

**STUDI ADSORPSI ZAT WARNA METILEN BIRU OLEH BIOMASSA  
*Nitzschia* sp. YANG DIIMMOBILISASI DENGAN  
SILIKA-MAGNETIT ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )**

**(Skripsi)**

**Oleh**

**MURNITA ANGGRAINI**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2017**

## ABSTRACT

### STUDY ADSORPTION OF METHYLENE BLUE DYE BY *Nitzschia* sp. BIOMASS IMMOBILIZED ON SILICA-MAGNETITE (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

By

**Murnita Anggraini**

This study has been synthesized of hybrid algae silica (HAS) and the hybrid algae silica magnetite from biomass *Nitzschia* sp algae (HASM). Material synthesis product is characterized using *infrared* spectrometer (*IR*) to identify functional groups, *X-Ray Diffraction (XRD)* to determine crystallography of HAS and HASM, *Scanning Electron Microscopy With Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)* to analyze the surface morphology and the constituent element. Adsorption methylene blue in HAS and HASM, chemical stability and ability to reuse was conducted using batch. The results of adsorption methylene blue by HAS and HASM was analyzed by *UV-Visible (UV-Vis)* spectrophotometer. The interactions of methylene blue with HAS and HASM optimum at pH 7 and 6 with methylene blue adsorbed by 97,891 and 98,431%. The kinetic data conformed to the pseudo second order kinetic model with the reaction rate of HAS and HASM respectively  $3,21 \times 10^{-4}$  and  $7,24 \times 10^{-4} \text{ g mg}^{-1} \text{ minute}^{-1}$ , isotherm adsorption conformed to the Freundlich isotherm model.

**Key word:** *Nitzschia* sp, Silica, TEOS, Hybrid Algae Silica, Magnetite, Methylene Blue

## ABSTRAK

### STUDI ADSORPSI ZAT WARNA METILEN BIRU OLEH BIOMASSA *Nitzschia* sp. YANG DIIMMOBILISASI DENGAN SILIKA-MAGNETIT (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

Oleh

**Murnita Anggraini**

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis hibrida alga silika (HAS) dan hibrida alga silika magnetit (HASM) dari biomassa alga *Nitzschia* sp. Material hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan Spektrofotometer *Infrared (IR)* untuk mengidentifikasi gugus fungsi, *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk menentukan tingkat kekristalan dari HASM dan *Scanning Electron Microscopy With Energi Dispersive X-Ray (SEM-EDX)* untuk menganalisis morfologi permukaan dan konstituen unsur. Adsorpsi metilen biru pada HAS dan HASM dilakukan dengan metode batch untuk mengetahui pH optimum, dan parameter adsorpsi metilen biru pada adsorben HAS dan HASM. Hasil adsorpsi metilen biru oleh HAS dan HASM dianalisis dengan spektrofotometer *UV-Visible (UV-Vis)*. Interaksi metilen biru dengan HAS dan HASM optimum pada pH 7 dan 6 dengan metilen biru teradsorpsi sebesar 97,891 dan 98,431% . Data kinetika adsorpsi metilen biru pada HAS dan HASM cenderung mengikuti model kinetika pseudo orde dua dengan laju adsorpsi masing-masing sebesar  $3,21 \times 10^{-4}$  dan  $7,24 \times 10^{-4}$  g mg<sup>-1</sup> menit<sup>-1</sup> sedangkan isoterm adsorpsi metilen biru pada HAS dan HASM cenderung mengikuti model isoterm Freundlich.

**Kata kunci** : *Nitzschia* sp, Silika, TEOS, Hibrida Alga Silika, Magnetit, Metilen Biru

**STUDI ADSORPSI ZAT WARNA METILEN BIRU OLEH BIOMASSA  
*Nitzschia* sp. YANG DIIMMOBILISASI DENGAN  
SILIKA-MAGNETIT ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )**

Oleh

**MURNITA ANGGRAINI**

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar  
SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDARLAMPUNG  
2017**

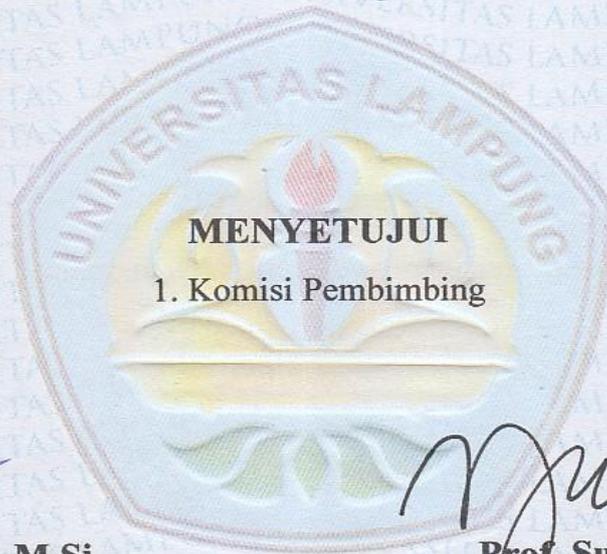
Judul Skripsi : **STUDI ADSORPSI ZAT WARNA METILEN BIRU  
OLEH BIOMASSA *Nitzschia* sp. YANG  
DIIMMOBILISASI DENGAN SILIKA MAGNETIT  
(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)**

Nama Mahasiswa : **Murnita Anggraini**

No. Pokok Mahasiswa : 1317011048

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

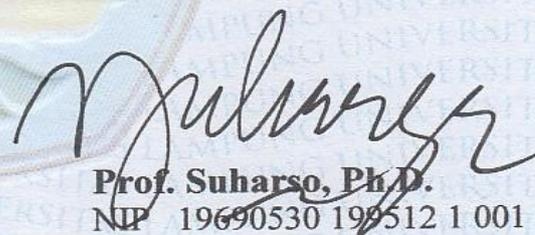


**MENYETUJUI**

1. Komisi Pembimbing



**Prof. Dr. Buhani, M.Si.**  
NIP 19690416 199403 2 003



**Prof. Suharso, Ph.D.**  
NIP 19690530 199512 1 001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA



**Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.**  
NIP 19740705 200003 1 001

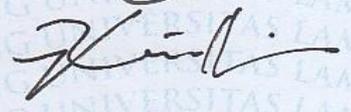
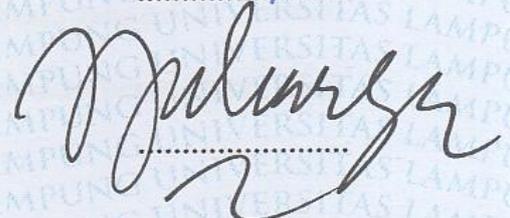
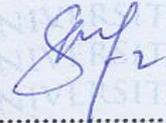
**MENGESAHKAN**

1. Tim Penguji

Ketua : **Prof. Dr. Buhani, M.Si.**

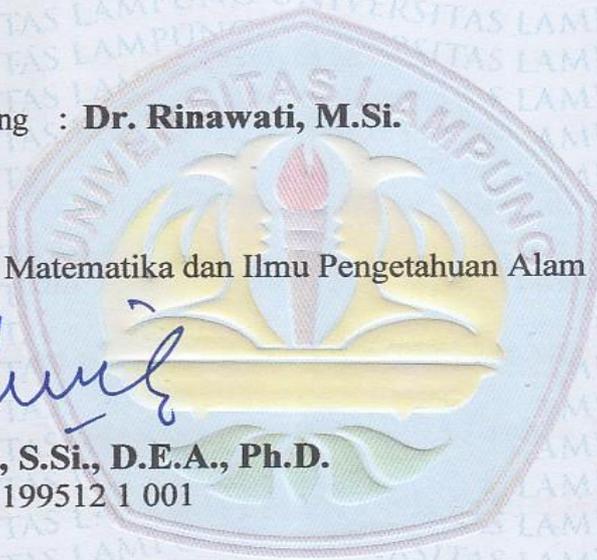
Sekretaris : **Prof. Suharso, Ph.D.**

Penguji  
Bukan Pembimbing : **Dr. Rinawati, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.**  
NIP. 19710212 199512 1 001



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **28 Juli 2017**

## RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Pringsewu, pada tanggal 01 Januari 1995, sebagai anak pertama dari dua bersaudara, putri dari Bapak Mujiono dan Ibu Patmi.

Jenjang pendidikan diawali dari Taman Kanak-kanak (TK) di TK Aisyah II Pringsewu diselesaikan pada tahun 2001. Sekolah Dasar (SD) di SDN 12 Pringsewu diselesaikan pada tahun 2007. Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMPN 1 Pringsewu diselesaikan pada tahun 2010, dan Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMAN 1 Pringsewu diselesaikan pada tahun 2013. Tahun 2013, penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Unila melalui jalur SBMPTN (Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri).

Pada tahun 2016 Penulis melakukan Praktek Kerja Lapangan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Jurusan Kimia FMIPA Unila di Bandar Lampung. Selama menjadi mahasiswa penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Dasar Agroteknologi, Kimia Dasar Kehutanan, Kimia Anorganik I, dan Kimia Anorganik II. Penulis juga aktif di Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) FMIPA Unila sebagai anggota Biro Kesekretariatan (Kestari) kepengurusan 2014-2015 dan 2015-2016.

## Motto

اللَّهُ سَبِيلٌ فِيهِ فَهُوَ الْعِلْمُ طَلَبٌ فِي جِ خَرٍ مَنْ

*'Barang siapa keluar untuk mencari ilmu maka dia berada di jalan Allah (HR. Jurmudzi)*

*Man Jadda Wa Jadda*

*Barang siapa yang bersungguh - sungguh akan mendapatkannya.*

عَمَلٌ كُلٌّ عَلَى يُعِينُ الصَّبْرُ

*Kesabaran itu dapat menolong segala pekerjaan*

*Sesungguhnya bersama kesukaran itu ada keringanan. Karena itu bila kau sudah selesai (mengerjakan yang lain). Dan berharaplah kepada Tuhanmu.*

*(Q.S Al Insyirah : 6-8)*

*Dan janganlah kamu berputus asa dari rahmat Allah. Sesungguhnya tiada berputus asa dari rahmat Allah melainkan orang-orang yang kufur (terhadap karunia Allah).*

*(Q.S. Yusuf: 87)*

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Dengan mengucapkan Alhamdulillahilalamin kepada Allah SWT  
yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang*

***Kupersembahkan karya sederhana ini kepada :***

*Kedua orang tuaku,  
Bapak (Mujiono) dan Ibu (Patmi) yang telah memberikan kasih dan  
sayang dan cintanya dalam semangat dan doa-doa indah untukku*

*Adik tersayang,  
Arie Cahyadi*

*Ibu Prof. Dr. Buhani, M.Si., Bapak Prof. Suharso, Ph.D., dan Ibu  
Dr. Rinawati, M.Si., atas bimbingannya selama saya mengerjakan  
penelitian dan tugas akhir, serta Bapak dan Ibu Dosen Jurusan  
Kimia FMIPA Unila yang telah memberikan ilmu pengetahuan  
selama menempuh pendidikan di kampus*

*Guru-guru yang selalu membagi ilmunya untukku*

*Seluruh sahabat terbaikku, atas segala dukungan dan doa yang  
diberikan*

*Radius Ufy Artha*

*Almamater tercinta*

## SANWACANA

Assalamu'alaikum Wr. Wb

*Alhamdulillahirobbil'alamiin*, segala puji dan syukur penulis haturkan kepada Allah SWT atas segala nikmat, anugrah, dan kasih sayang-Nya sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.

Skripsi dengan judul "**Studi Adsorpsi Zat Warna Metilen Biru Oleh Biomassa *Nitzschia* sp. Yang Diimmobilisasi Dengan Silika-Magnetit ( $Fe_3O_4$ )**" adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Dalam pelaksanaan dan penulisan skripsi ini tidak lepas dari kesulitan dan rintangan, namun itu semua dapat penulis lalui berkat rahmat dan ridho Allah SWT serta bantuan dan dorongan semangat dari orang-orang yang hadir di kehidupan penulis. Dalam kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih setulus-tulusnya kepada :

1. Ibu Prof. Dr. Buhani, M.Si., selaku pembimbing I penelitian yang telah banyak memberikan ilmu, nasihat, saran, motivasi, perhatian, serta kesabaran

dalam membimbing penulis dalam menyelesaikan skripsi ini dan selama menjadi mahasiswa.

