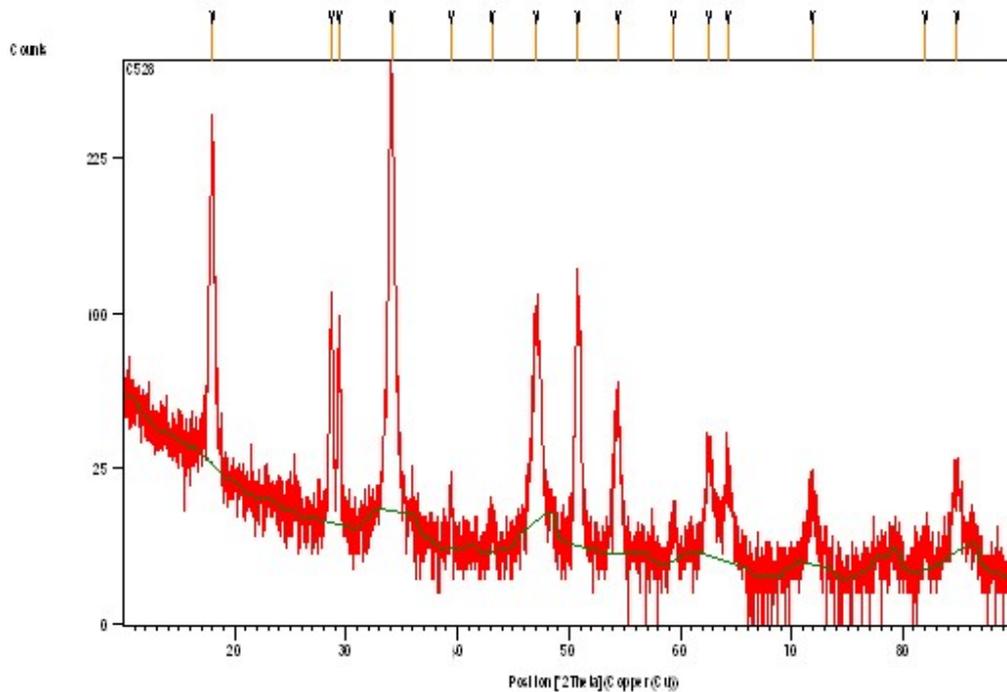
$$\begin{aligned}\%Rendemen I &= \frac{\text{berat eksperimen}}{\text{berat teori}} \times 100\% \\ &= \frac{2,6417}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 52,83\%\end{aligned}$$

### Lampiran 5. Panjang Gelombang Maksimum *Congo Red*

Larutan *congo red* 15 mg/L diukur serapannya pada panjang gelombang 400–700 nm. Panjang gelombang maksimum didapatkan pada 499 nm dengan adsorbansi 0,561.



### Lampiran 6. Hasil Karakterisasi CaO Murni dengan Menggunakan XRD



#### Peak List

Pos. [°2θ.]	Height [cts]	FWHM [°2θ.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.9723	227.35	0.3936	4.93570	77.52
28.6576	97.52	0.2362	3.11508	33.25
29.3688	74.44	0.1574	3.04123	25.38
34.0630	293.29	0.2755	2.63210	100.00
39.4156	12.22	0.2362	2.28613	4.17
43.1158	6.85	0.4723	2.09812	2.34
47.0962	86.58	0.6298	1.92967	29.52
50.7797	109.73	0.1968	1.79800	37.41
54.3642	46.23	0.4723	1.68762	15.76
59.3677	7.58	0.4723	1.55678	2.58
62.5547	26.74	0.3936	1.48491	9.12
64.2875	20.19	0.4723	1.44901	6.89
71.8263	17.04	0.7872	1.31434	5.81
81.9911	3.23	0.9446	1.17521	1.10
84.8050	16.48	0.9600	1.14231	5.62

Hasil karakterisasi XRD CaO murni didapatkan pola difaktogram dari CaO murni dan Ca(OH)<sub>2</sub>, sehingga dapat ukuran kristal CaO murni dan Ca(OH)<sub>2</sub> dapat dihitung

- Perhitungan ukuran kristal CaO murni menggunakan persamaan *Debye Scherer*

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

1. Untuk  $2\theta = 64,287$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$\begin{aligned}
K &= 0,5 \text{ nm} \\
\beta &= 0,4723 \text{ deg} \\
&= \left(0,4723 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{ rad} \\
&= \left(0,4723 \times \frac{22}{180}\right) \text{ rad} \\
&= 0,0082 \text{ rad} \\
2\theta &= 64,287 \\
\theta &= \frac{64,287}{2} \\
\theta &= 32,144 \\
\theta &= \left(32,144 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{ rad} \\
\theta &= \left(32,144 \times \frac{22}{180}\right) \text{ rad} \\
\theta &= 0,5612 \text{ rad}
\end{aligned}$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,0082 \text{ rad})(\cos 0,5612 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,0082 \text{ rad})(0,9999 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{0,07703 \text{ nm}}{0,0082 \text{ rad}}$$

$$D = 9,39 \text{ nm}$$

Sehingga didapatkan ukuran kristal CaO murni 9,39 nm

- Perhitungan ukuran kristal  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  menggunakan persamaan *Debye Scherer*

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

1. Untuk  $2\theta = 34,063$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$K = 0,5 \text{ nm}$$

$$\beta = 0,2755 \text{ deg}$$

$$= \left(0,2755 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{ rad}$$

$$\begin{aligned}
&= \left(0,2755 \times \frac{22}{180}\right) rad \\
&= 0,0048 rad \\
2\theta &= 34,063 \\
\theta &= \frac{64,287}{2} \\
\theta &= 17,0315 \\
\theta &= \left(17,0315 \times \frac{\pi}{180}\right) rad \\
\theta &= \left(17,0315 \times \frac{22}{180}\right) rad \\
\theta &= 0,2973 rad
\end{aligned}$$

Sehingga,

$$\begin{aligned}
D &= \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \\
D &= \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,0048 \text{ rad})(\cos 0,2973 \text{ rad})} \\
D &= \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,0048 \text{ rad})(0,9999 \text{ rad})} \\
D &= \frac{0,07703 \text{ nm}}{0,0048 \text{ rad}} \\
D &= 16,05 \text{ nm}
\end{aligned}$$

