



**TUGAS AKHIR (WT43250)**

**VALORISASIEKAMPADI DAN CANGKANG UDANG MENJADI  
ADSORBEN MAGNETIK  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2@ \text{CS-gPAA-SA}$  UNTUK  
PENYISIHAN ZAT WARNA AZO *METHYL ORANGE***

Indah Nur Andini  
NRP: 1022040105

DOSEN PEMBIMBING:  
NOVI EKA MAYANGSARI, S.T., M.T.  
TARIKH AZIS RAMADANI, S.T., M.T.

PROGRAM STUDI TEKNIK PENGOLAHAN LIMBAH  
JURUSAN TEKNIK PERMESINAN KAPAL  
POLITEKNIK PERKAPALAN NEGERI SURABAYA  
SURABAYA  
2026

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



**PPNS** POLITEKNIK  
PERKAPALAN  
NEGERI SURABAYA

**TUGAS AKHIR (WT43250)**

**VALORISASI SEKAM PADI DAN CANGKANG UDANG  
MENJADI ADSORBEN MAGNETIK  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2@ \text{CS-gPAA}$ -  
SA UNTUK PENYISIHAN ZAT WARNA AZO METHYL  
ORANGE**

Indah Nur Andini  
NRP: 1022040105

DOSEN PEMBIMBING:  
NOVI EKA MAYANGSARI, S.T., M.T.  
TARIKH AZIS RAMADANI, S.T., M.T.

**PROGRAM STUDI TEKNIK PENGOLAHAN LIMBAH  
JURUSAN TEKNIK PERMESINAN KAPAL  
POLITEKNIK PERKAPALAN NEGERI SURABAYA  
SURABAYA  
2026**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

**LEMBAR PENGESAHAN  
TUGAS AKHIR**

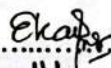
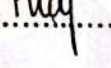
**VALORISASI SEKAM PADI DAN CANGKANG UDANG MENJADI  
ADSORBEN MAGNETIK  $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2 @ \text{CS-gPAA-SA}$  UNTUK  
PENYISIHAN ZAT WARNA AZO METHYL ORANGE**

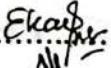
**Disusun Oleh:  
Indah Nur Andini  
1022040105**

**Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Kelulusan  
Program Studi D4 Teknik Pengolahan Limbah  
Jurusan Teknik Permesinan Kapal  
POLITEKNIK PERKAPALAN NEGERI SURABAYA**

**Disetujui oleh Tim penguji Tugas Akhir Tanggal Ujian : 1 Juli 2026  
Periode Wisuda : Oktober 2026**

**Menyetujui,**

| <b>Dosen Penguji</b>                | <b>NIDN/NUPTK</b>  | <b>Tanda Tangan</b>                                                                                 |
|-------------------------------------|--------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1. Novi Eka Mayangsari, S.T., M.T.  | (8449768669230313) | (.....  .....)  |
| 2. Tarikh Azis Ramadani, S.T., M.T. | (6761771672130252) | (.....  .....) |
| 3. Ulvi Pri Astuti, S.T., M.T.      | (8360768669230313) | (.....  .....) |
| 4. Ria Rismawati, S.Si., M.Si.      | (1933776677230192) | (.....  .....) |

| <b>Dosen Pembimbing</b>             | <b>NIDN/NUPTK</b>  | <b>Tanda Tangan</b>                                                                                 |
|-------------------------------------|--------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1. Novi Eka Mayangsari, S.T., M.T.  | (8449768669230313) | (.....  .....) |
| 2. Tarikh Azis Ramadani, S.T., M.T. | (6761771672130252) | (.....  .....) |

**Menyetujui**

**Ketua Jurusan,**



**Dr. Ir. Priyo Agus Setiawan, S.T., M.T.**

**NIP. 197708192005011001**

**Mengetahui**

**Koordinator Program Studi,**

**Dr. Mirna Apriani, S.T., M.T.**

**NIP. 197804142005012002**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## PERNYATAAN BEBAS PLAGIAT

No. : F.WD I. 021  
Date : 3 Nopember 2015  
Rev. : 01  
Page : 1 dari 1

Yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Indah Nur Andini

NRP. : 1022040105

Jurusan/Prodi : Teknik Permesinan Kapal/D4-Teknik Pengolahan Limbah

Dengan ini menyatakan dengan sesungguhnya bahwa :

Tugas Akhir yang akan saya kerjakan dengan judul :

**Valorisasi Sekam Padi Dan Cangkang Udang Menjadi Adsorben Magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2@ \text{CS-gPAA-SA}$  Untuk Penyisihan Zat Warna Azo *Methyl Orange***

Adalah benar karya saya sendiri dan bukan plagiat dari karya orang lain.

Apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam karya ilmiah tersebut, maka saya bersedia menerima **sanksi** sesuai ketentuan peraturan yang berlaku.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan penuh tanggung jawab.

Surabaya, 12 Agustus 2026

Yang membuat pernyataan,



(Indah Nur Andini)  
NRP. 1022040105

*Halaman Sengaja Dikosongkan*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala rahmat, hidayah, dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul “Valorisasi Sekam Padi Dan Cangkang Udang Menjadi Adsorben Magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  Untuk Penyisihan Zat Warna Azo *Methyl Orange*” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Terapan Teknik (S.Tr.T) pada Program Studi Teknik Pengolahan Limbah, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya.

Penulis menyadari bahwa penyelesaian Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan, serta dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Allah SWT, atas izin dan pertolongan-Nya yang selalu menyertai penulis, sehingga di tengah berbagai kesulitan, penulis tetap diberikan kekuatan dan kelancaran untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Imam Isdiyono dan Almarhumah Ibu Karmini, selaku orang tua tercinta penulis, yang senantiasa memberikan kasih sayang, doa, motivasi, semangat, serta pengorbanan tanpa batas sejak penulis kecil hingga menyelesaikan pendidikan tinggi. Kepada Almarhumah Ibu Karmini yang telah berpulang ke sisi Allah SWT, penulis mempersembahkan Tugas Akhir ini sebagai bentuk cinta, doa, dan bakti yang akan selalu hidup dalam setiap langkah penulis. Kepada Bapak Imam Isdiyono, terima kasih atas ketulusan, kesabaran, dukungan, dan doa yang tidak pernah terputus. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada kakak kandung, Risky Agus Maulana, yang selalu memberikan dukungan, kebersamaan, serta semangat selama proses penyusunan Tugas Akhir ini.
3. Bapak Rachmad Tri Soelistijono, S.T., M.T., selaku Direktur Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya.

4. Bapak Dr. Ir. Priyo Agus Setiawan, S.T., M.T., selaku Ketua Jurusan Teknik Permesinan Kapal.
5. Ibu Dr. Mirna Apriani, S.T., M.T., selaku Koordinator Program Studi D4 Teknik Pengolahan Limbah.
6. Ibu Ayu Nindyapuspa, S.T., M.T., selaku Koordinator Tugas Akhir Program Studi D4 Teknik Pengolahan Limbah.
7. Ibu Novi Eka Mayangsari, S.T., M.T., selaku Dosen Pembimbing I, yang dengan penuh kesabaran, ketelitian, dan ketulusan telah membimbing, mengarahkan, serta memberikan banyak ilmu berharga kepada penulis di setiap tahap penyusunan Tugas Akhir ini. Terima kasih atas waktu, perhatian, dan motivasi yang tak ternilai sehingga penulis mampu menyelesaikan penelitian ini dengan baik.
8. Bapak Tarikh Azis Ramadani, S.T., M.T., selaku Dosen Pembimbing II, yang senantiasa memberikan masukan yang membangun, semangat, serta pandangan baru yang sangat berharga bagi penulis. Terima kasih atas kesabaran dan dedikasi yang telah diberikan dalam membimbing penulis hingga Tugas Akhir ini dapat terselesaikan dengan baik.
9. Ibu Ulvi Pri Astuti, S.T., M.T., selaku Ketua Sidang, Dosen Penguji, sekaligus Dosen Wali, yang telah memberikan bimbingan, perhatian, dan dukungan tulus tidak hanya dalam proses penyusunan Tugas Akhir, tetapi juga sepanjang perjalanan akademik penulis.
10. Ibu Ria Rismawati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji, atas kritik, saran, dan masukan yang membangun, yang telah memperkaya wawasan penulis dan menyempurnakan Tugas Akhir ini menjadi lebih baik.
11. Bapak dan Ibu Dosen Program Studi D4 Teknik Pengolahan Limbah yang telah memberikan ilmu, doa, serta dukungannya selama pelaksanaan Tugas Akhir.
12. Prabandaru Dwi Septian, terima kasih telah menjadi jangkar yang menenangkan di tengah riuhnya proses panjang ini. Kesabaran, dukungan tiada henti, serta ketulusan yang diberikan adalah kekuatan terbesar penulis dalam menyelesaikan karya ini.