2. Bapak Prof. Suharso, Ph.D., selaku pembimbing II penelitian yang telah memberikan kritik, saran, dan arahan kepada penulis sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
3. Ibu Rinawati selaku penguji penelitian yang telah memberikan semangat, kritik, saran, dan arahan kepada penulis sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
4. Bapak, Dr. Hardoko Indan Qudus, M.Si selaku Pembimbing Akademik atas kesediaannya untuk memberikan bimbingan, bantuan, nasehat, dan informasi yang bermanfaat kepada penulis.
5. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Y., M.T selaku ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila.
6. Bapak Prof. Warsito, S.Si., DEA., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Seluruh dosen FMIPA Unila yang telah mendidik dan memberikan ilmu pengetahuan yang sangat berguna kepada penulis selama kuliah. Seluruh staff administrasi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
8. Kedua orang tua yang sangat penulis cintai. Bapak Mujiono yang luar biasa dan selalu menjadi inspirasi dan semangat dalam segala hal. Terima kasih atas doanya yang tak putus dan segala bentuk pengorbanan. Ibu Patmi yang selalu memberikan kasih sayang, sabar dan selalu mendoakanku setiap waktu. Terima kasih atas nasehat dan doa yang selalu menyemangatkanku. Dengan

tulus dan rendah hati kuucapkan atas segala hal terbaik dan semua yang telah diberikan kepadaku serta bentuk pengorbanan.

9. Adikku satu-satunya, Arie Cahyadi yang kubanggakan, semoga bisa menyusul menjadi sarjana. Terima kasih atas doa dan dukungannya.
10. Kepada keluarga besar, terimakasih atas doa dan dukungannya selama ini.
11. Partner yang selalu setia mendampingi, Radius Uly Artha, terimakasih atas segala dukungan, motivasi dan doanya selama ini hingga bisa menyelesaikan pendidikan di jenjang S1 dengan baik. Big thanks, big love.
12. Sahabat-sahabatku Novista Aditya (Ocha), Riri Safitri (Icha), Eka Oktaviani (Echa), Reizka Aynun Syafani (Aiy), Alhamdulillah sekarang udah sarjana. Terimakasih atas kebersamaan, dukungan dan doanya sejak dulu. Juga buat Merlin Dianti temen sepermainan dari kecil, Alhamdulillah udah nyusul jadi sarjana.
13. Teman-teman seperjuangan penelitianku Fentri Hariyanti, Radho Al Kausar, Megafhit Puspitarini dan Melita Sari terima kasih ya atas segala bantuan kalian, sukses selalu untuk kita semua. Penghuni Adsorption Group, bu Rahmawati, juga kakak-kakak dari angkatan 2012 kak Rifki Husnul Khuluk, mba Indah Wahyu P, mba Indri Yani S, mba Siti Nurhalimah, terimakasih atas bimbingan dan sarannya, dari angkatan 2014 Asdini Virginia, Ana Devita Mutiara, Ismi Aditiya, Ferita Angriana, Fitria Luziana.
14. Teman-teman seperjuangan anorganik : Fentri Hariyanti, Radho Al Kausar, Megafhit Puspitarini, Melita Sari, Nur Hastriana, Anggi Widiawati, Indah Tri Yulianti, Fatimah, Ismi Ambalika, Febri Ardhiansyah, Nova Tri Irianti, Della Mita Andini, Kartika Agus Kusuma, Yulia Arizawati, Mita Sasta Viana, Eka

Setiososari, Awan Gunaefi dan Arief Aulia Rahman. Penghuni Lab Anor/Fisik yang lainnya, Widya Aryani M, Dewi Rumondang, Lindawati, Renita Susanti, Esti Sandra Pertiwi. Terima kasih untuk kebersamaan dan dukungan kalian selama menjalankan penelitian dan perkuliahan. Tetap semangat kawan, sukses selalu untuk kita semua.

15. Keluarga besar Chetir (Chemistry 13) yang selalu cetar, Anggun Ferliasari P, Antonius Wendy A, Arni Nadiya Ardelita, Awan Guanaefi, Christian Paul, Dewi Citra Ariani, Dian Tanti Ningsih, Eka Maharani, Erva Alhusna, Faradilla Dwi F, Fatimah, Fentri Hariyanti, Ferdian Dicky P, Gesa Gustami Pangesti, Ismi Ambalika, Khairunnis, Khomsatun Khasanah, Kurnia Oktaria, Lulu Nur R, M Sanubara Priamorta, Megafhit Puspitarini, Melita Sari, Mita Sasta Viana, Nita Yuliyah, Nur Hastriana, Nurma, Oci Rianti, Radho Al Kausar, Rezky Adji Pratama, Riska Martina, Riyan Wahyudi, Shelta Mei Inorisa, Siti Mudmainah, Sri Utami, Tika Cynthia, Veronika Netty K.M, Wahyuni Dewi Lestari, Yolanda Larasati, Yulia Arizawati, Yunitri Sianturi, Anggi Widiawati, Hermayana R.F.S, Indah Tri Yulianti, Tya Gita Putri Utami, Andreas Doddy Prabowo, Anita Sari, Arief Aulia Rahman, Aulia Pertiwi Tri Yuda, Badiatul Niqmah, Della Mita Andini, Dewi Rumondang, Dona Mailani Pangestika, Eka Setio Sosari, Ezra Rheinsky Tiarsa, Fathaniah Sejati, Febri Ardhiyansyah, Fera Lasriama Manalu, Fika Putri Aulia, Inggit Borisha, Kartika Agus Kusuma, Khalimatus Sadiyah, Korina Sarah S, Lindawati, M Ainurridha, Maya Retna Sari, Melia Tri Anggraini, Mia Permatasari, Monica Dhamayanti, Nessia Kurnia, Nova Tri Irianti, Nur Padila, Nurul Fatimah, Prasetyaning Tyas C, Renita Susanti, Rian Fadly

Amha, Riski Rahmadani, Shela Anggun Septiana, Sinta Dewi Oktariani, Siti Nabilla Shofa, Sri Wahyuni, Verdi Virgiawan, Vyna Ayu Ramadian S, Widya Aryani M, Yudha Ari Satria, Yunita Febrianti, Yuvica Oktaviana P, Vicka Andini, Esti Sandra Pertiwi, Inggit Borisha, Hernora Adis Parlina.

Terimakasih sudah menjadi keluarga kedua setelah keluarga dirumah.

Terimakasih atas segala bantuannya selama ini. Kami adalah satu, satu adalah kami.

16. Teman seperjuangan 40 hari di Pekon Gunung Meraksa, Ridwan Bhayangkara, Widya Aryani M, Erva Alhusna, Anggi Pratiwi, Eka W, Ayu Safitri. Terimakasih atas doa dan bantuannya selama ini.
17. Teman seperjuangan KWI 23, kakak pembimbing kak Ari Susanto dan mbak Khusnul Khotimah, Rio Adhitya Putra, Dona Mailani P, M. Sanubara Priamorta, Anita Sari, Efrizal, Nisa Mashenta, M. Irvan Kurniawan, Sally Khoirunisa, Sabti Martini, Roy Marulitua S, Selma Chintia, Letia Oktridiana, Vandu Riski, Nafistutaliah, Neta Oktavia, Tara Yunika F. Meskipun cuma pernah tinggal bareng kurang lebih seminggu tapi tetep masih akur sampe tahun keempat kuliah. Sukses selalu ya KWI 23.
18. Terimakasih untuk adik-adik 2014, 2015, dan 2016 yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu, semangat kuliahnya dan semoga segera menyusul.
19. Terimakasih untuk kakak-kakak angkatan 2011, 2010, 2009 yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu yang selalu memberikan kritik, semangat, dan segala pegalaman untuk penulis menjadi pribadi yang lebih baik lagi.
20. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam penyusunan skripsi ini. Terima kasih.

Akhir kata penulis menyadari bahwa skripsi ini masih kurang dari kesempurnaan. Penulis berharap semoga skripsi yang sederhana ini dapat berguna dan bermanfaat bagi kita semua.

Bandar Lampung, 31 Juli 2017

Penulis

**Murnita Anggraini**

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR ISI</b> .....	i
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	iv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	vi
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian .....	5
C. Manfaat Penelitian .....	6
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Biomassa Alga <i>Nitzschia</i> sp .....	7
B. Immobilisasi Biomassa Alga .....	10
C. Silika Gel .....	12
D. Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).....	13
E. Proses Sol-Gel.....	14
F. Metilen Biru.....	17
G. Adsorpsi .....	19
1. Kinetika Adsorpsi.....	21
2. Kapasitas Adsorpsi.....	23
H. Mekanisme Interaksi Metilen Biru dengan Adsorben .....	27
I. Karakterisasi .....	28
1. Spektrofotometer Inframerah (IR).....	28
2. Spektrofotometer <i>UV-Visible</i> (UV-Vis).....	29
3. Difraktometer Sinar-X (XRD) .....	31

4. <i>Scanning Electron Microscopy With Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)</i> .....	32
---	----

### III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat .....	34
B. Alat dan Bahan .....	35
C. Prosedur Penelitian.....	35
1. Penyiapan Biomassa Alga <i>Nitzschia</i> sp. ....	35
2. Sintesis Hibrida Alga <i>Nitzschia</i> sp. Silika (HAS) .....	36
3. Sintesis Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).....	36
4. Sintesis Hibrida Alga <i>Nitzschia</i> sp. Silika Magnetit (HASM) .....	37
5. Karakterisasi Material .....	37
6. Uji Adsorpsi .....	38
a. Penentuan pH Optimum .....	38
b. Laju Adsorpsi .....	38
c. Isoterm Adsorpsi .....	39

### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis .....	40
B. Karakterisasi.....	41
1. Karakterisasi Spektrofotometer Infra Merah ( <i>IR</i> ) .....	41
2. Karakterisasi dengan <i>XRD</i> .....	43
3. Karakterisasi dengan <i>SEM-EDX</i> .....	45
C. Uji Adsorpsi .....	47
1. Penentuan pH Optimum.....	47
2. Laju Adsorpsi .....	49
3. Isoterm Adsorpsi .....	52

### V. SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan.....	56
B. Saran.....	57

**DAFTAR PUSTAKA**

**LAMPIRAN**

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Nama dan struktur kimia kromofor.....	18
2. Hasil analisis gugus fungsi pada adsorben.....	43
3. Hasil analisis struktur kristal.....	45
4. Parameter kinetika adsorpsi metilen biru terhadap..... biomassa HAS dan HASM	52
5. Parameter isoterm adsorpsi metilen biru pada HAS dan HASM.....	54
6. Penentuan kurva standar metilen biru untuk variasi pH .....	70
7. Adsorpsi metilen biru pada adsorben HAS dengan variasi pH.....	70
8. Adsorpsi metilen biru pada adsorben HASM dengan variasi pH .....	71
9. Penentuan kurva standar metilen biru untuk variasi waktu kontak .....	71
10. Adsorpsi metilen biru pada adsorben HAS dengan variasi .....	72
waktu adsorpsi	
11. Adsorpsi metilen biru pada adsorben HASM dengan variasi.....	72
waktu adsorpsi	
12. Penentuan kurva standar metilen biru untuk variasi konsentrasi.....	72
13. Adsorpsi metilen biru pada adsorben HAS dengan variasi .....	73
konsentrasi metilen biru	
14. Adsorpsi metilen biru pada adsorben HASM dengan variasi.....	73
konsentrasi metilen biru	
15. Data perhitungan hasil kinetika pseudo orde satu pada HAS .....	74
terhadap metilen biru	

16. Data perhitungan hasil kinetika pseudo orde satu pada .....75  
HASM terhadap metilen biru
17. Data perhitungan hasil kinetika pseudo orde dua pada .....76  
HAS terhadap metilen biru
18. Data perhitungan hasil kinetika pseudo orde dua pada .....77  
HASM terhadap metilen biru
19. Data perhitungan menggunakan model persamaan Langmuir .....79  
pada adsorpsi metilen biru oleh HAS
20. Data perhitungan menggunakan model persamaan Langmuir .....80  
pada adsorpsi metilen biru oleh HASM
21. Data perhitungan menggunakan model persamaan Freundlich .....82  
pada adsorpsi metilen biru oleh HAS
22. Data perhitungan menggunakan model persamaan Freundlich .....83  
pada adsorpsi metilen biru oleh HASM

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. <i>Nitzschia</i> sp.....	8
2. Struktur <i>Nitzschia</i> sp. yang terimmobilisasi dalam silika gel .....	11
3. Struktur TEOS (tetraetilortosilikat) .....	16
4. Struktur metilen biru klorida .....	17
5. Model Isoterm Adsorpsi Langmuir.....	24
6. Model Isoterm Adsorpsi Freundlich .....	26
7. Mekanisme reaksi dari adsorpsi Metilen biru pada dinding sel .....	28
biomassa <i>Nitzschia</i> sp. yang diimmobilisasi dalam silika gel	
8. Spektra <i>IR</i> (a) Silika, (b) biomassa alga <i>Nitzschia</i> sp., .....	41
(c) HAS, dan (d) HASM	
9. Difraktogram (a) magnetit, (b) magnetit hasil sintesis, (c) HAS,.....	44
dan (d) HASM	
10. Mikrograf <i>SEM</i> (a) magnetit, (b) HAS, dan (c) HASM serta .....	46
spektrum <i>EDX</i> (d) magnetit, (e) HAS, dan (f) HASM	
11. Adsorpsi metilen biru pada HAS dan HASM dengan pH.....	47
yang bervariasi dari pH 3-8 pada konsentrasi metilen biru 100 mg L <sup>-1</sup> dan waktu kontak 60 menit	
12. Pengaruh waktu adsorpsi metilen biru oleh HAS dan HASM .....	49
13. Analisis kinetika pseudo orde satu pada HAS dan HASM .....	50
terhadap metilen biru	
14. Analisis kinetika pseudo orde dua pada HAS dan HASM.....	51
terhadap metilen biru	