2. Untuk  $2\theta = 50,779$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$\begin{aligned}
K &= 0,5 \text{ nm} \\
\beta &= 0,1968 \text{ deg} \\
&= \left(0,1968 \times \frac{\pi}{180}\right) rad \\
&= \left(0,1968 \times \frac{22}{180}\right) rad \\
&= 0,0034 \text{ rad} \\
2\theta &= 50,779 \\
\theta &= \frac{50,779}{2} \\
\theta &= 25,3895 \\
\theta &= \left(25,3895 \times \frac{\pi}{180}\right) rad
\end{aligned}$$

$$\theta = \left( 25,3895 \times \frac{22}{180} \right) rad$$

$$\theta = 0,4433 rad$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0034 rad)(\cos 0,4433 rad)}$$

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0034 rad)(0,9999 rad)}$$

$$D = \frac{0,07703 nm}{0,0034 rad}$$

$$D = 22,65 nm$$

3. Untuk  $2\theta = 28,657$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 nm$

$$K = 0,5 nm$$

$$\beta = 0,2362 deg$$

$$= \left( 0,2362 \times \frac{\pi}{180} \right) rad$$

$$= \left( 0,2362 \times \frac{22}{180} \right) rad$$

$$= 0,0041 rad$$

$$2\theta = 28,657$$

$$\theta = \frac{28,657}{2}$$

$$\theta = 14,3285$$

$$\theta = \left( 14,3285 \times \frac{\pi}{180} \right) rad$$

$$\theta = \left( 14,3285 \times \frac{22}{180} \right) rad$$

$$\theta = 0,2502 rad$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0041 rad)(\cos 0,2502 rad)}$$

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0041 rad)(0,9999 rad)}$$

$$D = \frac{0,07703 \text{ nm}}{0,0041 \text{ rad}}$$

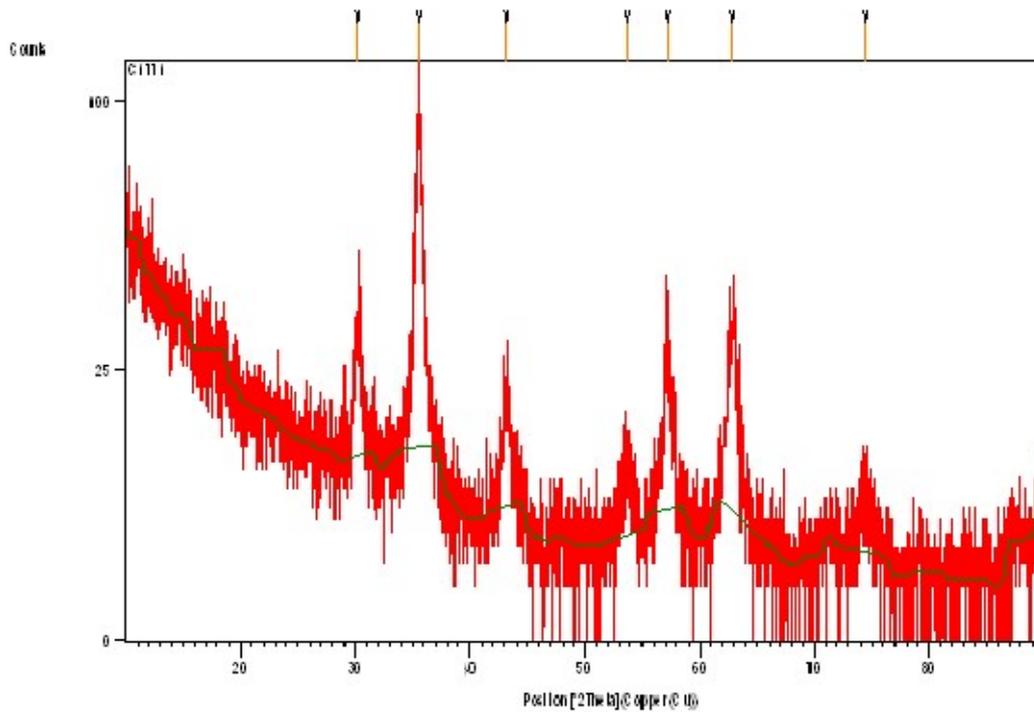
$$D = 18,78 \text{ nm}$$

Maka,

$$\text{Ukuran kristal rata-rata} = \frac{16,05 + 22,65 + 1,78}{3} = 19,16 \text{ nm}$$

Sehingga ukuran kristal  $\text{Ca(OH)}_2$  sebesar 19,16 nm

### Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan Menggunakan XRD



#### Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.1992	22.95	0.6298	2.95948	27.42
35.5816	83.70	0.4723	2.52318	100.00
43.2157	13.83	0.9446	2.09350	16.53
53.7364	5.93	0.9446	1.70584	7.09
57.2040	21.14	0.6298	1.61041	25.26
62.8123	28.58	0.9446	1.47944	34.14
74.4095	4.79	1.1520	1.27393	5.72

- Perhitungan ukuran kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan persamaan *Debye Scherer*

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

1. Untuk  $2\theta = 35,581$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$K = 0,5 \text{ nm}$$

$$\beta = 0,4723 \text{ deg}$$

$$= \left(0,4723 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{ rad}$$

$$= \left(0,4723 \times \frac{22}{7}\right) \text{ rad}$$

$$= 0,0082 \text{ rad}$$

$$2\theta = 35,581$$

$$\theta = \frac{35,581}{2}$$

$$\theta = 17,790$$

$$\theta = \left(17,790 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{rad}$$

$$\theta = \left(17,790 \times \frac{22}{180}\right) \text{rad}$$

$$\theta = 0,3106 \text{ rad}$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,0082 \text{ rad})(\cos 0,3106 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,0081 \text{ rad})(0,9999 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{0,07703 \text{ nm}}{0,0080 \text{ rad}}$$

$$D = 9,62 \text{ nm}$$

2. Untuk  $2\theta = 62,812$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$K = 0,5 \text{ nm}$$

$$\beta = 0,9446 \text{ deg}$$

$$= \left(0,9446 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{rad}$$

$$= \left(0,9446 \times \frac{22}{180}\right) \text{rad}$$

$$= 0,016 \text{ rad}$$

$$2\theta = 62,812$$

$$\theta = \frac{62,812}{2}$$

$$\theta = 31,406$$

$$\theta = \left(31,406 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{rad}$$

$$\theta = \left(31,406 \times \frac{22}{180}\right) \text{rad}$$

$$\theta = 0,5483 \text{ rad}$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,016 \text{ rad})(\cos 0,5483 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,016 \text{ rad})(0,9999 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{0,07703 \text{ nm}}{0,0016 \text{ rad}}$$

