

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Fe₃O₄ Hasil Sintesis

Sintesis Fe₃O₄ dilaksanakan dengan menggunakan metode kopresipitasi dan memanfaatkan precursor FeCl₃ dan FeCl₂.4H₂O perbandingan mol 2:1. Selanjutnya ditambahkan NaOH 2M yang berfungsi sebagai agen pengendap dan pemberi suasana basa hingga tercapai pH 10 dalam pembentukan endapan Fe₃O₄.

Hasil sintesis magnetit berbentuk serbuk hitam dan diperoleh berat Fe₃O₄ sebesar 1,67 gram, sedangkan berat teoritisnya adalah 1,62 gram. Hal ini karena masih terdapat pengotor pada hasil sintesis. . Kemudian diuji kemagnetisannya menggunakan magnet eksternal seperti Gambar 5. Fe₃O₄ Hasil sintesis memperlihatkan interaksi yang kuat terhadap magnet eksternal. Reaksi yang terjadi pada sintesis Fe₃O₄ adalah:



Gambar 5. Fe₃O₄ hasil sintesis diuji dengan menggunakan magnet eksternal

4.2 Fe₃O₄/Kitosan-Glutaraldehyd Hasil Sintesis

Fe₃O₄/kitosan-glutaraldehyd disintesis mempergunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi tergolong sebagai metode dalam proses sintesis yang berdasarkan pada terendahnya dua substansi ataupun lebih dengan cara bersamaan pada sebuah wadah yang serupa (Merdekani, 2013). Hasil yang

diperoleh berupa serbuk Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6



Gambar 6. Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd hasil sintesis diuji dengan menggunakan magnet eksternal

4.3 Komposit Fe_3O_4 /Kitosan-Glutaraldehyd/ SnO_2

Komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Pada sintesis ini Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd dicampurkan dengan SnO_2 . Komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 diperoleh berat sebesar 2,42 gram. Hasil yang diperoleh berupa serbuk Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7

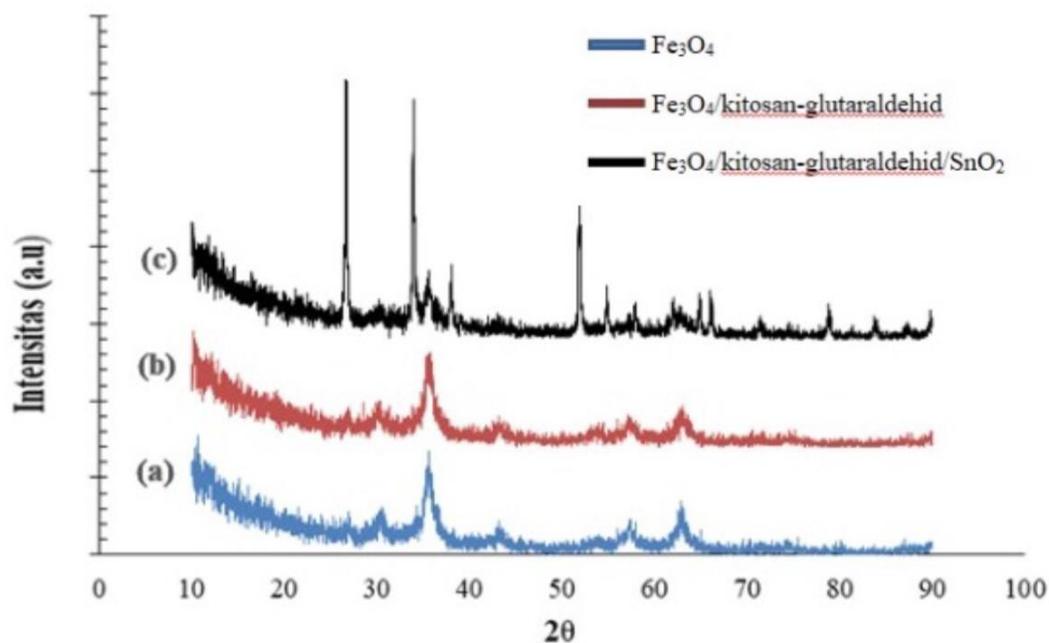


Gambar 7. Komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 diuji dengan menggunakan magnet eksternal

4.4 Hasil Karakterisasi Material

4.4.1 Hasil Karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui intensitas puncak, sudut difraksi dan jenis fasa dari hasil sintesis. Gambar 8 menunjukkan difraktogram dari Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$, $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$.