15. Adsorpsi metilen biru dengan konsentrasi yang bervariasi.....	52
pada HAS dan HASM dengan waktu kontak 60 menit	
16. Kurva isoterm langmuir metilen biru oleh HAS dan HASM.....	53
17. Kurva isoterm Freundlich metilen biru oleh HAS dan HASM .....	54
18. Kurva hasil pengukuran panjang gelombang maksimum metilen biru ....	69
19. Kurva standar metilen biru untuk variasi pH .....	70
20. Kurva standar metilen biru untuk variasi waktu kontak .....	71
21. Kurva standar metilen biru untuk variasi konsentrasi.....	73
22. Pola kinetika pseudo orde satu pada HAS terhadap metilen biru.....	74
23. Pola kinetika pseudo orde satu pada HASM terhadap metilen biru .....	75
24. Pola kinetika pseudo orde dua pada HAS terhadap metilen biru .....	76
25. Pola kinetika pseudo orde dua pada HASM terhadap metilen biru.....	78
26. Pola isoterm adsorpsi menurut model Langmuir pada metilen .....	79
biru oleh HAS	
27. Pola isoterm adsorpsi menurut model Langmuir pada metilen .....	81
biru oleh HASM	
28. Pola isoterm adsorpsi menurut model Freundlich pada metilen.....	82
biru oleh HAS	
29. Pola isoterm adsorpsi menurut model Freundlich pada metilen.....	84
biru oleh HASM	

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Pencemaran air menjadi masalah yang serius di dunia saat ini. Penggunaan senyawa organik sintetik untuk keperluan industri memberikan dampak negatif bagi lingkungan seperti tercemarnya sumber daya air permukaan maupun sumber daya air tanah. Pencemar dari limbah industri antara lain adalah senyawa fenol, zat warna tekstil, pestisida, poliklorobinefil (PCB), trikloroetilen (TCE), dan senyawa aromatik lain atau senyawa organik lain yang telah ada dalam air akibat proses alami, misalnya asam humus di daerah rawa (Andayani dan Sumartono, 1999).

Zat warna dari industri tekstil adalah salah satu sumber yang paling penting dari kontaminasi lingkungan. Setelah pewarna masuk ke dalam air limbah, maka campuran tersebut menjadi lebih stabil dan lebih sulit untuk terurai karena struktur kimia kompleks yang terbentuk (Forgacs *et al.*, 2004). Hampir 10.000 jenis zat warna dengan jumlah yang lebih dari  $7 \times 10^5$  ton diproduksi setiap tahun. Sebanyak 10-15% dari zat warna hilang dalam eluen selama proses pewarnaan (Singh *et al.*, 2003).

Sekitar 15% dari total produksi zat warna di dunia digunakan oleh industri tekstil dan limbahnya dibuang ke lingkungan (Houas *et al.*, 2001). Hal ini akan memberi dampak negatif bagi lingkungan dan kesehatan. Meskipun zat warna hanya memberi kontribusi yang kecil terhadap total muatan organik dalam air limbah, tetapi keberadaannya akan memberikan tingkat warna yang tinggi. Selain itu, zat warna dapat menyebabkan kenaikan *Biological Oxygen Demand* (BOD) dan menularkan penyakit melalui air (Gupta *et al.*, 1988). Zat warna komersial yang digunakan dalam industri tekstil mempunyai toksisitas yang rendah dengan nilai *Lethal Concentration 50%* (LC50) kebanyakan 100 sampai 1000 mg L<sup>-1</sup> atau lebih besar. Meskipun demikian, zat warna yang membentuk ligan merupakan racun bagi mikroorganisme (Keshav and Vidya., 1984).

Salah satu zat warna yang banyak digunakan di industri adalah metilen biru. Menurut Lin *et al.* (2011), metilen biru banyak digunakan karena metilen biru merupakan zat warna dasar dan mempunyai kelarutan yang baik. Dalam proses pewarnaan, metilen biru yang terikat hanya sekitar 5% sedangkan sisanya 95% terbuang sebagai limbah, sehingga kontribusi masuk ke lingkungan perairan sangat besar. Hal ini dapat menyebabkan gangguan ekosistem dan penyakit seperti peningkatan denyut jantung, muntah, *quadriplegia*, tubuh kebiruan (akibat kekurangan oksigen dalam darah), hepatitis serta rusaknya jaringan sel pada manusia.

Beberapa cara penghilangan zat warna dan senyawa organik yang ada dalam limbah cair industri tekstil dapat dilakukan secara kimia, fisika, biologi ataupun

dua gabungan dari ketiganya. Salah satu cara yang berguna dalam pengendalian pencemaran air akibat adanya zat warna tekstil adalah melalui metode adsorpsi, karena banyaknya ketersediaan adsorben yang ada di alam dengan harga yang murah. Ada beberapa material yang biasanya digunakan sebagai adsorben seperti arang aktif, tanah diatomae, zeolit, bentonit, asam humat, dan silika. Teknik yang akan dilakukan dalam penelitian ini adalah pengurangan kadar zat warna metilen biru dengan memanfaatkan biomassa alga sebagai adsorben.

Pemilihan biomassa alga sebagai adsorben metilen biru dikarenakan alga memiliki kemampuan mengadsorpsi cukup baik (Gadd, 1990). Akan tetapi pemanfaatan mikroalga sebagai agen pengadsorpsi mempunyai kendala, yaitu mempunyai massa yang ringan. Kelemahan ini dapat diatasi dengan mengimmobilisasi biomassa dengan matriks pendukung seperti silika sehingga meningkatkan stabilitas kimia maupun fisika dari material tersebut.

Silika gel merupakan padatan pendukung yang banyak digunakan dalam proses adsorpsi karena stabil dalam keadaan asam dan memiliki daya tahan tinggi terhadap panas. Selain itu silika gel memiliki situs aktif berupa gugus silanol ( $\equiv\text{SiOH}$ ) dan siloksan ( $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ) pada permukaan. Adanya gugus  $-\text{OH}$  memberikan peluang secara luas untuk memodifikasi gugus tersebut menjadi gugus lain yang lebih aktif (Santos *et al.*, 2001). Silika gel digunakan sebagai matrik pendukung karena dapat menambah kekuatan mekanik dan luas permukaan dari adsorben hasil immobilisasi biomassa dengan silika itu.

Selain meningkatkan stabilitas kimia fisik adsorben melalui proses immobilisasi biomassa dengan silika, perlu juga dilakukan peningkatan kemampuan fisik dari adsorben hasil immobilisasi dengan silika sehingga dapat digunakan sebagai adsorben yang lebih efektif terhadap limbah cair dari industri yang mengandung bahan-bahan berbahaya seperti zat warna. Oleh sebab itu pada penelitian ini dilakukan modifikasi dengan teknik pelapisan partikel magnetit pada matriks pendukung seperti pelapisan silika-magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Metode ini merupakan salah satu teknik yang dapat mengatasi adanya gumpalan padatan tersuspensi (*flocculant*) dalam limbah industri yang diolah (Jeon, 2011; Peng *et al.*, 2010; Lin *et al.*, 2011). Penerapan teknik ini diharapkan akan meningkatkan kualitas fisik dan laju adsorpsinya, sehingga dapat digunakan sebagai adsorben yang lebih efektif terhadap zat warna dari limbah cair yang dihasilkan industri.

Pada penelitian ini digunakan biomassa *Nitzschia* sp. sebagai penyerap ion zat warna pada limbah industri. Alga ini merupakan salah satu mikroalga yang banyak dijumpai di perairan dan termasuk alga bersel tunggal. *Nitzschia* sp. mampu mengadsorpsi dalam keadaan hidup atau dalam sel mati (biomassa), karena adanya gugus fungsional yang dapat bertindak sebagai ligan yaitu  $-\text{COOH}$  dan juga gugus amina yang dapat berikatan dengan ion logam (Putra, 2006). Mikroalga ini mempunyai kecepatan pertumbuhan yang tinggi, mudah dibudidayakan, dan memiliki kadar lipid yang cukup tinggi (Chisti, 2007). Namun alga ini belum banyak digunakan sebagai adsorben, sehingga dalam penelitian ini akan dipelajari kemampuan adsorpsinya.

Berdasarkan uraian di atas, maka dalam penelitian ini dilakukan sintesis material hibrida alga silika melalui teknik pelapisan silika-magnet. Material yang diperoleh dikarakterisasi dengan spektrofotometer inframerah (IR) untuk analisis gugus fungsi, sedangkan untuk menentukan struktur kristal dari material tersebut menggunakan difraktometer sinar-X (XRD). Selain itu material yang diperoleh juga diuji sifat adsorpsinya untuk menentukan laju dan pola isoterm adsorpsi zat warna metilen biru. Kadar metilen biru yang teradsorpsi pada adsorben dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer *UV-Visible*.

## **B. Tujuan Penelitian**

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, maka penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut :

1. Mempelajari cara sintesis dan karakterisasi hibrida alga silika (HAS) dan hibrida alga silika-magnetit (HASM) dari biomassa *Nitzschia* sp.
2. Mempelajari pengaruh pH, waktu dan konsentrasi pada metilen biru yang teradsorpsi oleh HAS dan HASM dari biomassa *Nitzschia* sp.
3. Menentukan laju dan isoterm adsorpsi zat warna metilen biru pada HAS dan HASM dari biomassa *Nitzschia* sp.

### **C. Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat penelitian ini untuk memberikan informasi tentang proses immobilisasi alga *Nitzschia* sp. silika dengan pelapisan magnetit dan penggunaannya sebagai adsorben zat warna metilen biru dari limbah sehingga dapat diaplikasikan di lingkungan dalam rangka mengurangi pencemaran zat warna.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Biomassa Alga *Nitzschia* sp.

Alga merupakan salah satu mikroorganisme yang hidup di daerah perairan dan berperan sebagai sumberdaya alam hayati laut yang bernilai ekonomis serta memiliki peranan ekologis sebagai produsen dalam rantai makanan dan tempat pemijahan biota-biota laut (Bold and Wyne, 1985). Alga memiliki bentuk dan ukuran yang beranekaragam, ada yang mikroskopis, bersel satu, berbentuk benang/pita atau berbentuk lembaran.

Adapun alga yang digunakan pada penelitian ini adalah *Nitzschia* sp., dalam ekosistem perairan, *Nitzschia* sp. berperan penting sebagai produsen primer. Mikroalga ini banyak digunakan sebagai pakan alami bagi larva organisme laut seperti krustacea, bivalvia, dan ikan (Isnansetyo and Kurniastuty, 1995). Selain sebagai pakan alami bagi organisme laut, mikroalga *Nitzschia* juga salah satu jenis organisme penghasil lipid yang potensial untuk dikembangkan sebagai bahan dasar pembuatan biodiesel (Campbell, 2008). Mikroalga ini mempunyai kecepatan pertumbuhan yang tinggi, mudah dibudidayakan, dan memiliki kadar lipid yang cukup tinggi (Chisti, 2007).

Klasifikasi *Nitzschia* sp. adalah sebagai berikut :

Phyllum : *Chrysophyta*

Kelas : *Bacillariophyceae (Diatoms)*

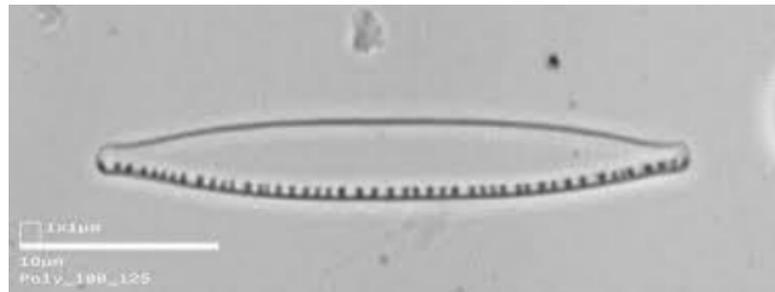
Ordo : *Pennales*

Sub ordo : *Biraphidineaea*

Famili : *Nitzschiaceaea*

Genus : *Nitzschia*

Spesies : *Nitzschia* sp.