$$D = 4,67 \text{ nm}$$

3. Untuk  $2\theta = 30,199$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$K = 0,5 \text{ nm}$$

$$\beta = 0,6298 \text{ deg}$$

$$= \left(0,6298 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{ rad}$$

$$= \left(0,6298 \times \frac{\frac{22}{7}}{180}\right) \text{ rad}$$

$$= 0,011 \text{ rad}$$

$$2\theta = 30,199$$

$$\theta = \frac{30,199}{2}$$

$$\theta = 15,0995$$

$$\theta = \left(15,0995 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{ rad}$$

$$\theta = \left(15,0995 \times \frac{\frac{22}{7}}{180}\right) \text{ rad}$$

$$\theta = 0,2636 \text{ rad}$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,0011 \text{ rad})(\cos 0,2636 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{(0,5 \text{ nm})(0,15406 \text{ nm})}{(0,011 \text{ rad})(0,9999 \text{ rad})}$$

$$D = \frac{0,07703 \text{ nm}}{0,011 \text{ rad}}$$

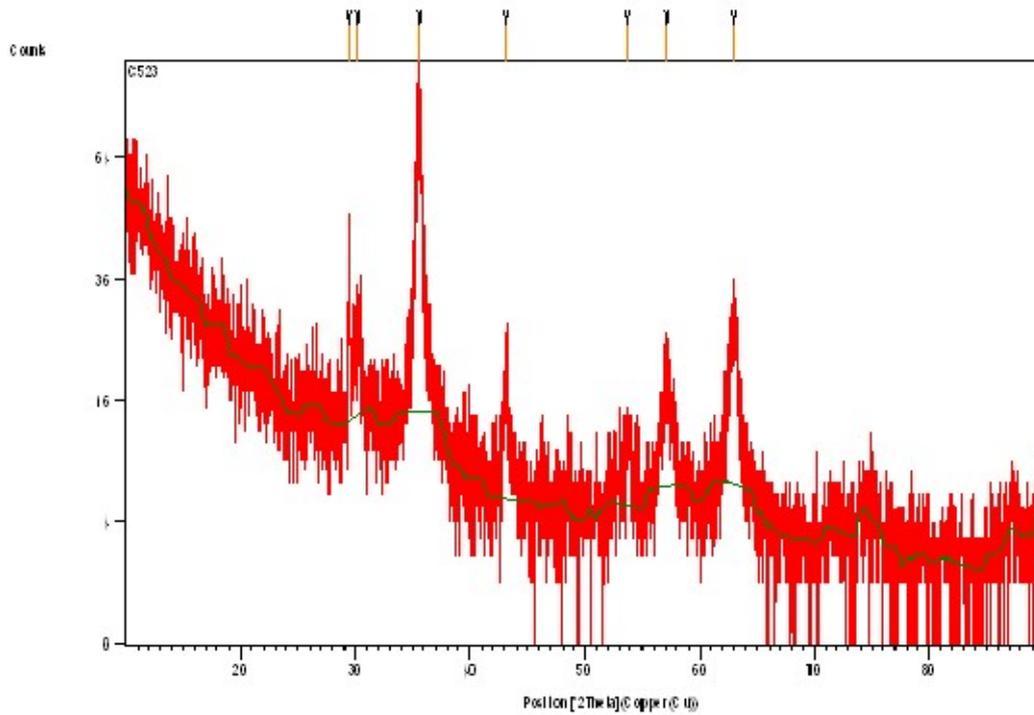
$$D = 7,003 \text{ nm}$$

Maka,

$$\text{Ukuran kristal rata-rata} = \frac{9,62+4,67+7,003}{3} = 7,09 \text{ nm}$$

Sehingga ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 7,09 nm

### Lampiran 8. Hasil Karakterisasi CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan Menggunakan XRD



#### Peak List

Pos. [°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int. [%]
29.3780	26.41	0.1574	3.04030	40.09
30.1918	13.48	0.4723	2.96018	20.46
35.6294	65.86	0.5510	2.51990	100.00
43.1931	12.33	0.4723	2.09455	18.73
53.7291	5.87	0.9446	1.70606	8.91
57.1870	13.22	0.7872	1.61084	20.08
62.8818	21.60	0.9600	1.47675	32.79

- Perhitungan ukuran kristal CaO dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan persamaan *Debye Scherer*

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

1. Untuk  $2\theta = 35,629$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$K = 0,5 \text{ nm}$

$\beta = 0,5510 \text{ deg}$

$$= \left(0,5510 \times \frac{\pi}{180}\right) \text{ rad}$$

$$\begin{aligned}
&= \left(0,5510 \times \frac{22}{180}\right) rad \\
&= 0,0096 rad \\
2\theta &= 35,629 \\
\theta &= \frac{35,629}{2} \\
\theta &= 17,8145 \\
\theta &= \left(17,8145 \times \frac{\pi}{180}\right) rad \\
\theta &= \left(17,8145 \times \frac{22}{180}\right) rad \\
\theta &= 0,3110 rad
\end{aligned}$$

Sehingga,

$$\begin{aligned}
D &= \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \\
D &= \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0096 rad)(\cos 0,3110 rad)} \\
D &= \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0096 rad)(0,9999 rad)} \\
D &= \frac{0,07703 nm}{0,0080 rad} \\
D &= 8,02 nm
\end{aligned}$$

2. Untuk  $2\theta = 29,378$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 \text{ nm}$

$$\begin{aligned}
K &= 0,5 nm \\
\beta &= 0,1574 \text{ deg} \\
&= \left(0,1574 \times \frac{\pi}{180}\right) rad \\
&= \left(0,1574 \times \frac{22}{180}\right) rad \\
&= 0,0027 rad \\
2\theta &= 29,378 \\
\theta &= \frac{29,378}{2} \\
\theta &= 14,689 \\
\theta &= \left(14,689 \times \frac{\pi}{180}\right) rad
\end{aligned}$$

$$\theta = \left( 14,689 \times \frac{22}{180} \right) rad$$

$$\theta = 0,2564 rad$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0027 rad)(\cos 0,2564 rad)}$$