Gambar 8. Difraktogram (a) Fe_3O_4 (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ (c) $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$

Bedasarkan pada data JCPDS No. 030863 Fe_3O_4 yang mempunyai sudut 2θ dengan lima karakteristik puncak yakni $30,2^\circ$, $35,6^\circ$, $43,2^\circ$, $57,33^\circ$ dan $62,96^\circ$ dengan indeks bidang (220), (311), (400), (422), (511) dan (440) (Dewi et al, 2016). Hasil difraktogram memperlihatkan bahwasanya Fe_3O_4 yang sudah disintesis memiliki kandungan puncak-puncak yang tajam pada sudut $30,33^\circ$, $35,53^\circ$, $43,32^\circ$, $57,26^\circ$ dan $62,81^\circ$ hal ini menunjukkan bahwasanya Fe_3O_4 berhasil disintesis. Didasarkan pada $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ memiliki intensitas puncak lebih rendah dibandingkan dengan Fe_3O_4 karena adanya penambahan kitosan-glutaraldehyd yang bersifat amorf (Dompeipen dkk, 2016). Menurut standar JCPDS No. 88-0287 SnO_2 yang memiliki sudut 2θ dengan enam

karakteristik puncak yakni $26,9^\circ$, $34,3^\circ$, $38,9^\circ$, $52,1^\circ$, $62,1^\circ$ dan $65,8^\circ$ (Ayeshamariam et al, 2013). Memiliki indeks bidang (110), (101), (200), (211), (220) dan (310) (Bhagwat et al, 2015). Hasil difraktogram memiliki puncak $26,63^\circ$, $35,51^\circ$, $38,01^\circ$, $51,84^\circ$, $61,97^\circ$ dan $66,06^\circ$ yang memperlihatkan adanya SnO_2 sehingga komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 berhasil disintesis. Standar JCPDS dapat dilihat pada Tabel 1

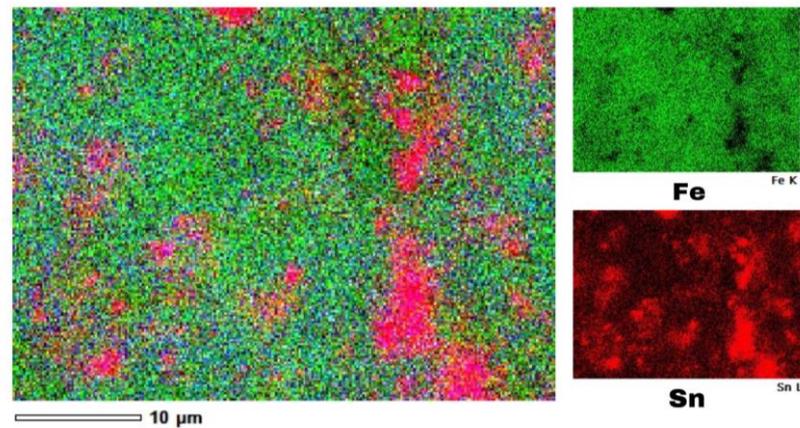
Tabel 1. Standar JCPDS dari Fe_3O_4 dan SnO_2

JCPDS	Fe_3O_4	SnO_2
No. 03-0863	$30,2^\circ$, $35,6^\circ$, $43,2^\circ$ $57,33^\circ$ dan $62,96^\circ$ $30,33^\circ$, $35,53^\circ$, $43,32^\circ$ $57,26^\circ$ dan $62,81^\circ$	-
No. 88-0207	-	$26,9^\circ$, $34,3^\circ$, $38,9^\circ$ $52,1^\circ$, $62,1^\circ$ dan $65,8^\circ$ - $26,63^\circ$, $35,51^\circ$, $38,01^\circ$, $51,84^\circ$, $61,97^\circ$ dan $66,06^\circ$

Perhitungan ukuran kristal Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, dan Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 menggunakan rumus *Debye-Scherrer* dapat dilihat pada Lampiran 3. Ukuran kristal Fe_3O_4 yang didapat sebesar 10,09 nm, ukuran kristal Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 yang didapat sebesar 12,62 nm, dan ukuran kristal Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 yang didapat sebesar 16,83 nm.