13. Sahabat-sahabat FSI (Faza, Syahrul, dan Indah), yang telah menjadi teman seperjuangan setia selama berada di laboratorium. Berbagi suka duka, saling membantu, dan saling menyemangati di setiap proses penelitian. Terima kasih atas kebersamaan, tawa, dan dukungan yang membuat hari-hari di laboratorium terasa lebih ringan dan berarti.
14. Teman-teman seperjuangan dengan topik penelitian fotokatalis, bioplastik, adsorpsi, dan koagulan, yang telah menjadi rekan berdiskusi, berbagi pengalaman, saling membantu, serta memberikan semangat selama proses penelitian dan penyusunan Tugas Akhir ini.
15. Rina, yang telah membantu penulis dalam berbagai hal selama proses penyusunan Tugas Akhir ini, khususnya dalam membantu memperoleh dan mengunduh berbagai dokumen serta kebutuhan pendukung penelitian. Terima kasih atas bantuan, perhatian, dan dukungan yang telah diberikan.
16. Keluarga besar Ignescence, Program Studi Teknik Pengolahan Limbah Angkatan 2022, atas kebersamaan dan kekompakan yang telah terjalin sejak awal perkuliahan hingga saat ini.
17. Seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu, yang telah membantu memberikan arahan, saran, dan dukungan dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari bahwa Tugas Akhir ini masih memiliki keterbatasan dan kekurangan dalam penyusunannya. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan sebagai bahan evaluasi dan perbaikan untuk penyempurnaan Tugas Akhir ini di masa mendatang. Penulis berharap Tugas Akhir ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca serta menjadi salah satu referensi yang dapat mendukung pengembangan penelitian dan ilmu pengetahuan di bidang terkait.

Surabaya, 12 Agustus 2026

Indah Nur Andini

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

# VALORISASI SEKAM PADI DAN CANGKANG UDANG MENJADI ADSORBEN MAGNETIK $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ UNTUK PENYISIHAN ZAT WARNA AZO *METHYL* *ORANGE*

Indah Nur Andini

## ABSTRAK

Penelitian ini mengembangkan adsorben magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  berbasis valorisasi sekam padi sebagai sumber nanosilika dan cangkang udang sebagai sumber kitosan (DD = 85,13%) untuk menyisihkan zat warna azo *methyl orange* (MO). Kitosan dimodifikasi melalui *grafting poly(acrylic acid)* dan pembentukan ikatan *Schiff-base*, lalu dikombinasikan dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  hasil kopresipitasi dan sol-gel. FTIR mengonfirmasi keberhasilan *grafting* PAA dan ikatan *Schiff-base*, sedangkan pergeseran pita serapan setelah adsorpsi menunjukkan interaksi elektrostatis, ikatan hidrogen, dan interaksi  $n-\pi/\pi-\pi$ . XRD mengonfirmasi struktur spinel kubik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan sifat amorf  $\text{SiO}_2$ . SEM menunjukkan morfologi berpori dengan ukuran partikel rata-rata 92,56 nm dan pH<sub>pzc</sub> 3,33. Analisis BET-BJH menunjukkan isoterm tipe IV dengan histeresis H3, luas permukaan 15,373 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,0753 cm<sup>3</sup>/g, dan diameter pori 3,618 nm, mengonfirmasi karakter mesopori adsorben. Uji adsorpsi *batch* menunjukkan konsentrasi awal, dosis, waktu kontak, suhu, dan pH berpengaruh signifikan terhadap dekolorisasi MO (ANOVA, Sig. = 0,000). Kondisi optimum diperoleh 120 ppm, dosis 0,003 g/100 mL, waktu kontak 90 menit, suhu 30°C, pH 3, dengan kapasitas adsorpsi maksimum 3.327,80 mg/g. Model *Freundlich* ( $R^2 = 0,995$ ) dan kinetika pseudo-orde dua ( $R^2 = 0,9926$ ) menunjukkan kemisorpsi pada permukaan heterogen. Adsorben stabil setelah lima siklus regenerasi.

Kata kunci: adsorpsi, kitosan, *methyl orange*, magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , *grafting*

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

# **VALORIZATION OF RICE HUSKS AND SHRIMP SHELLS AS $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ MAGNETIC ADSORBENTS FOR METHYL ORANGE AZO DYE REMOVAL**

**Indah Nur Andini**

## **ABSTRACT**

*This study developed a novel magnetic adsorbent,  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ , synthesized from rice husk-derived nanosilica and shrimp shell-derived chitosan (DD = 85.13%) for methyl orange. Chitosan was functionalized through poly(acrylic acid) grafting and Schiff-base formation, then integrated with  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  produced via coprecipitation and sol-gel methods. FTIR confirmed successful PAA grafting and Schiff-base formation, with post-adsorption spectral shifts revealing electrostatic interactions, hydrogen bonding, and  $n-\pi/\pi-\pi$  interactions. XRD verified the cubic spinel structure of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  alongside amorphous  $\text{SiO}_2$ . SEM showed a porous morphology with an average particle size of 92.56 nm and pHpzc of 3.33. BET-BJH analysis indicated a type IV isotherm with H3-type hysteresis, a surface area of 15.373 m<sup>2</sup>/g, a pore volume of 0.0753 cm<sup>3</sup>/g, and a pore diameter of 3.618 nm, confirming mesoporosity. Batch experiments demonstrated that initial concentration, dosage, contact time, temperature, and pH significantly influenced MO decolorization (ANOVA, Sig. = 0.000). Optimum conditions were 120 ppm, 0.003 g/100 mL dosage, 90 min contact time, 30°C, and pH 3, yielding a maximum adsorption capacity of 3,327.80 mg/g. Freundlich isotherm ( $R^2 = 0.995$ ) and pseudo-second-order kinetics ( $R^2 = 0.9926$ ) confirmed chemisorption on a heterogeneous surface. The adsorbent remained stable over five regeneration cycles.*