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0027 rad)(0,9999 rad)}$$

$$D = \frac{0,07703 nm}{0,0016 rad}$$

$$D = 28,53 nm$$

3. Untuk  $2\theta = 62,881$

Diketahui:  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA} = 0,15406 nm$

$$K = 0,5 nm$$

$$\beta = 0,9600 deg$$

$$= \left( 0,9600 \times \frac{\pi}{180} \right) rad$$

$$= \left( 0,9600 \times \frac{22}{180} \right) rad$$

$$= 0,0016 rad$$

$$2\theta = 62,881$$

$$\theta = \frac{62,881}{2}$$

$$\theta = 31,4405$$

$$\theta = \left( 31,4405 \times \frac{\pi}{180} \right) rad$$

$$\theta = \left( 31,4405 \times \frac{22}{180} \right) rad$$

$$\theta = 0,5489 rad$$

Sehingga,

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

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0016 rad)(\cos 0,5489 rad)}$$

$$D = \frac{(0,5 nm)(0,15406 nm)}{(0,0016 rad)(0,9999 rad)}$$

$$D = \frac{0,07703 \text{ nm}}{0,0016 \text{ rad}}$$

$$D = 48,14 \text{ nm}$$

Maka,

$$\text{Ukuran kristal rata-rata} = \frac{8,02 + 2,53 + 48,14}{3} = 28,23 \text{ nm}$$

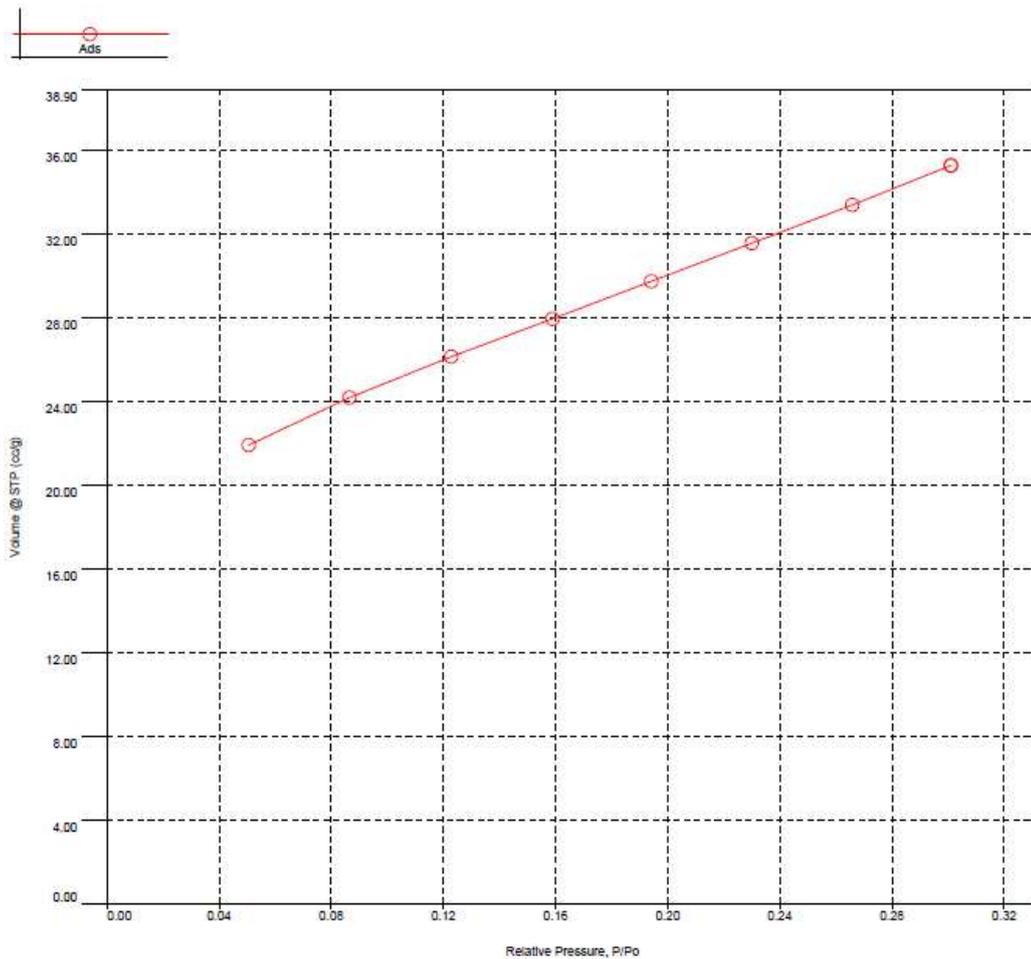
Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada komposit  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 28,23 nm

## Lampiran 9. Karakterisasi BET

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1/[W((Po/P) - 1)] [1/g]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1/[W((Po/P) - 1)] [1/g]
5.05065e-02	21.9161	1.9420e+00	1.94108e-01	29.7435	6.4792e+00
8.64847e-02	24.1863	3.1319e+00	2.29997e-01	31.5669	7.5709e+00
1.22742e-01	26.1389	4.2828e+00	2.65841e-01	33.3886	8.6773e+00
1.58829e-01	27.9514	5.4050e+00	3.01026e-01	35.2809	9.7668e+00

Slope =	31.070 1/g
Intercept =	4.327e-01 1/g
Correlation coefficient, r =	0.999929
C constant =	72.814
Surface Area =	110.546 m <sup>2</sup> /g

Activate Windows  
Go to Settings to activate Windows.



Grafik isotherm

### Lampiran 10. Karakterisasi FTIR

Gugus Fungsi	CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Sebelum Adsorpsi (cm <sup>-1</sup> )	CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Setelah Adsorpsi (cm <sup>-1</sup> )
-OH	3408,22	3388,93
Fe-O	561,29 584,43	582,50
Ca-O	873,75	873,75
S-O	-	1174,65
C-N	-	1226,73
O-C-O	1409,96 1444,68 1625,99	1409,96 1612,49

**Lampiran 11. Pengukuran pH *Point Zero Charge* (pHpzc)**Data pengukuran pH *Point Zero Charge* (pHpzc)

Komposit CaO/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>		
pH awal	pH akhir	$\Delta$ pH
2.07	7.96	5.89
3.1	8.16	5.06
4.06	8.35	4.29
5.03	8.49	3.46
6.12	8.51	2.39
7.09	8.44	1.35
8	8.6	0.6
9.1	8.66	-0.44
10.08	8.69	-1.39
11.02	8.71	-2.31
11.98	10.37	-1.61