**Gambar 1.** *Nitzschia* sp.

*Nitzschia* sp. merupakan diatom yang termasuk alga bentik, mempunyai ciri-ciri antara lain bentuk sel memanjang dengan satu setae yang panjang disetiap ujungnya, mempunyai dinding sel yang tipis dan ukuran sel berkisar antara 10-40  $\mu\text{m}$  (Valentina *et al.*, 2007). *Nitzschia* sp. memiliki kandungan protein 33%, lemak 21%, dan karbohidrat (serat kasar) 28% (Isnansetyo and Kurniastuty, 1995).

Secara umum, keuntungan pemanfaatan alga sebagai bioindikator dan biosorben adalah :

1. Alga mempunyai kemampuan yang cukup tinggi dalam mengadsorpsi karena di dalam alga terdapat gugus fungsi karboksil, hidroksil, amina, sulfidril imadazol, sulfat, dan sulfonat yang terdapat dalam dinding sel dalam sitoplasma.
2. Bahan bakunya mudah didapat dan tersedia dalam jumlah banyak.
3. Biaya operasional yang rendah.
4. Tidak perlu nutrisi tambahan.

Alga dapat dimanfaatkan sebagai bioindikator logam berat karena dalam proses pertumbuhannya, alga membutuhkan sebagai jenis logam sebagai nutrient alami, sedangkan ketersediaan logam di lingkungan sangat bervariasi. Suatu lingkungan yang memiliki tingkat kandungan logam berat yang melebihi jumlah yang diperlukan, dapat mengakibatkan pertumbuhan alga terhambat, sehingga dalam keadaan ini eksistensi logam dalam lingkungan adalah polutan bagi alga. Dan adapun syarat utama suatu alga sebagai bioindikator adalah harus memiliki daya tahan tinggi terhadap toksisitas akut maupun toksisitas kronis.

Pemanfaatan biomassa alga terkadang memiliki beberapa kelemahan yaitu ukurannya yang sangat kecil, berat jenis yang rendah dan strukturnya mudah rusak akibat degradasi oleh mikroorganisme lain (Harris and Rammelow, 1990). Untuk mengatasi kelemahan tersebut berbagai upaya dilakukan, diantaranya dengan mengimmobilisasi biomasanya. Immobilisasi biomassa dapat dilakukan dengan menggunakan:

1. Matrik polimer seperti polietilena, glikol dan akrilat.

2. Oksida seperti alumina dan silika.
3. Campuran oksida seperti kristal aluminasilikat, asam polihetero, dan Karbon.

Berbagai mekanisme yang berbeda telah dilakukan untuk mengikat antara ion logam dengan alga/biomassa seperti pertukaran ion, pembentukan kompleks koordinasi, pengendapan mikro, dan adsorpsi.

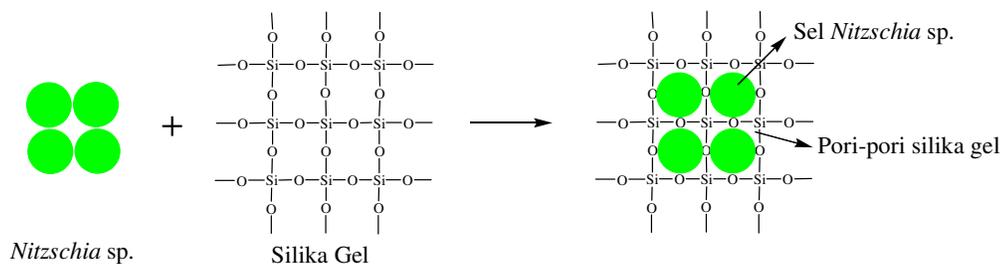
## **B. Immobilisasi Biomassa Alga**

Pemanfaatan biomassa alga terkadang memiliki beberapa kelemahan yaitu ukurannya yang sangat kecil, berat jenis yang rendah, dan strukturnya mudah rusak akibat degradasi oleh mikroorganisme lain. Untuk mengatasi kelemahan tersebut berbagai upaya dilakukan, diantaranya dengan mengimmobilisasi biomasanya. Immobilisasi biomassa dapat dilakukan dengan menggunakan matriks polimer seperti polietilena, glikol, dan akrilat, oksida seperti alumina, silika, dan campuran oksida seperti kristal aluminasilikat, asam polihetero, dan karbon (Harris and Rammelow, 1990).

Untuk meningkatkan kestabilan biomassa alga sebagai adsorben, pada penelitian ini dilakukan immobilisasi dengan matriks pendukung menggunakan silika gel. Silika gel merupakan salah satu adsorben yang paling sering digunakan dalam proses adsorpsi. Hal ini disebabkan oleh mudahnya silika diproduksi dan sifat permukaan (struktur geometri pori dan sifat kimia pada permukaan) dan dapat

dengan mudah dimodifikasi (Fahmiati *et al.*, 2004).

Agar laju dan kapasitas adsorben meningkat dalam mengadsorpsi metilen biru, maka dilakukan teknik pelapisan silika dengan magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Penambahan magnetit ini dapat meningkatkan stabilitas adsorben dengan jalan melapisi permukaan silika dengan magnetit secara *in-situ*. Lapisan permukaan silika diharapkan berfungsi sebagai perisai terhadap pengaruh lingkungan, sehingga magnetit lebih stabil. Pertama, karena silika yang melapisi permukaan nanopartikel magnetit menghalangi gaya tarik-menarik magnetit dipolar antar partikel, sehingga terbentuk partikel yang mudah terdispersi di dalam media cair dan terlindungi dari kerusakan dalam suasana asam. Kedua, terdapatnya gugus silanol dalam jumlah besar pada lapisan silika mempermudah aktivasi magnetit. Gugus silanol menjadi tempat terikatnya berbagai gugus fungsi seperti karbonil, biotin, avidin, dan molekul lainnya sehingga memudahkan aplikasi magnetit terutama di bidang biomedis. Selain itu, lapisan silika memberikan sifat *inert* yang berguna bagi aplikasi pada sistem biologis (Pankhurst *et al.*, 2003; Deng, 2005).



**Gambar 2.** Struktur *Nitzschia* sp. yang terimmobilisasi dalam silika gel (Triyatno, 2004).

### C. Silika Gel

Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatannya sangat luas seperti di bidang elektronik, mekanik, medis, dan seni. Silika juga dimanfaatkan sebagai bahan penyerap kadar air di udara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran serta untuk membuat keramik seni. Silika gel merupakan salah satu adsorben yang paling sering digunakan dalam proses adsorpsi (Fahmiati *et al.*, 2004). Silika gel termasuk dalam silika amorf yang beragregasi membentuk partikel yang lebih besar (1-2,5  $\mu\text{m}$ ) membentuk kerangka tiga dimensi. Silika amorf dapat juga digunakan sebagai pendukung katalis karena luas permukaan yang besar dan porositasnya tinggi (Amaria dan Henny, 2007).

Silika amorf terbentuk ketika silikon teroksidasi secara termal. Silika amorf terdapat dalam beberapa bentuk yang tersusun dari partikel-partikel kecil yang kemungkinan ikut tergabung. Biasanya silika amorf mempunyai kerapatan 2,21 g/cm (Hartono dkk, 2002). Oscik (1982) mengemukakan bahwa sifat silika gel bergantung pada orientasi dari ujung tempat gugus hidroksil berkombinasi. Susunan permukaan  $\text{SiO}_4$  tetrahedral yang tidak teratur dan beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang terbentuk karena kondensasi asam ortosilikat. Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation  $\text{Si}^{4+}$  yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion  $\text{O}^{2-}$ . Rumus kimia silika gel secara umum adalah  $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  (Oscik, 1982).

Silika gel dalam penggunaannya memiliki kelemahan seperti pada rendahnya efektivitas dan selektivitas permukaan sehingga silika gel tidak mampu berfungsi

sebagai adsorben yang efektif. Hal ini terjadi karena situs aktif yang ada hanya berupa gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Akan tetapi kekurangan ini dapat diatasi dengan memodifikasi permukaan dengan menggunakan situs aktif yang sesuai untuk mengadsorpsi senyawa yang dikehendaki. Oleh karena itu, perlu ditambahkan gugus aktif tertentu pada permukaan silika gel. Modifikasi silika dilakukan dengan mendesain molekul menggunakan agen silan sebagai prekursor untuk membentuk permukaan baru pada silika gel yang mengandung molekul organik (Buhani *et al.*, 2009). Silika gel mampu berikatan dengan senyawa organik yang memiliki afinitas baik terhadap atom Si atau terhadap atom O (Ishizaki *et al.*, 1998). Agen pemodifikasi dapat berinteraksi dengan silika gel melalui interaksi fisik dan kimia. Permukaan silika gel dapat dimodifikasi secara fisika dengan tujuan untuk mengubah perbandingan konsentrasi gugus silanol dan siloksan atau secara kimia yang bertujuan untuk mengubah karakterisasi kimia permukaan silika gel.

#### **D. Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)**

Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) atau oksida besi hitam merupakan oksida besi yang paling kuat sifat magnetisnya yang saat ini menarik perhatian para ilmuwan dan rekayasawan untuk mempelajarinya secara intensif (Teja dan Koh, 2008). Magnetit yang berukuran nano banyak dimanfaatkan pada proses-proses industri (misalnya sebagai tinta cetak, pigmen pada kosmetik) dan pada penanganan masalah-masalah lingkungan (misalnya sebagai *magnetic carrier precipitation process* untuk menghilangkan anion atau pun ion logam dari air dan air limbah).

Nanopartikel magnetit juga dimanfaatkan dalam bidang biomedis baik secara *in vivo* (di dalam tubuh) maupun *in vitro* (di luar tubuh), misalnya sebagai agen magnetis pada aplikasi-aplikasi *biomolecule separation*, *drug delivery system*, *hyperthermia therapy*, maupun sebagai *contrast agent* pada *magnetic Resonance Imaging* (Cabrera dkk, 2007).

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dihasilkan dari endapan campuran FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O dalam suasana basa (dengan kehadiran NH<sub>4</sub>Cl), reaksinya menurut Dung *et al.*, (2009) adalah sebagai berikut :



Secara umum reaksinya:  $2\text{Fe}^{3+} + \text{Fe}^{2+} + 8\text{OH}^- \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 + 4\text{H}_2\text{O}$

Magnetit nanopartikel digunakan untuk melapisi beberapa surfaktan untuk anti penggumpalan yang diakibatkan oleh interaksi dipol magnet antara partikel.

Magnetit nanopartikel biasanya terdiri dari pusat magnet dan cangkang polimer yang mempunyai gugus fungsi yang aktif dan istimewa untuk berbagai aplikasi.

Aplikasi yang paling terkenal dari teknologi magnetik yaitu kromatografi bioafinitas, penanggulangan limbah air, penghentian enzim atau biomolekul lain, dan preparasi uji imunologi.

### **E. Proses Sol-gel**

Proses sol-gel telah banyak dikembangkan terutama untuk pembuatan hibrida, kombinasi oksida anorganik (terutama silika) dengan alkoksasilan. Proses ini

didasarkan pada prekursor molekular yang dapat mengalami hidrolisis, kebanyakan merupakan alkoksida logam atau semi logam. Menurut Schubert dan Husing (2000) proses sol-gel merupakan proses yang dapat digambarkan sebagai pembentukan suatu jaringan oksida melalui reaksi polikondensasi yang progresif dari molekul prekursor dalam medium cair atau merupakan proses untuk membentuk material melalui suatu sol, *gelation* dari sol dan akhirnya penghilangan pelarut.

Prose sol-gel berlangsung melalui langkah-langkah sebagai berikut:

1. Hidrolisis dan kondensasi
2. *Gelation* (transisi sol-gel)
3. *Aging* (pertumbuhan gel)
4. *Drying* (pengeringan)

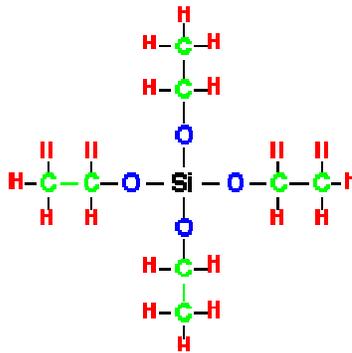
Melalui polimerisasi kondensasi akan terbentuk dimer, trimer dan seterusnya sehingga membentuk bola-bola polimer. Sampai pada ukuran tertentu (diameter sekitar 1,5 nm) dan disebut sebagai partikel silika primer. Gugus silanol permukaan partikel bola polimer yang berdekatan akan mengalami kondensasi disertai pelepasan air sampai terbentuk partikel sekunder dengan diameter sekitar 4,5 nm. Pada tahap ini larutan sudah mulai menjadi gel ditandai dengan bertambahnya viskositas. Gel yang dihasilkan masih sangat lunak, tidak kaku dan disebut *alkogel*. Tahap selanjutnya adalah proses pembentukan gel. Pada tahap ini, kondensasi antara bola-bola polimer terus berlangsung membentuk ikatan siloksan menyebabkan menurunnya jari-jari partikel sekunder dari 4,5 nm menjadi

4 nm dan akan teramati penyusutan *alkogel* yang diikuti dengan berlangsungnya eliminasi larutan garam. Tahap akhir pembentukan silika gel adalah *xerogel* yang merupakan fasa silika yang telah mengalami pencucian dan pemanasan.