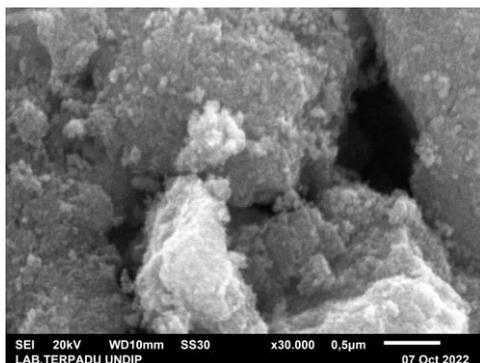
4.4.2 Hasil Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS)

Karakteristik menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi dan elemen penyusun Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 yang dapat dilihat pada Gambar 9

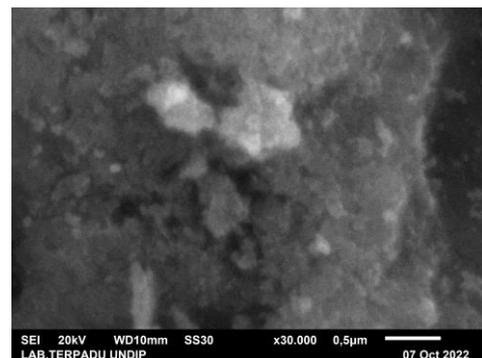


Gambar 9. Morfologi permukaan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$

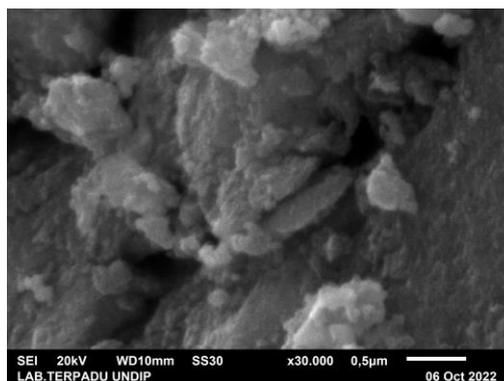
Gambar 9. memperlihatkan morfologi permukaan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$ yang dimapping, struktur Sn berwarna merah dan struktur Fe berwarna hijau. Morofologi permukaan dan elemen penyusun Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$, $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$ mempergunakan SEM-EDS ini dilakukan dengan perbesaran 30.000x.



(a)



(b)



(c)

Gambar 10. Morfologi dengan perbesaran 30.000x (a) Fe_3O_4 , (b) Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, (c) Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 .

Gambar 10 (a) memperlihatkan bahwasanya pada permukaan Fe_3O_4 berbentuk partikel-partikel tidak rata dengan ukuran kristal yang kecil. Gambar 10 (b) memperlihatkan bahwasanya pada permukaan Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd berbentuk partikel-partikel tidak rata dengan permukaan yang lebih halus dibandingkan dengan Fe_3O_4 . Gambar 10 (c) memperlihatkan hasil morfologi Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 yang lebih besar apabila dibandingkan dengan hasil morfologi Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd. Hal ini memperlihatkan bahwasanya bahwa SnO_2 melapisi Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd. Hasil analisis elemen dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Komposisi elemen hasil karakterisasi EDS Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 .

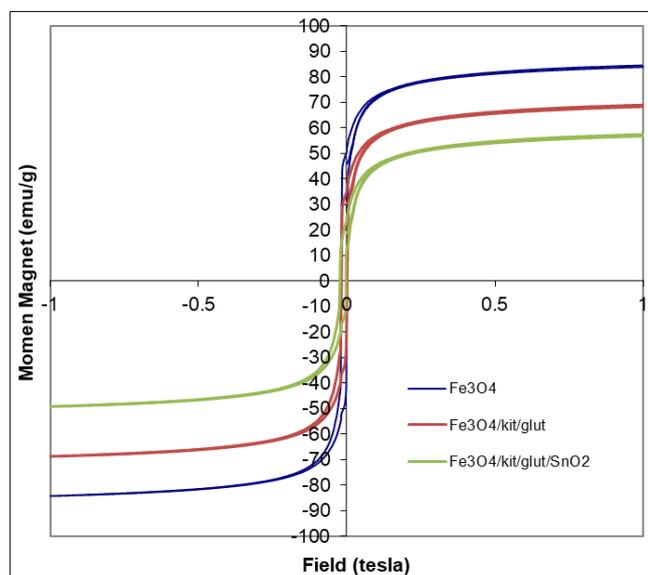
Senyawa	% Massa				
	C	N	O	Fe	Sn
Fe_3O_4	9,42	0,18	46,12	43,66	-
Fe_3O_4 /Kitosan Glutaraldehyd	12,03	-	35,41	50,39	-
Fe_3O_4 /Kitosan Glutaraldehyd/ SnO_2 .	14,32	0,14	42,63	37,21	3,85