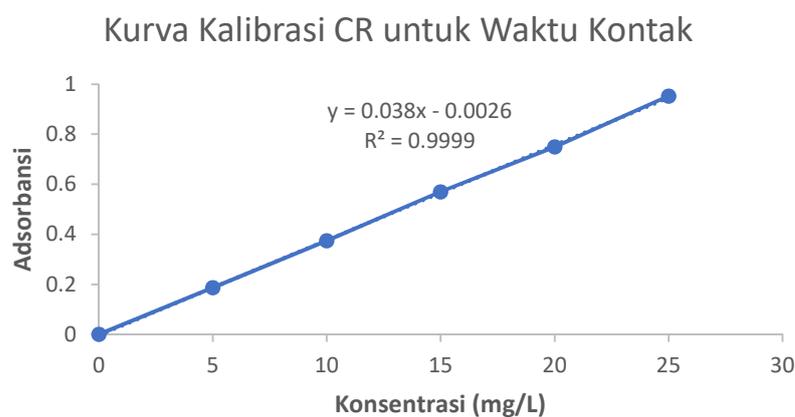
## Lampiran 12. Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi Congo Red

### a. Kurva Kalibrasi Congo Red

Larutan standar *congo red* 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L diukur absorbansinya pada panjang gelombang 499 nm.

Data pembuatan kurva kalibrasi larutan zat warna *congo red*

A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	$\bar{A}$	konsentrasi awal (mg/L)	konsentrasi terukur (mg/L)
0	0	0	0	0	0
0,189	0,179	0,192	0,187	5	4,98
0,373	0,375	0,375	0,374	10	9,92
0,571	0,564	0,572	0,569	15	15,04
0,737	0,758	0,755	0,750	20	19,81
0,94	0,954	0,962	0,952	25	25,12



### b. Data Pengaruh Variasi Waktu Kontak

t (menit)	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	$\bar{A}$	FP	C <sub>e</sub> (mg/L)	C <sub>0</sub> - C <sub>e</sub> (mg/L)	%efisiensi penyerapan	Q <sub>t</sub> (mg/g)
0	0,378	0,379	0,378	0,378	5	50,07	0	0	0
10	0,172	0,171	0,191	0,178	1	4,75	45,32	91	11,33
20	0,161	0,164	0,161	0,162	1	4,33	45,74	91	11,43
30	0,102	0,115	0,157	0,125	1	3,35	46,72	93	11,68
40	0,058	0,058	0,058	0,058	1	1,59	48,47	97	12,12
50	0,040	0,040	0,040	0,040	1	1,12	48,95	98	12,24
60	0,066	0,067	0,066	0,066	1	1,81	48,26	96	12,06

Contoh perhitungan:

Persamaan regresi :  $y = 0,038x - 0,0026$

- Perhitungan konsentrasi tak terserap (x) variasi waktu kontak 50 menit, dengan absorbansi 0,040

$$y = 0,038x - 0,0026$$

$$0,040 = 0,038x - 0,0026$$

$$x = \frac{0,040 + 0,0026}{0,038}$$

$$x = 1,12$$

sehingga, konsentrasi tak terserap (x) adalah 1,12 mg/L

- Perhitungan %efisiensi penyerapan waktu kontak 50 menit

$$\begin{aligned} \text{\%efisiensi penyerapan} &= \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi tidak terserap}}{\text{konsentrasi awal}} 100\% \\ &= \frac{50,07 - 1,12}{50,070} \\ &= 98\% \end{aligned}$$

- Perhitungan daya serap waktu kontak 50 menit

$$\begin{aligned} Q_e &= \frac{\text{konsentrasi terserap} \times V}{W} \\ &= \frac{48,95 \text{ mg/L} \times 0,025 \text{ L}}{0,1 \text{ g}} \\ &= 12,24 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

### Lampiran 13. Data Kinetika Adsorpsi

Data perhitungan kinetika adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*

t (menit)	$\bar{A}$	C <sub>o</sub> (mg/L)	C <sub>e</sub> (mg/L)	C <sub>o</sub> - C <sub>e</sub> (mg/L)	Q <sub>t</sub> (mg/g)	Q <sub>e</sub> -Q <sub>t</sub>	t/Q <sub>t</sub>	Log(Q <sub>e</sub> -Q <sub>t</sub> )
0	0,378	50,07	50,07	0	0	0	0	0
10	0,178	50,07	4,753	45,317	11,329	0,908	0,883	-0,042
20	0,162	50,07	4,332	45,738	11,435	0,802	1,749	-0,096
30	0,125	50,07	3,349	46,721	11,680	0,557	2,568	-0,254
40	0,058	50,07	1,595	48,475	12,119	0,118	3,301	-0,928
50	0,04	50,07	1,121	48,949	12,237	0,000	4,086	0
60	0,066	50,07	1,814	48,256	12,064	0,173	4,973	-0,762

$$Q_e = 12,237 \text{ mg/g}$$

$$\text{Untuk mencari } Q_e = \frac{(C_o - C_e) \times V(L)}{W_{\text{adsorben}}(g)}$$

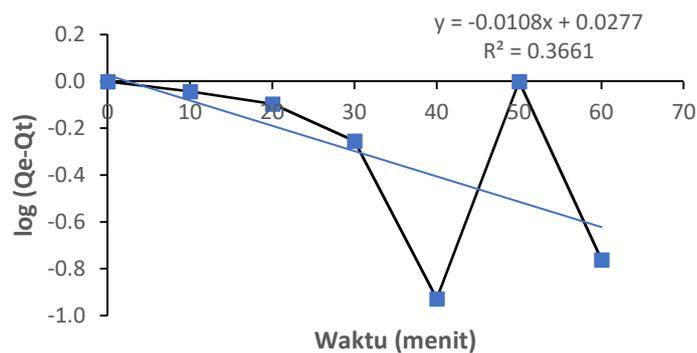
Keterangan: C<sub>o</sub> = Konsentrasi awal zat warna *congo red* (mg/L)

C<sub>e</sub> = Konsentrasi sisa zat warna *congo red* (mg/L)

Q<sub>t</sub> = Kapasitas adsorpsi tiap waktu (mg/g)

Q<sub>e</sub> = Kapasitas adsorpsi pada kesetimbangan (mg/g)