Pemanasan pada temperatur 110°C mengakibatkan dehidrasi pada *hidrogel* dan terbentuknya silika gel dengan struktur  $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  (Enymia dan Sulistriani, 1998).

Produk akhir yang dihasilkan berupa bahan amorf dan keras yang disebut silika gel kering.

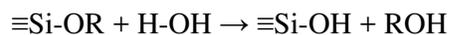
Pada proses sol-gel, bahan dasar yang digunakan untuk membentuk silika dapat berupa logam alkoksida seperti TEOS (tetraetilortosilikat). TEOS mudah terhidrolisis oleh air dan mudah digantikan oleh gugus OH. Selanjutnya silanol (Si-OH) direaksikan antara keduanya atau direaksikan dengan gugus alkoksida non-hidrolisis untuk membentuk ikatan *siloxane* (Si-O-Si) dan mulailah terbentuk jaringan silika.



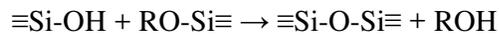
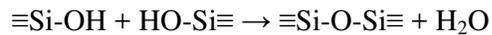
**Gambar 3.** Struktur TEOS (tetraetilortosilikat)

Reaksi pada proses sol-gel dapat dilihat pada persamaan berikut:

Hidrolisis



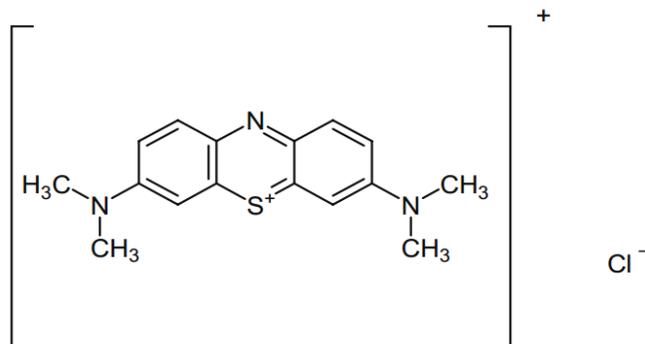
Polikondensasi



(Brinker and Scherer, 1990).

## F. Metilen Biru

Metilen biru memiliki rumus kimia  $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{S}^+\text{Cl}^-$ , merupakan senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan termasuk zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat. Pada umumnya metilen biru digunakan sebagai pewarna sutra, *wool*, tekstil, kertas, peralatan kantor, dan kosmetik. Senyawa ini berupa kristal berwarna hijau gelap. Ketika dilarutkan, metilen biru dalam air atau alkohol akan menghasilkan larutan berwarna biru. Metilen biru memiliki berat molekul 319,86 gr/mol, dengan titik lebur  $105^\circ\text{C}$  dan daya larut sebesar  $4,36 \times 10^4$  mg/L (Palupi, 2006). Konsentrasi metilen biru yang berada dalam larutan dapat dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm (Hong *et al.*, 2009; Gao *et al.*, 2013; Hussin *et al.*, 2015).



**Gambar 4.** Struktur metilen biru klorida

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna. Zat organik tidak jenuh yang dijumpai dalam pembentukan zat warna adalah senyawa aromatik antara lain senyawa hidrokarbon aromatik dan turunannya, fenol dan turunannya serta senyawa-senyawa hidrokarbon yang mengandung nitrogen (Manurung dkk., 2004).

Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna.. Kromofor zat warna reaktif biasanya merupakan sistem azo dan antrakuinon dengan berat molekul relatif kecil. Daya serap terhadap serat tidak besar sehingga zat warna yang tidak bereaksi dengan serat mudah dihilangkan. Gugus-gugus penghubung dapat mempengaruhi daya serap dan ketahanan zat warna terhadap asam atau basa. Gugus-gugus reaktif merupakan bagian-bagian dari zat warna yang mudah lepas. Dengan lepasnya gugus reaktif ini, zat warna menjadi mudah bereaksi dengan serat kain pada pakaian. Pada umumnya agar reaksi dapat berjalan dengan baik maka diperlukan penambahan alkali atau asam sehingga mencapai pH tertentu (Manurung dkk., 2004).

**Tabel 1.** Nama dan struktur kimia kromofor

Nama Gugus	Struktur Kimia
Nitroso	NO atau (-N-OH)
Nitro	NO <sub>2</sub> atau (NN-OOH)
Grup Azo	-N=N-
Grup Etilen	-C=C-
Grup Karbonil	-CO-
Grup Karbon-Nitrogen	-C=NH ; CH=N-
Grup Karbon-Sulfur	-C=S ; -C-S-S-C-

(Manurung dkk., 2004).

## G. Adsorpsi

Adsorpsi merupakan fenomena yang terjadi pada permukaan. Adsorpsi secara umum didefinisikan sebagai akumulasi sejumlah molekul, ion atau atom yang terjadi pada batas antara dua fasa (Alberty and Daniel, 1987). Fasa yang menyerap disebut adsorben dan fasa yang terserap disebut adsorbat. Kebanyakan adsorben adalah bahan-bahan yang memiliki pori karena adsorpsi berlangsung terutama pada dinding-dinding pori atau pada letak-letak tertentu di dalam adsorben.

Gaya tarik-menarik dari suatu padatan dibedakan menjadi dua jenis gaya, yaitu gaya fisika dan gaya kimia yang masing-masing menghasilkan adsorpsi fisika (*physisorption*) dan adsorpsi kimia (*chemisorption*) (Oscik, 1982). Adsorpsi fisika adalah proses interaksi antara adsorben dengan adsorbat yang melibatkan gaya-gaya antar molekul seperti gaya van der Waals, sedangkan adsorpsi kimia terjadi jika interaksi adsorben dan adsorbat melibatkan pembentukan ikatan kimia. Dalam proses adsorpsi melibatkan berbagai macam gaya yakni gaya van der Waals, gaya elektrostatik, ikatan hydrogen serta ikatan kovalen (Martell and Hancock, 1996).

Dalam adsorpsi fisika, molekul-molekul teradsorpsi pada permukaan dengan ikatan yang lemah. Adsorpsi ini umumnya bersifat reversibel sehingga substansi yang telah teradsorpsi relatif mudah dilepaskan kembali dengan cara menurunkan tekanan gas atau konsentrasi zat terlarut. Energi yang menyertai fisisorpsi adalah

rendah berkisar antara 10 kJ/mol dan lebih rendah dari energi adsorpsi kimia (Adamson, 1990).

Pada adsorpsi kimia terjadi pembentukan dan pemutusan ikatan, sehingga energi adsorpsinya berada pada kisaran yang sama dengan reaksi kimia. Ikatan antara adsorben dan adsorbat cukup kuat sehingga tidak terjadi spesiasi, karena zat teradsorpsi menyatu dengan adsorben membentuk lapisan tunggal dan relatif reversibel. Batas minimal suatu adsorpsi dikategorikan sebagai kemisorpsi adalah memiliki harga energi adsorpsi sebesar 20,92 kJ/mol (Adamson, 1990). Energi yang menyertai adsorpsi kimia relatif tinggi yaitu berkisar 42-420 kJ/mol. Ini diperkuat oleh studi spektroskopi bahwa terjadi transfer elektron dan terbentuk ikatan kimia antara adsorben dan adsorbat.

Menurut Shaw (1980), proses adsorpsi larutan secara teoritis umumnya berlangsung lebih rumit dibandingkan proses adsorpsi pada gas, uap atau cairan murni. Hal ini disebabkan pada adsorpsi larutan melibatkan persaingan antara komponen larutan dengan situs adsorpsi. Proses adsorpsi larutan dapat diperkirakan secara kualitatif dari polaritas adsorben dan komponen penyusun larutan. Kecenderungan adsorben *polar* lebih kuat menyerap adsorbat *polar* dibandingkan adsorbat *non-polar*, demikian sebaliknya. Kelarutan adsorbat dalam pelarut merupakan faktor yang menentukan dalam proses adsorpsi, umumnya substansi hidrofilik sukar teradsorpsi dalam larutan encer.

Adsorpsi suatu zat dari larutan berbeda dengan adsorpsi zat secara individu, sebab larutan minimal mengandung dua komponen yang dapat membentuk lapisan yang

teratur pada permukaan adsorben. Jika permukaan adsorben dan larutan telah jenuh dengan molekul adsorbat maka hanya terjadi penggantian satu komponen oleh komponen lainnya.

### **1. Kinetika Adsorpsi**

Kinetika adalah deskripsi laju reaksi. Kinetika adsorpsi tergantung pada luas permukaan partikel. Urutan reaksi mendefinisikan ketergantungan laju reaksi pada konsentrasi spesies yang bereaksi. Orde reaksi ditentukan secara empiris, tetapi tidak berkaitan dengan stoikiometri reaksi. Sebaliknya, kinetika diatur oleh proses mekanisme, yaitu dengan jumlah spesies yang bertabrakan untuk terjadinya reaksi. Selain itu, kinetika juga dapat digunakan untuk menentukan kecepatan adsorpsi yang berlangsung dan menentukan kapasitas keseimbangan yang dapat dimanfaatkan dalam situasi yang dinamis dan praktis. Tingkat adsorpsi keseluruhan dipengaruhi oleh perubahan sifat dan komponen pelarut, serta ukuran partikel dan suhu. Kinetika reaksi adsorpsi juga tergantung pada gugus fungsional dan konsentrasi. Tingginya tingkat substitusi gugus fungsional pada polimer inert dapat meningkatkan laju reaksi keseluruhan (Allen *et al.*, 2004).

Analisa kinetika didasarkan pada kinetika reaksi terutama pseudo orde pertama atau mekanisme pseudo pertama bertingkat. Untuk meneliti mekanisme adsorpsi, konstanta kecepatan reaksi sorpsi kimia, digunakan persamaan sistem pseudo order pertama oleh Lagergren dan mekanisme pseudo order kedua (Buhani *et al.*, 2010). Model kinetik (pseudo urutan pertama dan persamaan orde dua) dapat digunakan dengan asumsi bahwa konsentrasi diukur sama dengan konsentrasi

permukaan adsorben. Tingkat persamaan urutan pertama Lagergren adalah salah satu yang paling banyak digunakan untuk adsorpsi zat terlarut dari larutan cair (Liu *et al.*, 2004).

Untuk konstanta laju kinetika pseudo orde satu:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t) \quad (1)$$

Dengan  $q_e$  adalah jumlah ion yang teradsorpsi (mg/g) pada waktu keseimbangan,  $q_t$  adalah jumlah ion yang teradsorpsi pada waktu  $t$  (menit),  $k_1$  adalah konstanta kecepatan adsorpsi ( $\text{jam}^{-1}$ ). Integrasi persamaan ini dengan kondisi batas  $t=0$  sampai  $t=t$  dan  $q_t = q_t$ , memberikan:

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (2)$$

Dengan menggunakan regresi linear dan mengalurkan  $\ln(q_e - q_t)$  terhadap  $t$  diperoleh konstanta  $k_1$ . Untuk konstanta kecepatan reaksi order kedua proses kemisorpsi:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (3)$$

Integrasi persamaan ini dengan kondisi batas  $t = 0$  sampai  $t = t$  dan  $q_t = 0$  sampai  $q_t = q_t$ , memberikan:

$$\frac{1}{(q_e - q_t)} = \frac{1}{q_e} + k_2 t \quad (4)$$

Dengan  $k_2$  konstanta keseimbangan order kedua kemisorpsi (g/mg.jam). Model kinetika order kedua dapat disusun untuk mendapatkan bentuk linear :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (5)$$

(Soeprijanto dan Bambang, 2006).

## 2. Kapasitas Adsorpsi

Model kesetimbangan adsorpsi yang sering digunakan untuk menentukan kesetimbangan adsorpsi adalah isotermal Langmuir dan Freundlich.

- **Model Adsorpsi Langmuir**

Menurut Oscik (1982), teori Langmuir menjelaskan bahwa pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu situs aktif yang sebanding dengan luas permukaan. Setiap situs aktif hanya satu molekul yang dapat diadsorpsi.

Ikatan antara zat yang teradsorpsi dengan adsorben dapat terjadi secara fisika atau secara kimia. Ikatan tersebut harus cukup kuat untuk mencegah perpindahan molekul yang telah teradsorpsi sepanjang permukaan adsorben.