Hasil EDS Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 memperlihatkan elemen penyusun Fe_3O_4 dimana % massa

terbesar terdapat pada unsur Fe dan O yang mana masing-masing besaran persentasenya ialah 43,66 % dan 46,12 %. Pada Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd memperlihatkan bahwasanya komponen penyusun utama terbagi atas Fe dan O yang mana besaran persentasenya yakni 50,39% dan 35,41%. Pada Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd terjadi kenaikan persentase unsur Fe, yang tergolong sebagai logam penyusun komposit tersebut. Pada Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 memperlihatkan komponen penyusun utama terdiri dari Fe dan O dengan persentase sebesar 37,21% dan 42,63%, dan memiliki tambahan unsur Sn dengan persentase sebesar 3,85%. Didasarkan pada hasil EDS juga diperoleh hasil yakni terdapat pengotor dari unsur C pada Fe_3O_4 . Hadirnya pengotor tersebut berasalkan dari proses coating dan juga pada proses pencucian kompositnya. .

4.4.3 Hasil Karakterisasi menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

Karakterisasi mempergunakan VSM ditujukan untuk menganalisis besaran sifat magnet dari Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 yang digambarkan pada kurva histerisis. Kurva histerisis memperlihatkan hubungan magnetisasi (M) dengan magnet luarnya (H). Hasil karakterisasi menggunakan VSM ditunjukkan pada Gambar 11

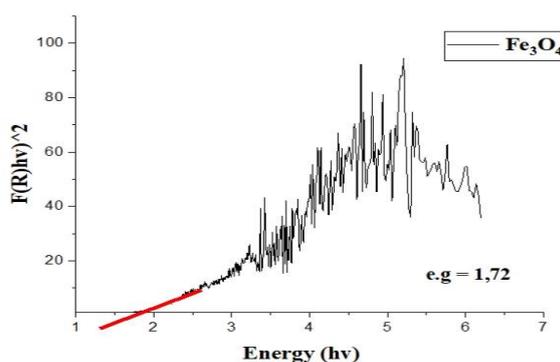


Gambar 11. Kurva histeresis dari Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 .

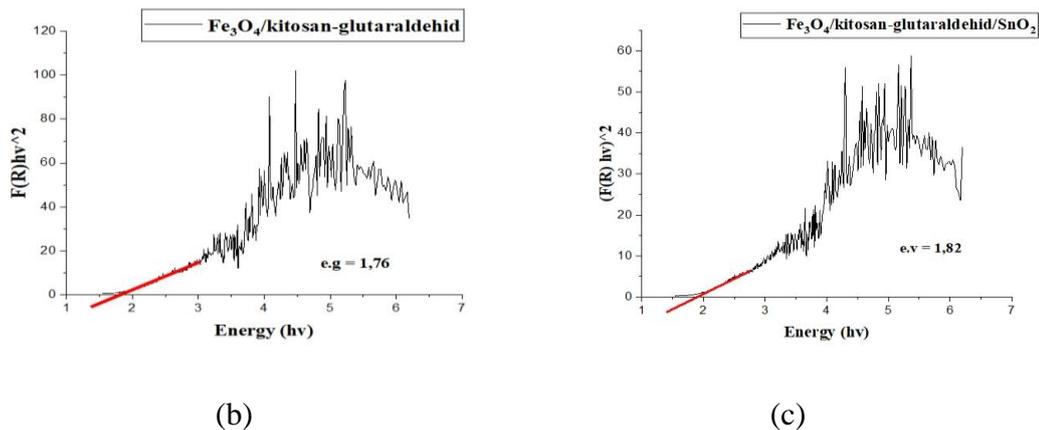
Berdasarkan Gambar 10 hasil sintesis dari Fe_3O_4 memperlihatkan bahwasanya nilai magnetis saturasi yang paling tinggi adalah sebesar 83,80 emu/g. Pada Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd nilai magnetis saturasi mengalami penurunan karena adanya penambahan kitosan-glutaraldehyd yang tidak bersifat magnetik, nilai magnetis saturasi Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd adalah sebesar 68,27 emu/g. Pada komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 mengalami hal yang sama juga yakni terjadinya penurunan nilai magnetisasi saturasi adalah sebesar 56,74 emu/g. Hal ini karena adanya penambahan kitosan-glutaraldehyd dan SnO_2 yang bersifat nonmagnetik sehingga menyebabkan sifat magnetik dari Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 menjadi lebih rendah.