Grafik persamaan pseudo orde satu



Persamaan pseudo orde satu

$$\log(Q_e - Q_t) = \log Q_e - \left(\frac{k_1}{2,303}\right) t$$

Persamaan linear

$$y = ax + b$$

$$y = -0,0108x + 0,0277$$

sehingga dapat dinyatakan sebagai berikut,

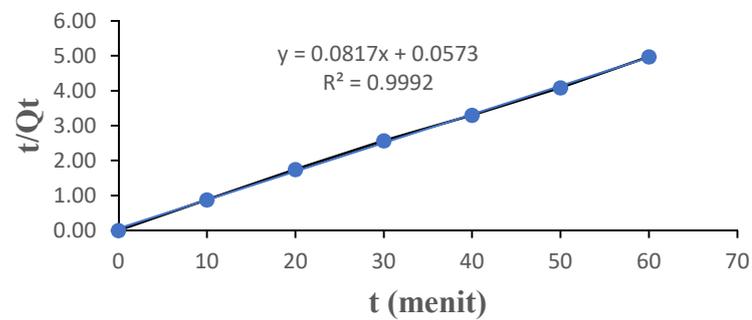
$$\text{Slope (a)} = - \left( \frac{k_1}{2,303} \right)$$

$$\begin{aligned} k_1 &= - (2,303 \times (-0,0108)) \\ &= 0,02 \text{ menit}^{-1} \end{aligned}$$

$$\text{Intersept (b)} = \log Q_e$$

$$\begin{aligned} Q_e &= 10^{0,0277} \\ &= 1,07 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

Grafik persamaan pseudo orde dua



Persamaan pseudo orde dua

$$\frac{t}{Q_t} = \frac{1}{k_2 Q_e^2} + \frac{1}{Q_e} t$$

Persamaan linear

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0817x + 0,0573$$

sehingga dapat dinyatakan sebagai berikut,

$$\text{Slope (a)} = \frac{1}{Q_e} = 0,0817$$

$$\begin{aligned} Q_e &= \frac{1}{0,0817} \\ &= 12,24 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

$$\text{Intersept (b)} = \frac{1}{k_2 Q_e^2} = 0,0573$$

$$\begin{aligned} k_2 &= \frac{1}{Q_e^2 \times 0,0573} \\ &= \frac{1}{(12,240)^2 \times 0,0573} \\ &= 0,12 \text{ g/mg.menit} \end{aligned}$$

### Lampiran 14. Pengaruh Variasi Konsentrasi Terhadap Adsorpsi *Congo Red*

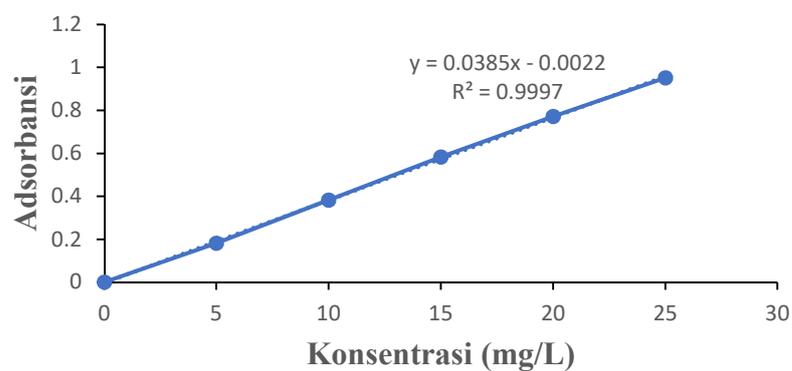
#### a. Kurva Kalibrasi *Congo Red*

Larutan standar *congo red* 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L diukur absorbansinya pada 499 nm.

Data pembuatan kurva kalibrasi larutan zat warna *congo red*

A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	$\bar{A}$	Konsentrasi Awal	Konsentrasi Terukur
0	0	0	0	0	0
0,182	0,182	0,182	0,182	5	4,78
0,382	0,382	0,383	0,382	10	9,99
0,581	0,582	0,584	0,582	15	15,18
0,771	0,772	0,774	0,772	20	20,12
0,95	0,952	0,953	0,952	25	24,78

Kurva Kalibrasi CR untuk Konsentrasi



## b. Data Perhitungan Pengaruh Variasi Konsentrasi

Variasi konsentrasi (mg/L)	C <sub>o</sub> (mg/L)	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	$\bar{A}$	FP	C <sub>e</sub> (mg/L)	C <sub>o</sub> - C <sub>e</sub> (mg/L)	%efisiensi penyerapan	Daya serap (mg/g)
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
25	25,71	0	0	0	0	1	0,06	25,65	99,78	6,41
50	49,37	0,047	0,047	0,048	0,047	1	1,29	48,08	97,39	12,02
75	74,40	0,194	0,193	0,192	0,193	1	5,07	69,33	93,19	17,33
100	101,71	0,341	0,34	0,34	0,340	1	8,90	92,81	91,25	23,20
110	109,25	0,330	0,330	0,331	0,330	1	8,64	100,61	92,09	25,15
125	125,33	0,379	0,378	0,378	0,378	1	9,88	115,45	92,11	28,86
150	149,92	0,697	0,694	0,694	0,695	1	18,11	131,81	87,92	32,95
175	174,51	0,729	0,729	0,729	0,729	1	18,99	155,52	89,12	38,88
200	200,66	0,243	0,243	0,243	0,243	5	31,84	168,82	84,13	42,20
225	225,07	0,34	0,34	0,34	0,340	5	44,44	180,63	80,25	45,16
250	250,61	0,559	0,559	0,559	0,559	5	72,88	177,73	70,92	44,43
300	300,54	0,472	0,472	0,472	0,472	10	123,17	177,37	59,02	44,34

Contoh perhitungan:

Persamaan regresi:  $y = 0,0385x - 0,0022$

- Perhitungan variasi konsentrasi 225 mg/L, dengan absorbansi sebesar 0,559 sehingga konsentrasi tak terserap (x) adalah:

$$y = 0,0389x - 0,0029$$

$$0,559 = 0,0389x - 0,0029$$

$$x = \frac{0,559 + 0,0029}{0,0389}$$

$$x = 44,44$$

Jadi, konsentrasi tak terserap (x) adalah 44,44 mg/L

- Perhitungan %efisiensi penyerapan untuk variasi konsentrasi 225 mg/L

$$\% \text{efisiensi penyerapan} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi tidak terserap}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{225,07 - 44,44}{225,07} \times 100\%$$

$$= 80,25\%$$

- Perhitungan daya serap (Q<sub>e</sub>) untuk variasi konsentrasi 225 mg/L

$$Q_e = \frac{\text{konsentrasi terserap} \times V}{W}$$

$$= \frac{180,63 \text{ mg/L} \times 0,025 \text{ L}}{0,1 \text{ g}}$$

$$= 45,16 \text{ mg/g}$$

### Lampiran 15. Data Isoterm Adsorpsi

Data perhitungan isoterm adsorpsi komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*