Model adsorpsi isoterm Langmuir dapat dinyatakan dalam persamaan:

$$\frac{C}{m} = \frac{1}{bK} + \frac{1}{b} C \quad (6)$$

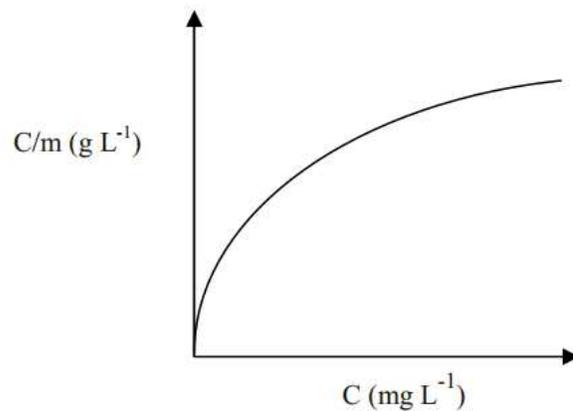
dimana  $C$  adalah konsentrasi kesetimbangan,  $m$  adalah jumlah zat yang teradsorpsi per gram adsorben,  $b$  adalah kapasitas adsorpsi dan  $K$  adalah tetapan kesetimbangan adsorpsi. Dengan kurva linier hubungan antara  $C/m$

versus  $C$ , maka dapat ditentukan nilai  $b$  dari kemiringan (*slop*) dan  $K$  dari intersep kurva. Energi adsorpsi ( $E_{ads}$ ) yang didefinisikan sebagai energi yang dihasilkan apabila satu mol zat teradsorpsi dalam adsorben dan nilainya ekuivalen dengan nilai negatif dari perubahan energi bebas Gibbs standar,  $\Delta G^0$ , dapat dihitung menggunakan persamaan:

$$\Delta G_{ads} = -\Delta G^0 = RT \ln K \quad (7)$$

Dengan  $R$  adalah tetapan gas umum (8,314 J/mol K),  $T$  temperatur (K) dan  $K$  adalah tetapan kesetimbangan adsorpsi yang diperoleh dari persamaan Langmuir dan energi total adsorpsi adalah sama dengan energi bebas Gibbs (Oscik, 1982).  $\Delta G$  sistem negatif artinya adsorpsi beralangsur spontan.

Sehingga dapat dibuat grafik sebagai berikut:



**Gambar 5.** Model Isoterm Adsorpsi Langmuir (Husin and Rosnelly, 2007).

- **Model Adsorpsi Freundlich**

Model isoterm Freundlich menjelaskan bahwa proses adsorpsi pada bagian permukaan adalah heterogen dimana tidak semua permukaan adsorben mempunyai daya adsorpsi. Model isoterm Freundlich menunjukkan lapisan adsorbat yang terbentuk pada permukaan adsorben adalah *multilayer*. Hal tersebut berkaitan dengan ciri-ciri dari adsorpsi secara fisika dimana adsorpsi dapat terjadi pada banyak lapisan (*multilayer*) (Husin and Rosnelly, 2007).

Asumsi yang digunakan :

- Tidak ada asosiasi dan disosiasi molekul-molekul adsorbat setelah teradsorpsi pada permukaan padatan.
- Hanya berlangsung mekanisme adsorpsi secara fisis tanpa adanya adsorpsi kimia.
- Permukaan padat bersifat heterogen (Noll *et al.*, 1992).

Bentuk persamaan Freundlich adalah sebagai berikut:

$$Q_e = K_f C_e^{\frac{1}{n}} \quad (8)$$

Dimana:

$Q_e$  = Banyaknya zat yang terserap per satuan berat adsorben (mol/g)

$C_e$  = Konsentrasi adsorbat pada saat kesetimbangan (mol/L)

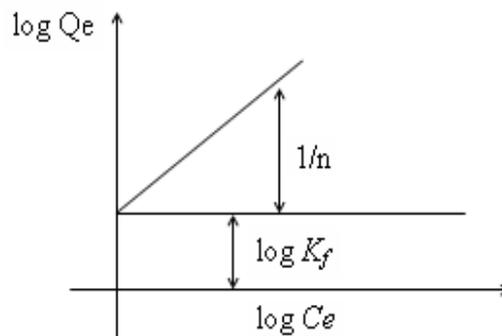
$n$  = Kapasitas adsorpsi maksimum (mol/g)

$K_f$  = Konstanta freundlich (L/mol)

Persamaan di atas dapat diubah kedalam bentuk linier dengan mengambil bentuk logaritmanya:

$$\log Q_e = \log K_f + \frac{1}{n} \log C_e \quad (9)$$

Sehingga dapat dibuat Grafik sebagai berikut:



**Gambar 6.** Model Isoterm Adsorpsi Freundlich

Bentuk linear dapat digunakan untuk menentukan kelinearan data percobaan dengan cara mengplotkan  $C/Q$  terhadap  $C_e$ . Konstanta Freundlich  $K_f$  dapat diperoleh dari kemiringan garis lurus dan  $1/n$  merupakan harga slop. Bila  $n$  diketahui  $K_f$  dapat dicari, semakin besar harga  $K_f$  maka daya adsorpsi akan semakin baik dan dari harga  $K_f$  yang diperoleh, maka energi adsorpsi akan dapat dihitung (Rousseau, 1987).

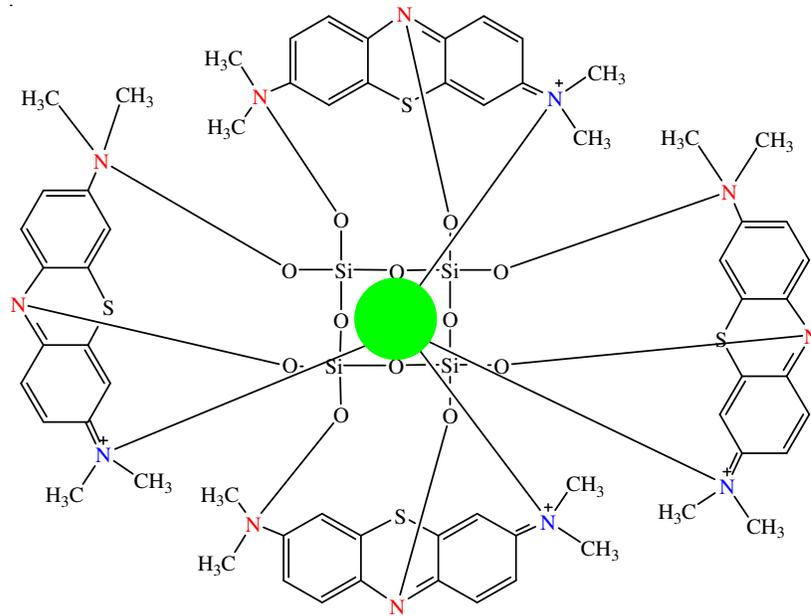
Selain itu, untuk menentukan jumlah metilen biru teradsorpsi, rasio distribusi dan koefisien selektivitas pada proses adsorpsi metilen biru terhadap adsorben alga *Nitzschia* sp., hibrida alga silika (HAS) dan HAS-magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dapat digunakan persamaan berikut:

$$Q = (C_o - C_a)V/W \quad (10)$$

Dimana Q menyatakan jumlah metilen biru teradsorpsi (mg/g),  $C_o$  dan  $C_a$  menyatakan konsentrasi awal dan kesetimbangan dari metilen biru (mmol/L), W adalah massa adsorben (g), V adalah volume larutan metilen biru (L) (Buhani *et al.*, 2009).

## H. Mekanisme Interaksi Metilen Biru dengan Adsorben

Dalam larutan bentuk molekul metilen biru adalah kationik, jadi adsorpsi dapat disebabkan oleh interaksi elektrostatik antara muatan negatif dari adsorben dan muatan positif dari molekul metilen biru. Adsorpsi metilen biru oleh biomassa dipelajari dalam kisaran pH 1-10 (Rubin *et al.*, 2005). Pada nilai pH rendah situs aktif dari biomassa alga terprotonasi dan mengadsorpsi metilen biru, hal ini menunjukkan bahwa interaksi elektrostatik dan hidrofobik keduanya memberikan kontribusi penting bagi adsorpsi metilen biru (Rubin *et al.*, 2005 ; Imamura *et al.*, 2002).



**Gambar 7.** Mekanisme reaksi dari adsorpsi Metilen biru pada dinding sel biomassa *Nitzschia sp.* yang diimmobilisasi dalam silika gel (Das *et al.*, 2006).

## I. Karakterisasi

### 1. Spektrofotometer Inframerah (IR)

Spektrum inframerah suatu molekul adalah hasil transisi antara tingkat energi getaran (vibrasi) atau osilasi (*oscillation*). Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom yang terikat itu. Jadi molekul ini berada pada keadaan vibrasi tereksitasi (*excited vibrational state*); energi yang diserap ini akan dibuang dalam bentuk panas bila molekul itu kembali ke keadaan dasar. Panjang gelombang eksak dari absorpsi oleh suatu tipe ikatan, bergantung pada macam getaran dari ikatan tersebut. Oleh karena itu, tipe ikatan yang berlainan menyerap radiasi

inframerah pada panjang gelombang yang berlainan. Dengan demikian spektrometri inframerah dapat digunakan untuk mengidentifikasi adanya gugus fungsi dalam suatu molekul (Supratman, 2010).

## 2. Spektrofotometer *UV-Visible (UV-Vis)*

Spektrum sinar UV terentang pada panjang gelombang 100 - 400 nm, sedangkan untuk spektrum tampak (*visible*) pada panjang gelombang 400 nm (ungu) hingga 800 nm (merah). Dalam setiap molekul atau atom, foton dari cahaya UV dan tampak memiliki energi untuk menyebabkan transisi antara tingkat energi elektronik yang spesifik (Creswell *et al.*, 1982).

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum UV dan Vis tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Serapan UV dan Vis dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat dengan transisi-transisi diantara energi elektronik. Dengan demikian, serapan radiasi UV dan Vis sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Transisi-transisi tersebut biasanya terjadi antara orbital ikatan atau orbital pasangan elektron bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Panjang gelombang serapan merupakan ukuran dari pemisahan tingkat energi orbital yang bersangkutan. Spektrum UV dan Vis berupa gambar hubungan antara panjang gelombang atau frekuensi serapan dengan intensitas serapan (transmitansi atau absorbansi). Sering juga data ditunjukkan sebagai grafik atau tabel yang menyatakan hubungan antara panjang gelombang dengan serapan molar atau log dari serapan molar,  $\epsilon_{\max}$ , atau  $\log \epsilon_{\max}$  (Sastrohamidjojo, 2001).

Sumber tenaga radiasi terdiri dari benda yang tereksitasi menuju ke tingkat yang lebih tinggi oleh sumber listrik bertegangan tinggi atau oleh pemanasan listrik. Monokromator adalah komponen yang digunakan untuk mengubah cahaya polikromatik menjadi cahaya monokromatik. Monokromator ini dapat berupa prisma atau grating (Khopkar, 1984). Sel yang biasa digunakan berbentuk persegi maupun berbentuk silinder dengan ketebalan 10 mm. Sel tersebut adalah sel pengabsorpsi yang digunakan untuk menaruh cairan ke dalam spektrofotometer. Sel memiliki kemampuan meneruskan energi cahaya pada daerah spektral yang sesuai. Sebelum digunakan, sel dibersihkan dengan air atau dapat dicuci dengan larutan detergen atau asam nitrat panas apabila dikehendaki (Sastrohamidjojo, 2001).

Prinsip kerja dari alat ini adalah cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui

konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif (Khopkar, 1984).

### 3. Difraktometer Sinar-X (XRD)

Difraktometer sinar-X merupakan alat yang dapat digunakan untuk penentuan kristal dan analisis fasa pada senyawa atau paduan di dalam suatu bahan, tegangan sisa, tekstur dan sebagai *small angle X-ray (sax)*. Analisis didasarkan pada pola difraksi dari paduan atau senyawa yang dihasilkan oleh proses difraksi, ukuran panjang gelombang sinar-X harus tidak berbeda jauh dengan jarak antar atom di dalam kristal sehingga pola berulang dari kisi kristal akan berfungsi seolah-olah seperti kisi difraksi untuk panjang gelombang sinar-X.

Hasil yang didapatkan dari difraksi sinar-X adalah berupa puncak-puncak intensitas dan bentuk difraksi, versus sudut hamburan ( $2\theta$ ). Sistem kerja peralatan difraksi sinar-X didasarkan pada teori yang dikemukakan oleh fisikawan Inggris Bragg, yang dikenal sebagai hukum Bragg (Bragg Condition) dan secara matematis

$$\text{dirumuskan:} \quad n \cdot \lambda = 2 d_{hkl} \cdot \sin 2 \theta \quad (11)$$

Keterangan :

$n$  : Orde difraksi (1, 2, 3, .....)

$\lambda$  : Panjang gelombang

$d_{hkl}$  : Jarak antar atom

$\sin 2 \theta$ : Sudut difraksi

Hukum Bragg dapat dikatakan sebagai representasi non-vektorial dua dimensi sebagai syarat terjadinya difraksi (Bragg *et al.*, 1975).