4.4.4 Hasil Karakterisasi menggunakan *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance (UV-VIS DRS)*

Karakterisasi mempergunakan UV-VIS DRS memiliki tujuan untuk memperoleh data tentang nilai *band gap* dari Fe_3O_4 , Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd, Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 . Hasil nilai *band gap* dapat dilihat pada Gambar 12.



(a)



Gambar 12. Nilai *band gap* (a) Fe_3O_4 (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ (c) $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$

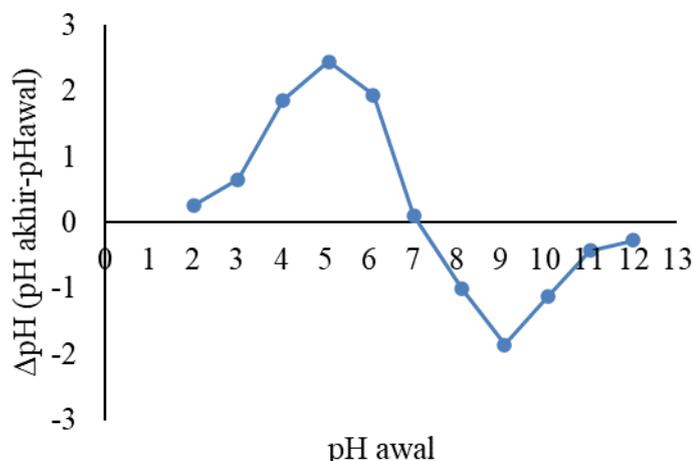
Metode yang dipakai dalam perhitungan nilai celah pita energy (*band gap*) yakni *touc plot*. Energi band gap adalah salah satu parameter semikonduktor terpenting yang mempengaruhi sifat listrik dan optiknya (Imawati dkk, 2017). Metode *touc plot* ditentukan dengan mempergunakan nilai Transitasi dengan menarik ekstrapolasi pada daerah linier dari grafik hubungan $h\nu$ dan $F(R)$ hingga memotong sumbu energy, nilai $h\nu$ dari sumbu horizontal adalah nilai energi celah pita tersebut (Daniyati dkk, 2015).

Berdasarkan Gambar 12 *energy band gap* dari Fe_3O_4 sebesar 1,72 eV, *energy band gap* dari $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ sebesar 1,76 eV, hal ini menunjukkan bahwasanya ada nilai kenaikan dari band gap Fe_3O_4 . Pada *energy band gap* dari $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$ sebesar 1,82 eV, dimana semikonduktor SnO_2 memiliki band gap yakni 3,6-3,8 eV (Naje et al, 2013). Penurunan *energy band gap* karena adanya doping Fe dan kitosan pada SnO_2 yang menyebabkan timbulnya pita energy baru antara pita konduksi dan valensi yang sehingga dapat menurunkan *energy gap* dari SnO_2 . Fotokatalis yang baik adalah fotokatalis yang memiliki energi celah (*band gap*) yang rendah (Dony dkk, 2013).