Konsentrasi (mg/L)	C <sub>e</sub> (mg/L)	Q <sub>e</sub> (mg/g)	C <sub>e</sub> /Q <sub>e</sub>	log C <sub>e</sub>	log Q <sub>e</sub>
0	0	0	0	0	0
25	0,06	6,41	0,0094	-1,222	0,807
50	1,29	12,02	0,1073	0,111	1,080
75	5,07	17,33	0,2926	0,705	1,239
100	8,9	23,2	0,3836	0,949	1,365
110	8,64	25,15	0,3435	0,937	1,401
125	9,88	28,86	0,3423	0,995	1,460
150	18,11	32,95	0,5496	1,258	1,518
175	18,99	38,88	0,4884	1,279	1,590
200	31,84	42,2	0,7545	1,503	1,625
225	44,44	45,16	0,9841	1,648	1,655
250	72,88	44,43	1,6403	1,863	1,648
300	123,17	44,34	2,7779	2,091	1,647

Persamaan Langmuir

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{C_e}{Q_m} + \frac{1}{Q_m K_L}$$

Persamaan linear

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0213x + 0,1124$$

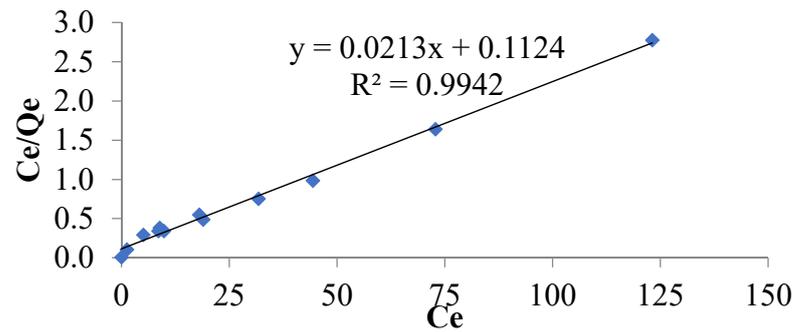
dimana,

$$\text{Slope (a)} = \frac{1}{Q_m} = 0,0213$$

$$\begin{aligned} Q_m &= \frac{1}{0,0213} \\ &= 46,948 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

$$\text{Intersept (b)} = \frac{1}{Q_m K_L} = 0,1124$$

$$\begin{aligned} K_L &= \frac{1}{54,054 \times 0,1124} \\ &= 0,164 \text{ L/mg} \end{aligned}$$



Persamaan Freundlich

$$\log Q_e = \log K_r + \frac{1}{n} \log C_e$$

Persamaan linear

$$y = ax + b$$

$$y = 0,291x + 1,1258$$

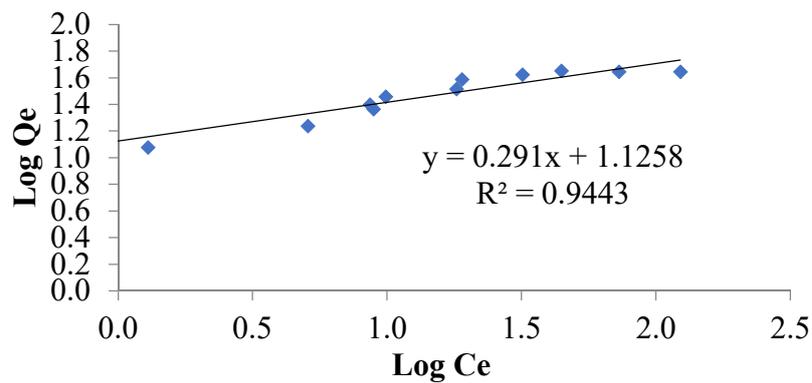
dimana,

$$\text{Slope (a)} = \frac{1}{n} = 0,291$$

$$n = \frac{1}{0,291} \\ = 3,43$$

$$\text{Intersept (b)} = \log K_r = 1,1258$$

$$K_r = 10^{1,1258} \\ = 13,359 \text{ mg/g}$$



## Lampiran 16. Pengaruh Variasi Suhu Terhadap adsorpsi *Congo Red*

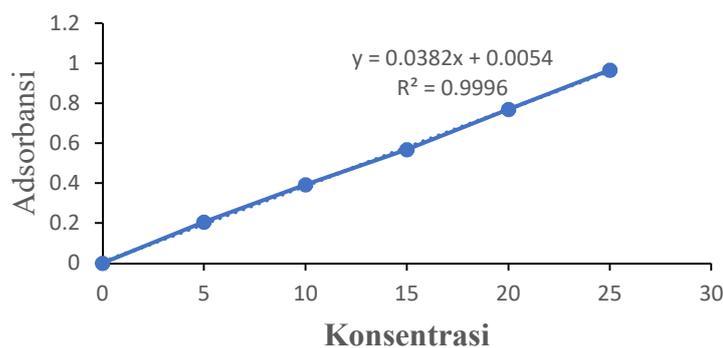
### a. Kurva Kalibrasi *Congo Red*

Larutan standar *congo red* 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L diukur absorbansinya pada panjang gelombang 499 nm.

Data pembuatan kurva kalibrasi larutan zat warna *congo red*

A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	$\bar{A}$	konsentrasi awal	konsentrasi terukur
0	0	0	0	0	0
0,206	0,206	0,206	0,206	5	5,25
0,391	0,392	0,392	0,392	10	10,11
0,575	0,556	0,575	0,569	15	14,75
0,763	0,771	0,773	0,769	20	19,99
0,964	0,966	0,966	0,965	25	25,13

Kurva Kalibrasi CR untuk Suhu



### b. Data Perhitungan Pengaruh Variasi Suhu

T (°C)	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	$\bar{A}$	FP	C <sub>e</sub> (mg/L)	C <sub>o</sub> - C <sub>e</sub> (mg/L)	%efisiensi penyerapan	Daya serap (mg/g)
0	0,862	0,867	0,867	0,865	10	225,29	0	0	0
30	0,322	0,321	0,321	0,321	1	8,27	217,02	96,33	54,26
40	0,202	0,205	0,206	0,204	1	5,21	220,08	97,69	55,02
50	0,124	0,128	0,129	0,127	1	3,18	222,11	98,59	55,53
60	0,514	0,518	0,517	0,516	1	13,38	211,91	94,06	52,98
70	0,643	0,642	0,642	0,642	2	33,35	191,94	85,20	47,99