#### **4. *Scanning Electron Microscopy With Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)***

SEM adalah sebuah instrumen berkekuatan besar dan sangat handal yang dipadukan dengan EDX (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) sehingga dapat digunakan untuk memeriksa, observasi, dan karakterisasi struktur terkecil benda-benda padat dari material organik maupun anorganik yang heterogen serta permukaan bahan dengan skala mikrometer bahkan sampai sub-mikrometer yang menggunakan sumber medan emisi dan mempunyai resolusi gambar 1,5 nm, sehingga kita dapat menentukan sifat dari bahan yang diuji baik sifat fisis, kimia maupun mekanis yang dapat mempengaruhi mutu dan kualitas dari suatu produk, dengan demikian kita dapat mengembangkan produk tersebut melalui informasi ukuran partikel dari mikro struktur yang terbentuk dan komposisi unturnya (Linia, 2010).

Prinsip kerja *SEM*, dengan cara mengalirkan arus pada kawat filamen tersebut dan perlakuan pemanasan, sehingga dihasilkan elektron. Elektron tersebut dikumpulkan dengan tegangan tinggi dan berkas elektron difokuskan dengan sederetan lensa elektromagnetik. Ketika berkas elektron mengenai target, informasi dikumpulkan melalui tabung sinar katoda yang mengatur intensitasnya. Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari tabung sinar katoda dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, elektron kehilangan energi, karena terjadi ionisasi atom dari

cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga tercipta lebih banyak elektron bebas, dengan demikian energinya habis lalu melepaskan diri dari target. Elektron ini kemudian dialirkan ke unit demagnifikasi dan dideteksi oleh detektor dan selanjutnya dicatat sebagai suatu foto (Wagiyo dan Handayani, 1997).

Pada *EDX* analisis kualitatif dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energi emisi sinar-X dari unsur-unsur yang sudah diketahui. Analisa kuantitatif tidak hanya menjawab unsur apa yang ada dalam sampel tetapi juga konsentrasi unsur tersebut. Untuk melakukan analisa kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses antara lain meniadakan *background*, *dekonvolusi peak* yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur (Larry, 2001).

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada Januari-Mei 2017. Pengambilan biomassa alga *Nitzschia* sp. dilakukan di Balai Besar Pengembangan Budidaya Laut Lampung (BBPBL). Sintesis dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung, identifikasi gugus fungsional menggunakan spektrofotometer *IR* Prestige-21 Shimadzu dilakukan Kimia Organik FMIPA Universitas Gajah Mada, *XRD* digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit, dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar FMIPA Universitas Gajah Mada, analisis morfologi permukaan dilakukan dengan spektrofotometer *SEM-EDX* dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu FMIPA Universitas Lampung dan adsorpsi zat warna metilen biru dianalisis menggunakan Spektrofotometer *UV-Vis* di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung.

## **B. Alat dan Bahan**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat gelas, wadah plastik, pipet tetes, spatula, neraca analitik, pengaduk magnet, oven, sentrifius, pH indikator universal, kertas saring *Whatman* No.42, spektrofotometer *IR*, *XRD*, *SEM-EDX*, dan spektrofotometer *UV-Vis*.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah biomassa alga *Nitzschia* sp., TEOS (tetraetilortosilikat), akuades, larutan HCl 1M, NH<sub>4</sub>OH 1M, NaOH, FeSO<sub>4</sub>·4 H<sub>2</sub>O, FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, metilen biru, dan etanol p.a.

## **C. Prosedur Penelitian**

### **1. Penyiapan Biomassa Alga *Nitzschia* sp.**

Biomassa alga diperoleh dari isolasi alga *Nitzschia* sp. yang dihasilkan dari pembudidayaan dalam skala laboratorium di Balai Budidaya Laut (BBL) Lampung. Biomassa alga yang dihasilkan dalam bentuk nata, dinetralkan dengan menggunakan aquades hingga pH  $\approx 7$ , dan dikeringkan pada suhu ruang selama 3-4 hari. Kemudian alga yang sudah kering digerus sampai halus dan dioven dengan  $T \pm 40^\circ\text{C}$  dalam selang waktu 2-3 jam hingga berat konstan.

## 2. Sintesis Hibrida Alga *Nitzschia* sp. Silika (HAS)

Larutan A, sebanyak 5 mL TEOS dicampurkan dengan 2,5 mL akuades dimasukkan ke dalam wadah plastik, lalu diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit dan ditambahkan HCl 1 M hingga pH 2. Larutan B, 0,8 gram alga *Nitzschia* sp. dicampurkan dengan 5 mL etanol dimasukkan ke dalam wadah plastik lalu diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit. Larutan A yang telah homogen kemudian dicampur dengan larutan B disertai pengadukan menggunakan pengaduk magnet sampai larutan tersebut menjadi gel. Gel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam lalu dicuci dengan akuades sampai pH  $\approx$  7. Gel dikeringkan dengan menggunakan oven dengan  $T \pm 40^\circ\text{C}$  dalam selang waktu 2-3 jam hingga berat konstan selanjutnya digerus hingga halus (Buhani *et. al.*, 2009).

## 3. Sintesis Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Sebanyak 3,96 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 10 mL etanol (larutan A) dan 1,45 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 10 mL etanol (larutan B). Selanjutnya (larutan A) dicampur dengan (larutan B) disertai pengadukan hingga larutan menjadi homogen. Setelah larutannya homogen ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 M tetes demi tetes (kurang lebih sampai pH  $>$  10,5) sampai terbentuk endapan hitam. Endapan hitam yang terbentuk disaring dengan kertas saring *Whatmann* No.42. Setelah itu endapan tersebut dibilas dengan aquades dan etanol (60:40) hingga pH  $\approx$  7. Endapan kemudian dioven pada suhu  $40^\circ\text{C}$  selama 2-3 jam hingga berat konstan, selanjutnya digerus hingga halus (Tamara, 2015).

#### **4. Sintesis Hibrida Alga *Nitzschia* sp. Silika Magnetit (HASM)**

5 mL TEOS dan 2,5 mL akuades ditambahkan magnetit 0,1 g dimasukkan dalam wadah plastik, lalu diaduk selama 30 menit. Saat pengadukan, ditambahkan HCl tetes demi tetes hingga pH larutan mencapai pH 2. Di wadah lain, 0,8 g biomasa *Nitzschia* sp. dicampur dengan 5 mL etanol diaduk dengan pengaduk magnet sampai larutan tersebut homogen. Kemudian kedua larutan tersebut dicampur hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam lalu dicuci dengan etanol dan akuades hingga pH filtrat mendekati pH 7. Gel dikeringkan dan selanjutnya digerus (Tamara, 2015).

#### **5. Karakterisasi Material**

Perubahan gugus-gugus fungsi dalam material biomassa alga *Nitzschia* sp., silika gel, HAS, dan HASM dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer *IR*. Analisis morfologi permukaan dari magnetit, HAS, dan HASM dianalisis dengan *scanning electron microscope (SEM)*. Magnetit, HAS, dan HASM dianalisis menggunakan *XRD* untuk menentukan perubahan struktur kristalnya. Kadar metilen biru yang teradsorpsi pada HAS dan HASM dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*.

## 6. Uji Adsorpsi

### a. Penentuan pH Optimum

Sebanyak 20 mL larutan metilen biru dengan konsentrasi  $100 \text{ mg L}^{-1}$  dimasukkan ke dalam 6 erlenmeyer yang berbeda. Masing-masing larutan diatur pH yang berbeda yaitu 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan  $\text{HNO}_3$  untuk suasana asam dan penambahan  $\text{NaOH}$  untuk suasana basa, setelah itu ditambahkan buffer untuk mempertahankan nilai pH, untuk pH 3-6 digunakan buffer sitrat dan untuk pH 7-8 digunakan buffer fosfat. Kemudian ditambahkan 100 mg adsorben ke masing-masing erlenmeyer. Selanjutnya larutan tersebut dikocok menggunakan teknik *batch* selama 60 menit. Setelah selesai, adsorben dan larutan dipisahkan menggunakan sentrifugasi. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis secara kuantitatif dengan spektroskopi *UV-Vis* panjang gelombang maksimum metilen biru  $664,00 \text{ nm}$  (Bharathi *et al.*, 2013).

### b. Laju Adsorpsi

Sebanyak 20 mL larutan metilen biru konsentrasi  $100 \text{ mg L}^{-1}$  dengan pH optimum dimasukkan ke dalam 5 erlenmeyer yang berbeda. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan  $\text{HNO}_3$  untuk suasana asam dan penambahan  $\text{NaOH}$  untuk suasana basa, setelah itu ditambahkan buffer untuk mempertahankan nilai pH, untuk pH 3-6 digunakan buffer sitrat dan untuk pH 7-8 digunakan buffer fosfat. Kemudian ditambahkan 100 mg adsorben ke masing-masing erlenmeyer. Selanjutnya larutan tersebut dikocok menggunakan teknik *batch* dengan variasi waktu dari 15, 30, 60, 90 dan 120 menit. Setelah selesai, adsorben

dan larutan dipisahkan menggunakan sentrifugasi. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis dengan spektroskopi *UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum metilen biru 664,00 nm (Bharathi *et al.*, 2013).

### **c. Isoterm Adsorpsi**

Sebanyak 20 mL larutan metilen biru pH optimum dengan konsentrasi yang berbeda, yaitu 25, 50, 100, 200 dan 300 mg L<sup>-1</sup> dimasukkan ke dalam 5 erlenmeyer yang berbeda. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan HNO<sub>3</sub> untuk suasana asam dan penambahan NaOH untuk suasana basa, setelah itu ditambahkan buffer untuk mempertahankan nilai pH, untuk pH 3-6 digunakan buffer sitrat dan untuk pH 7-8 digunakan buffer phospat. Kemudian ditambahkan 100 mg adsorben dan diaduk dengan teknik *batch* selama waktu pengadukan optimum. Setelah pengadukan, adsorben dan larutan dipisahkan menggunakan sentrifugasi. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis spektroskopi *UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum metilen biru 664,00 nm (Bharathi *et al.*, 2013).

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### A. Simpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis hibrida alga silika (HAS) dan hibrida alga silika magnetit (HASM) telah berhasil dilakukan yang ditunjukkan dengan karakterisasi menggunakan *IR*, *XRD* dan *SEM-EDX*.
2. Adsorpsi metilen biru oleh HAS optimum pada pH 7 sedangkan untuk HASM optimum pada pH 6.
3. Laju adsorpsi metilen biru oleh HAS dan HASM cenderung mengikuti model kinetika pseudo orde dua dengan nilai konstanta laju masing-masing  $4,86 \times 10^{-4}$  dan  $7,24 \times 10^{-4} \text{ g mg}^{-1} \text{ menit}^{-1}$ .
4. Isoterm adsorpsi metilen biru oleh HAS dan HASM cenderung mengikuti model isoterm Freundlich serta interaksi yang terjadi adalah interaksi fisika.

## **B. Saran**

Pada penelitian lebih lanjut disarankan:

1. Melakukan analisis HAS dan HASM dengan menggunakan instrumen lain agar melengkapi hasil penelitian sebelumnya.
2. Perlu dilakukan pengujian lebih lanjut terhadap adsorpsi zat warna lain oleh HAS dan HASM sehingga dapat diaplikasikan di lingkungan.
3. Melakukan uji kualitas air sebelum dan sesudah di adsorpsi oleh HAS dan HASM.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. W. And A. P. Gast. 1990. *Physical Chemistry of Surface*. 6th edition. John Wiley and Sons. Inc. New York.
- Alberty, R.A. and F. Daniel. 1987. *Physical Chemistry*. Fifth edition. SI Version. John Wiley and Sons Inc. New York.
- Allen, S.J., McKay, G. & Porter, J.F. 2004. Adsorption Isotherm Models For Basic Dye Adsorption By Peat In Single And Binary Component Systems. *Journal of Colloid and Interface Science* 280: 322-333.
- Amaria, T.M. dan Henny, M. 2007. Adsorpsi Zn(II) Menggunakan Biomassa *Saccharomyces cerevisiae* yang diimobilisasi Pada Silika Secara Sol Gel. *Akta Kimia Indonesia*. 2(2): 63-74.
- Andayani, W. dan A. Sumartono. 1999. Aplikasi Radiasi Pengion dalam Penguraian Limbah Industri Radiolisis Larutan Standar Zat Warna Reaktif Cibacron Violet 2 R. *Batan (Online)*. Vol. 32, No. 1.
- Araghi, S.H., Entezari, and M.H., Chamsaz, M., 2015. Modification of Mesoporous Silica Magnetite Nanoparticles by 3-Aminopropyltriethoxy silane for The Removal of Cr(VI) from Aqueous Solution. *Microporous Mesoporous Mater.*, 218:101–111.
- Atkins, P.W. 1990. *Kimia Fisika Jilid 2 Edisi Keempat*. Erlangga. Jakarta.
- Atkins, P.W. 1999. *Kimia Fisika Edisi kedua*. Erlangga. Jakarta.
- Bharathi, K. S. and S. T. Ramesh. 2013. Removal of Dyes Using Agricultural Waste As Low-Cost Adsorbents: A Review. *Journal of Applied Water Science*. pp. 773–790.
- Brinker, C.J., and G.W. Scherer. 1990. Applications in: Sol Gel Science, the Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. *Academic Press, Inc.* San Diego, California. pp 839-880.