4.5 pH Point Zero Charge (pHpzc) pada Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$

Penentuan pH Point Zero Charge (pHpzc) pada komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{SnO}_2$ ditujukan untuk dapat memperoleh informasi berkenaan

dengan kondisi suatu permukaan bermuatan netral. pHPzc dapat ditentukan dengan cara menentukan titik potong atau titik temu diantara kedua garis kurva pH awal dan pH akhir larutan yang telah didiamkan selama 48 jam. Hasil kurva pHPzc komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehid/ SnO_2 dapat dilihat pada Gambar 12



Gambar 12. Hasil kurva pHPzc komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehid/ SnO_2

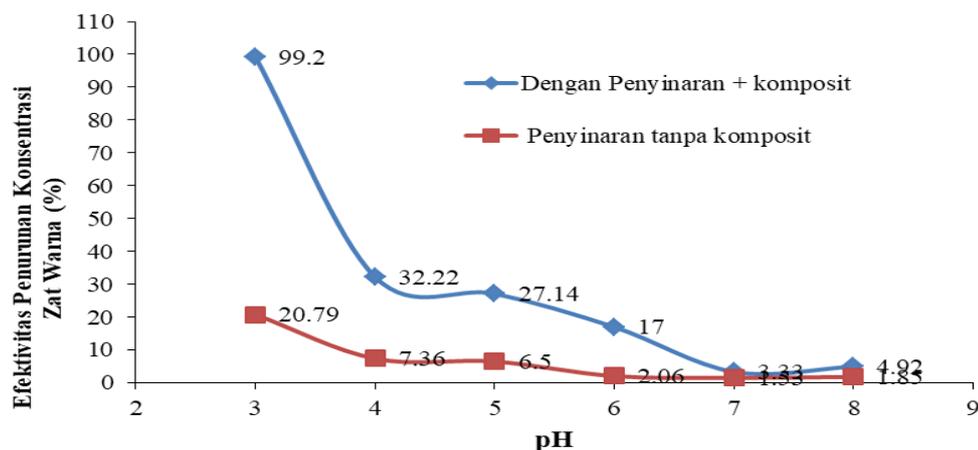
Berdasarkan pada Gambar 13 nilai pHPzc dari komposit Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehid/ SnO_2 berada pada pH 7,12. Hal ini menunjukkan bahwasanya Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehid/ SnO_2 memiliki muatan nol pada pH tersebut. Menurut calvete *et al* (2009) untuk pH nilai lebih rendah dari pHPzc adsorben menyajikan muatan permukaan positif dan untuk pH nilai lebih besar dari pHPzc adsorben menyajikan muatan permukaan negatif. Dalam penelitian ini mempergunakan zat warna *procion red* yang tergolong sebagai golongan anionik, sehingga dalam mendegradasi zat warna *procion red* dilakukan dalam suasana asam. Hasil analisis pHPzc dapat dilihat pada Lampiran 7.

4.6 Kondisi Optimum Degradasi Zat Warna *Procion Red*

4.6.1 pH Optimum Degradasi Zat Warna *Procion Red*

Penentuan kondisi optimum pH dilakukan dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7, 8. mempergunakan larutan zat warna *procion red* sebanyak 25 mL, konsentrasi 25 mg/L dengan berat Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehid/ SnO_2 0,05 g dalam waktu 60 menit. Data pengaruh pH zat warna *procion red* dan hasil kurva penentuan kondisi optimum dengan pengaruh variasi pH disajikan pada Lampiran 10 dan

hasil kurva penentuan kondisi optimum dengan pengaruh variasi pH dapat dilihat pada Gambar 14



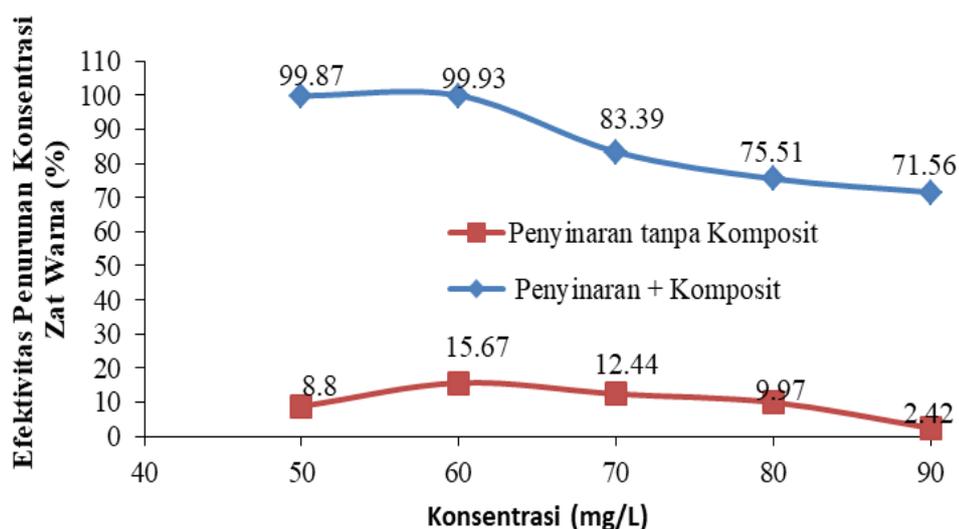
Gambar 14. Kurva Variasi pH Larutan *Procion Red*