Contoh perhitungan:

Persamaan regresi:  $y = 0,0382x + 0,0054$

- Perhitungan variasi suhu 50°C, dengan absorbansi sebesar 0,127 sehingga konsentrasi tak terserap (x) adalah:

$$y = 0,0382x + 0,0054$$

$$0,127 = 0,0382x - 0,0054$$

$$x = \frac{0,127 + 0,0054}{0,0382}$$

$$x = 3,18$$

Jadi, konsentrasi tak terserap (x) adalah 3,18 mg/L

- Perhitungan %efisiensi penyerapan untuk variasi suhu 50°C

$$\% \text{efisiensi penyerapan} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi tidak terserap}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{225,29 - 3,18}{225,29} \times 100\%$$

$$= 98,59\%$$

- Perhitungan daya serap ( $Q_e$ ) untuk variasi suhu 50°C

$$Q_e = \frac{\text{konsentrasi terserap} \times V}{W}$$

$$= \frac{222,11 \text{ mg/L} \times 0,025 \text{ L}}{0,1 \text{ g}}$$

$$= 55,53 \text{ mg/g}$$

### Lampiran 17. Data Termodinamika

Data perhitungan termodinamika komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap *congo red*

T (K)	Ce (mg/L)	Qe (mg/L)	Qe/Ce	ln (Qe/Ce)	1/T	ΔH (kJ/mol)	ΔS (J/K.mol)	ΔG (kJ/mol)
303	8,271	54,26	6,560	1,881	0,0033			-4,72
313	5.,208	55,02	10,565	2,358	0,0032			-6,19
323	3,183	55,53	17,445	2,859	0,0031	39,769	0,147	-7,65
333	13,375	52,98	3,961	1,377	0,0030			-9,12
343	33,347	47,99	1,439	0,364	0,0029			-10,59

Persamaan termodinamika sebagai berikut,

$$\ln \frac{Q_e}{C_e} = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H}{RT}$$

Persamaan regresi linear:

$$y = ax + b$$

$$y = -4783,4x + 17,659$$

Sehingga,

$$\text{Slope} = - \left( \frac{\Delta H}{R} \right)$$

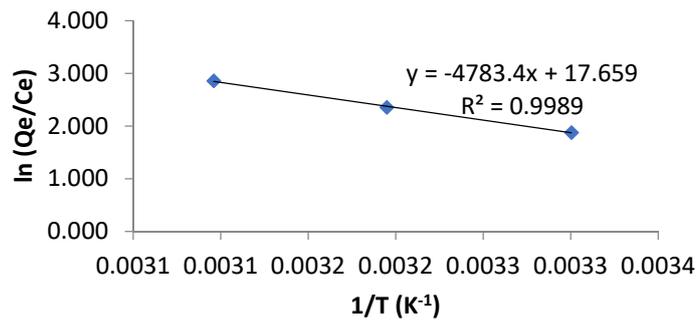
$$\begin{aligned} \Delta H &= -(\text{slope} \times R)/1000 \\ &= -(-4783,4 \times 8,314 \text{ J/K.mol})/1000 \\ &= 39,769 \text{ kJ/mol} \end{aligned}$$

$$\text{Intersept} = \frac{\Delta S}{R}$$

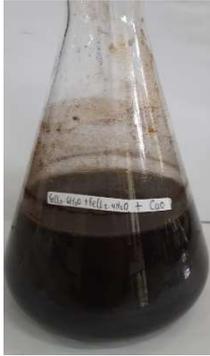
$$\begin{aligned} \Delta S &= (\text{intersept} \times R)/1000 \\ &= (17,659 \times 8,314 \text{ J/K.mol})/1000 \\ &= 0,147 \text{ J/K.mol} \end{aligned}$$

**Suhu 30 °C (303 °K)**

$$\begin{aligned} \Delta G &= \Delta H - (T \times \Delta S) \\ &= 39,769 - (303 \times 0,147) \\ &= -4,716 \text{ kJ/mol} \end{aligned}$$



### Lampiran 18. Gambar Penelitian



Larutan  
CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



Endapan CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



Larutan *congo red* sebelum adsorpsi untuk penentuan waktu kontak kondisi optimum



Larutan *congo red* setelah adsorpsi untuk penentuan waktu kontak kondisi optimum (dari kiri ke kanan 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit).



Larutan *congo red* setelah adsorpsi untuk penentuan konsentrasi pada kondisi optimum (dari kiri ke kanan 0, 25, 50, 75, 100 dan 110 mg/L).



Larutan *congo red* setelah adsorpsi untuk penentuan konsentrasi pada kondisi optimum (dari kiri ke kanan 125, 150, 175, 200, 225, 250 dan 300 mg/L).



Larutan *congo red* sebelum adsorpsi untuk penentuan suhu pada kondisi optimum



Larutan *congo red* setelah adsorpsi untuk penentuan suhu pada kondisi optimum (dari kiri ke kanan 30, 40, 50, 60 dan 70 °C).



a) Larutan *congo red* sebelum adsorpsi b) Larutan *congo red* setelah adsorpsi

## DAFTAR RIWAYAT HIDUP

- a. Nama : Vika Putri Safira
- b. NIM : 08031181823012
- c. Tempat/Tanggal Lahir : Jambi/29 Desember 2000
- d. Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
- e. Bidang Ilmu Skripsi : Kimia Analisa
- f. Alamat Rumah : Jl. H. Adam Malik Rt.21  
No. 60 Jambi Selatan, Jambi, Jambi
- g. No. Hp : 082289671439
- h. Email : safiravikaputri@gmail.com
- i. Riwayat Pendidikan :
- |                         |                     |
|-------------------------|---------------------|
| SD Negeri 28 Kota Jambi | Tahun 2006 s.d 2012 |
| SMP Negeri 1 Kota Jambi | Tahun 2012 s.d 2015 |
| SMA Negeri 6 Kota Jambi | Tahun 2015 s.d 2018 |
| Universitas Sriwijaya   | Tahun 2018 s.d 2022 |
- j. Pengalaman Organisasi :
- Anggota HIMAKI (2018-2022)
  - Anggota COIN (2020-2021)
  - Asisten Praktikum Spektrometri (2021/2022)
  - Asisten Praktikum Anorganik II (2021/2022)
  - Asisten Praktikum Teknik Pemisahan (2021/2022)
- k. Karya Ilmiah Hasil Studi :
- Skripsi S1 (2022)
  - Sintesis Komposit CaO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Zat Warna Congo Red