- Buhani, Narsito, Nuryono, and Kunarti E.S. 2009. Amino and Mercapto-Silica Hybrid For Cd(II) Adsorption in Aqueous Solution. *Indo. Journal Chem.* 9(2): 170-176.
- Buhani, Suharso, and Sumadi. 2010. Adsorption Kinetics and Isotherm of Cd (II) Ion on *Nannochloropsis* sp Biomass Imprinted Ionic Polymer. *Desalination.* 259: 140-146.
- Bold, H.C. and M.J. Wyne. 1985. *Introduction to The Algae: Structure and Reproduction.* 2nd ed. Prentice Hall, Inc., Englewood Cliffs.
- Bragg, L., Phillips, D. & Lipson, H. S. 1975. *The Development of X-ray Analysis.* Bell, London.
- Bulgariu, D., and Bulgariu, L. 2012. Equilibrium and Kinetics Studies of Heavy Metal Ions Biosorption on Green Algae Waste Biomass. *Biores. Technol.*, 103:489-493.
- Cabrera, L., Gutierrez, S., Menendez, N., Morales, M.P., Herrasti, P. 2008. Magnetite Nanoparticles: Electrochemical Synthesis and Characterization. *Electrochimica Acta*, 53: 3436-3441
- Campbell, M, N. 2008. Biodiesel: Algae as Renewable Source for Liquid Fuel. *Guelph Engineering Journal.*, (1): 2-7
- Chisti, Y. 2007. Biodiesel from Microalgae. *Biotechnology Advances*, 25: 294-306.
- Creswell, C. J. 1982. *Analisa Spektrum Senyawa Organik.* Edisi ke-2. Terjemahan Kosasih Padmawinata dan Iwang Soediro. ITB. Bandung.
- Das, S.K., Bhowal, J., Das, A.R., Guha, A.K. 2006. Adsorption Behavior of Rhodamine B on *Rhizopus oryzae* Biomass. *Langmuir.*, 22, 7265-7272
- Deng, Y., C. Wang., J. Hu., W. Yang., S. Fu. 2005. Investigation Of Formation Of Silica-Coated Magnetite Nanoparticles Via Sol-Gel Process Approach. *Journal Colloid Surfaces. Science.* 262, 87.
- Dhumal, J., Bandgar, S., Zipare, K., Shahane, G. 2015. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Ferrofluid Nanoparticles: Synthesis and Rheological Behavior. *Journal of Materials Chemistry and Physics*, 1(2) pp. 141-145.
- Drbohlavova, J., R. Hrdy, V. Adam, R. Kizek, O. Schneeweiss, J. Hubalek. 2009. Preparation and Properties of Various Magnetic Nanoparticles. *Sensors.* 9: 2352 – 2362
- Dung, K. T. D., Hai, H. T., Phuc, H. L., and Long, D. B. 2009. Preparation and Characterization of Magnetic Nanoparticles with Chitosan Coating.

*Journal of Physics. Conference Series* 187 Vietnam. no. 1. Article ID 012036.

- Elizabeth, I.R. 2011. Biosintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Silika (SiO<sub>2</sub>) dari Sekam Oleh *Fusarium Oxyporum*. (*Skripsi*). ITB. Bandung
- Enymia, S. dan Sulistriani, N. 1998. Pembuatan Silika Gel Kering Dari Sekam Padi Untuk Bahan Pengisi Karet Ban. *Journal. K. Indo.* 7(1&2): 1-9.
- Fahmiati, Nuryono dan Narsito. 2004. Kajian Kinetika Adsorpsi Cd(II), Ni(II) dan Mg(II) Pada Silika Gel Termodifikasi 3-Merkapto-1,2,4-Triazol. *Alchemy.* 3(2): 22-28.
- Forgacs, E., T. Cserháti, and G. Oros. 2004. Removal of Synthetic Dyes from Wastewater. *A Review: Environment International.* pp. 953-971.
- Gadd, G. M. 1990. *Biosorptions*. Chem and ind. Weinheim. Germany.
- Gao, J.J., Y.B. Qin., T. Zhou., and D.D. Cao. 2013. Adsorption of Methylene Blue Onto Activated Carbon Produced from Tea (*Camellia sinensis* L.) Seed Shells: Kinetics, Equilibrium, and Thermodynamics Studies. *Journal of Zhejiang University-SCIENCE B (Biomedicine & Biotechnology).* 14(7): 650- 658.
- Gupta, G.S., Prasad, G., Panday, K.K., dan Singh, V.N., 1988, Removal of Chorme Dyes from Aquos Solution by fly Ash. *Journal Water, Air and Soil Pollution*, 32, 384-395.
- Hartono, Y.M.V., A.R.W. Barbara., J. Suparta dan Supomo. 2002. *Pembuatan SiC dari Sekam Padi*. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Industri Keramik. Bandung.
- Harris, P.O. and G. J. Ramelow. 1990. Binding of Metal Ions by Particulate Quadricaudia. *Environmental Science and technology.* 24, 220-228.
- Hong, S., C. Wen., J. He., F. Gan., and Y.S. Ho. 2009. Adsorption Thermodynamics of Methylene Blue Onto Bentonite. *Journal of Hazardous Materials.* 167: 630-633.
- Houas, A., Lacheb, H., Elaloui, E., Guillard, and Herman, J.M., 2001. Photokatalytic Degradation of Metilen Blue in Water. *Applied Catalysis, Journal Environmental.* 31, 145-157.
- Husin, G. dan C. M. Rosnelly. 2005. Studi Kinetika Adsorpsi Larutan Logam Timbal Menggunakan Karbon Aktif dari Batang Pisang. *Tesis*. Fakultas Teknik Universitas Syiah Kuala Darrusalam. Banda Aceh.

- Hussin, Z.M., N. Talib, and N.M. Hussin. 2015. Methylene Blue Adsorption onto NaOH Modified Durian Leaf Powder: Isotherm and Kinetic Studies. *American Journal of Environmental Engineering*. 5(3A): 38-43.
- Imamura, K., Ikeda, E., Nagayasu, T., Sakiyama, T., and Nakanishi, K., 2002. Adsorption Behavior of Methylene Blue and Its Congeners on a Stainless Steel Surface. *Journal of Colloid and Interface Science*, 245, 50-57
- Isnansetyo, A dan Kurniastuty. 1995. *Teknik Kultur Phytoplankton dan Zooplankton; Pakan Alami untuk Pembenihan Organisme Laut*. Penerbit Kanisius. Yogyakarta. 106 hal
- Ishizaki, K. and Nanko. M. 1998. *Porous Material process Technology and Application*. Kluwer Academic Publisher. Dordrecht.
- Jeon, C. 2011. Adsorption Characteristic of Cooperation Using Magnetically Modified Medicinal Stones. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*.17: 1487-1493.
- Keshav, D., and Vidya, A.A., 1984. *Chemical Prossesing of Synthesis Fiber and Blends*, 535-594, Jhon Wiley and Sons, New York.
- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI-Press. Jakarta
- Larry, D.H. 2001. *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy in Handbook of Analytical Methods for Materials*. Materials Evaluation and Engineering, Inc. pp 13-14.
- Lin, Y., H. Chen, K. Lin, B. Chen. and C. Chiou. 2011. Application of Magnetic Particles Modified with Amino Groups to Adsorb Cooper Ions in Aqueous Solution. *Journal Environmental Scient*.23:44-50.
- Linia. 2010. *Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Kristal Dan Morfologi Lapisan TiCl4 Pada Pelapisan Logam Dengan Menggunakan Metode Sol-Gel*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas medan. Medan.
- Liu, Y., Chang, X., Wang, S., Guo, Y., Din, B. and Meng, S. 2004. Solid-phase Extraction and Preconcentration of Cadmium(II) in Aqueous Solution with Cd(II)-imprinted Resin (poly-Cd(II)-DAAB-VP) Packed Columns. *Analytica Chimica Acta* 519: 173-179.
- Manurung, R., R. Hasibuan, dan H. Irvan. 2004. *Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob-Aerob*. E-USU Repository Universitas Sumatra Utara. Medan.

- Martell, A. E., dan Hancock, R. D. 1996. *Metal Complexes in Aqueous Solution*. Plenum Press. New York.
- Noll, K.E., Gournaris, V., and Hou, W.S. 1992. *Adsorption Technology for Air and Water Pollution Control*. pp.1-8. Lewish Publisher Inc. Michigan.
- Oscik, J. 1982. *Adsorption*. John Wiley & Sons Inc. Chichester.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>. (*Skripsi*). Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Pankhurst, Q. A., J. Connolly., S. K. Jones., and J. Dobson. 2003. Applications of Magnetic Nano Particles in Biomedicine, *Journal Physical*. 36:R167-R181.
- Peng, Q., Liu, Y., Zeng, G., Xu, W., Yang, C., and Zhang, J. 2010. Biosorption of Copper (II) Immobilizing *Saccharomyces cerevisiae* on the Surface of Chitosan Coated Magnetic Nanoparticle from Aqueous Solution. *Journal of Hazardous Materials*. 177: 676-682.
- Putra, S.E. 2006. *Tinjauan Kinetika dan Termodinamika Proses Adsorpsi Ion Logam Pb, Cd, dan Cu oleh Biomassa Alga Nannochloropsis sp yang Diimmobilisasi Polietilamina-Glutaraldehyd*. Laporan Penelitian. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Romera E, Gonzales F, Ballester A, Blazquez ML, Monoz JA. 2007. Comparative study of biosorption of heavy metals using different types of algae. *Bioresour. Technol*. 98: 3344-3353.
- Rousseau, R. W. 1987. *Handbook Of Separation Process Technology*. John Wiley and Sons Inc. United States.
- Rubin E, Rodriguez P, Herrero R, Cremade J, Barbara I, Manuel. 2005. Removal of Methylene Blue from Aqueous Solutions using Biosorbent *Sargassum muticum* : An Invasive Macroalga in Europe. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*: 1-16.
- Santos, E. A., Pagono, R.L., Simoni, S.A., Airoidi, C.I, Cestari, A.R., and Viera, EFS. 2001. Amino and Mercapto Silica Hybrid for Cd(II) Adsorption in Aqueous Solution. *Indo. Journal Chem*.
- Sastrohamidjojo, H. 2001. *Spektroskopi*. Liberty. Yogyakarta.
- Schubert, U., and Husing, N. 2000. *Synthesis of Inorganic Material*. Willey-VCH Verlag GmbH. D-69469 Wernheim. Federal Republik of Germany.

- Shaw, D. J. 1980. *Introduction to Colloid and Surface Chemistry*. Butter Whorths. London.
- Singh, K. P., D. Mohan, S. Sinha, G. S. Tondon, and D. Gosh. 2003. Color Removal from Wastewater Using Low-Cost Activated Carbon Derived from Agricultural Waste Material. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. pp.1965-1976.
- Soeprijanto, R.F., dan Bambang, A. 2006. Kinetika Biosorpsi Ion Logam Berat Cu (II) dalam Larutan Menggunakan Biomassa Phanerochaete Chrysosporium. *Tesis*. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Supratman, U. 2010. *Equilibrium Penentuan Senyawa Organik*. Padjajaran. Bandung.
- Tamara, Dia. 2015. Modifikasi Biomassa Nitzschoasp dengan Silika-Agnetit sebagai Adsorben Ion Cd(II), Cu(II) dan Pb(II) Dalam Larutan (*Skripsi*). FMIPA Universitas Lampung. Lampung.
- Teja, A.S. and Koh, P. 2009. Synthesis, Properties, and Application of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*. 2009 (55): 22-45.
- Triyatno. 2004. Kapasitas Adsorpsi Alga Chlorella sp Yang Diimobilisasi Dalam Silika Gel Terhadap Ion Logam Cu Dalam Limbah Kuningan. *Tugas Akhir II*. Semarang: Jurusan Kimia F MIPA UNNES.
- Valentina, M. Thariq, Suci A. dan Lydia E. 2007. *Biologi Fitoplankton dalam dan Zooplankton*. Balai Budidaya Laut Lampung Dirjen Perikanan Budidaya Departemen Kelautan dan Perikanan. Bandar Lampung
- Wagiyo dan A. Handayani. 1997. *Petunjuk Praktikum Scanning Electron Microscope, SEM dan Energy Dispersive Spectrometer, EDS*. Badan Tenaga Atom Nasional. Tangerang.