Pada kurva yang didapat pada Gambar 14 dapat disimpulkan bahwasanya efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *procion red* yang paling tinggi terjadi pada pH 3 dengan nilai persentase sebesar 99,20%. Pada kondisi di bawah pH_{pzc} permukaan katalis Fe₃O₄/kitosan-glutaraldehyd/SnO₂ akan bermuatan positif dan sebaliknya, pada kondisi di bawah pH_{pzc} permukaan katalis Fe₃O₄/kitosan-glutaraldehyd/SnO₂ akan bermuatan negatif, karena zat warna *procion red* termasuk zat warna anionik atau bermuatan negatif maka pada pH dibawah pH_{pzc} efektivitas fotodegradasi akan semakin tinggi (Yang et al, 2012).

Sebagai perbandingan pada penentuan pH optimum juga dilakukan dengan tanpa mempergunakan komposit (fotolisis). Hasil yang diperoleh tidak terjadi perubahan yang signifikan terhadap efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *procion red* dimana didapatkan hasil pada pH 3 sebesar 20,79%. Hal ini karena proses fotolisis hanya menurunkan sedikit konsentrasi *procion red*, sehingga dapat disimpulkan bahwasanya pada proses penentuan kondisi terbaik pengaruh pH lebih efektif jika menggunakan penambahan katalis Fe₃O₄/kitosan-glutaraldehyd/SnO₂.

4.6.2 Penentuan Konsentrasi Optimum Zat Warna *Procion Red*

Penentuan konsentrasi optimum dilakukan dengan variasi 50, 60, 70, 80, 90 mg/L mempergunakan larutan zat warna *procion red* sebanyak 25 mL dengan berat Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 0,05 g dalam waktu 60 menit dan pH yang dipergunakan diatur menjadi 3 sesuai dengan kondisi terbaik prosedur sebelumnya. Data pengaruh konsentrasi zat warna *procion red* disajikan pada Lampiran 11 dan hasil kurva penentuan kondisi optimum dengan pengaruh variasi konsentrasi dapat dilihat pada Gambar 15.



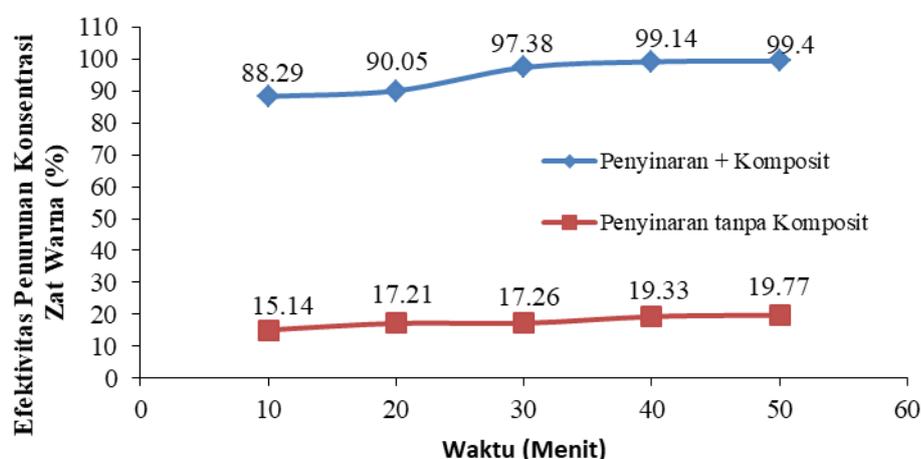
Gambar 15. Kurva Variasi Kosentrasi Larutan *Procion Red*

Pada kurva yang didapat pada Gambar 15 dapat ditentukan bahwasanya efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *procion red* yang paling tinggi terjadi pada kosentrasi 60 ppm dengan niai persentase sebesar 99,93%. Sebagai perbandingan pada penentuan konsentrasi optimum juga dilakukan dengan tanpa mempergunakan komposit (fotolisis). Hasil yang diperoleh tidak terjadi perubahan yang signifikan terhadap efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *procion red* dimana didapatkan hasil pada konsentrasi 60 ppm sebesar 15,58%. Hal ini karena proses fotolisis hanya menurunkan sedikit konsentrasi *procion red*. Sehingga dapat disimpulkan bahwasanya pada proses penentuan kondisi terbaik pengaruh konsentrasi lebih efektif jika menggunakan penambahan katalis Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 . Menurut (Hariani et al, 2022) semakin tinggi

konsentrasi maka degradasi semakin kecil, hal ini dikarenakan konsentrasi yang lebih tinggi cenderung menghalangi cahaya mencapai katalis akibatnya, mengurangi laju penghilangan.

4.6.3 Penentuan Waktu Kontak Zat Warna *Procion Red*

Penentuan efisien waktu kontak dilakukan dengan variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50 menit. Volume *procion red* yang dipergunakan sebanyak 25 mL dengan kondisi pH 3 dan konsentrasi zat warna yang dipergunakan adalah 60 ppm dengan berat Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 0,05. Data pengaruh waktu kontak zat warna *procion red* disajikan pada Lampiran 12 dan hasil kurva penentuan efisien dengan pengaruh variasi waktu kontak dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Kurva Variasi Waktu Kontak Larutan *Procion Red*

Pada kurva yang didapat dapat disimpulkan bahwasanya efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *procion red* yang paling tinggi terjadi pada menit ke 40 dengan nilai persentase sebesar 99,14%. Pada waktu kontak 50 menit efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *procion red* terjadi kenaikan tidak berbeda jauh yakni 99,40%. Sebagai perbandingan pada penentuan waktu kontak optimum juga dilakukan tanpa mempergunakan komposit (fotolisis). Hasil yang diperoleh tidak terjadi perubahan yang signifikan terhadap efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *procion red* dimana didapatkan hasil pada menit ke 40

sebesar 19,33%. Menurut penelitian yang dilakukan oleh (Ajabshir and Niasari, 2019) tanpa adanya penambahan katalis efektifitas penurunan konsentrasi *procion red* tidak terlalu besar. Sehingga dapat disimpulkan bahwasanya pada proses penentuan kondisi terbaik pengaruh konsentrasi lebih efektif jika menggunakan penambahan katalis Fe_3O_4 /kitosan-glutaraldehyd/ SnO_2 .

4.7 Hasil Karakterisasi *Total Organic Carbon* (TOC)

Zat warna *procion red* sebelum degradasi dan setelah degradasi yang diperoleh dari kondisi optimum selanjutnya diuji dengan alat TOC untuk memperoleh informasi berkenaan dengan jumlah karbon yang terkandung di dalam zat warna *procion red* dapat dilihat pada Tabel 3 dan Lampiran 13.

Tabel 3. Hasil karakterisasi TOC *procion red* sebelum dan sesudah degradasi

No	sampel	konsentrasi (ppm)
1	<i>Procion red</i> sebelum degradasi	11,184
2	<i>Procion red</i> setelah degradasi	6,795

Berdasarkan Tabel 2 memperlihatkan bahwasanya jumlah karbon yang terkandung pada zat warna *procion red* sebelum didegradasi sebesar 11,184 mg/L dan pada zat warna *procion red* setelah didegradasi jumlah karbon yang terkandung sebesar 6,795 mg/L dan diperoleh efektifitas penurunan zat warna *procion red* sebesar 39,24 %. Terjadinya penurunan efektifitas zat warna *procion red* disebabkan *procion red* teroksidasi menjadi CO_2 dan H_2O . Dengan demikian, maka metode kopresipitasi ini dapat dipergunakan untuk melakukan pengurangan TOC dalam air.