*Keywords: adsorption, chitosan, methyl orange, magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , grafting*

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## DAFTAR ISI

|                                                                        |              |
|------------------------------------------------------------------------|--------------|
| <b>HALAMAN JUDUL .....</b>                                             | <b>i</b>     |
| <b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>                                         | <b>iii</b>   |
| <b>PERNYATAAN BEBAS PLAGIAT .....</b>                                  | <b>v</b>     |
| <b>KATA PENGANTAR .....</b>                                            | <b>vii</b>   |
| <b>ABSTRAK .....</b>                                                   | <b>xi</b>    |
| <b><i>ABSTRACT</i> .....</b>                                           | <b>xiii</b>  |
| <b>DAFTAR ISI.....</b>                                                 | <b>xv</b>    |
| <b>DAFTAR TABEL.....</b>                                               | <b>xxi</b>   |
| <b>DAFTAR GAMBAR.....</b>                                              | <b>xxiii</b> |
| <b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>                                         | <b>1</b>     |
| 1.1 Latar Belakang.....                                                | 1            |
| 1.2 Rumusan Masalah.....                                               | 3            |
| 1.3 Tujuan .....                                                       | 4            |
| 1.4 Manfaat Penelitian .....                                           | 4            |
| 1.5 Batasan Masalah .....                                              | 5            |
| <b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....</b>                                     | <b>7</b>     |
| 2.1 Adsorpsi .....                                                     | 7            |
| 2.1.1 Kapasitas Adsorpsi.....                                          | 7            |
| 2.1.2 Isoterm Adsorpsi.....                                            | 8            |
| 2.1.3 Kinetika Adsorpsi .....                                          | 10           |
| 2.2 Nanopartikel Magnetit Besi Oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )..... | 11           |
| 2.3 Sekam Padi.....                                                    | 14           |
| 2.4 Nanopartikel Silika .....                                          | 14           |
| 2.5 Cangkang Udang.....                                                | 17           |
| 2.6 Kitosan .....                                                      | 18           |

|                                                                                                           |           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.7 Pencangkokan ( <i>Grafting</i> ) .....                                                                | 21        |
| 2.8 <i>Poly(Acrylic Acid)</i> .....                                                                       | 23        |
| 2.8 <i>Schiff-base</i> .....                                                                              | 24        |
| 2.9 Salisilaldehida ( <i>Salicylaldehyde</i> ) .....                                                      | 25        |
| 2.10 Zat Warna <i>Methyl Orange</i> (MO).....                                                             | 25        |
| 2.11 <i>Point of Zero Charge</i> (pH <sub>PZC</sub> ) .....                                               | 26        |
| 2.12 Spektrofotometer UV -Vis .....                                                                       | 27        |
| 2.13 Karakterisasi Adsorben .....                                                                         | 27        |
| 2.13.1 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....                                                     | 27        |
| 2.13.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....                                                               | 29        |
| 2.13.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) – <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (EDX)..... | 29        |
| 2.13.4 <i>Vibrating Sample Magnetometer</i> (VSM) .....                                                   | 30        |
| 2.13.5 <i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET) .....                                                          | 30        |
| 2.14 Metode <i>One-Way Analysis of Variance</i> (ANOVA) .....                                             | 31        |
| 2.15 Penelitian Terdahulu.....                                                                            | 32        |
| <b>BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN .....</b>                                                                  | <b>37</b> |
| 3.1 Diagram Alir Penelitian.....                                                                          | 37        |
| 3.2 Identifikasi Masalah dan Perumusan Ide Penelitian.....                                                | 39        |
| 3.3 Perumusan Masalah dan Tujuan Penelitian.....                                                          | 39        |
| 3.4 Studi Literatur.....                                                                                  | 39        |
| 3.5 Pengumpulan Data .....                                                                                | 40        |
| 3.5.1 Data Primer.....                                                                                    | 40        |
| 3.5.2 Data Sekunder .....                                                                                 | 40        |
| 3.6 Tempat dan Waktu Penelitian .....                                                                     | 40        |
| 3.6.1 Tempat Penelitian.....                                                                              | 40        |

|                                                                                                                       |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.6.2 Waktu Penelitian.....                                                                                           | 41 |
| 3.7 Variabel Penelitian.....                                                                                          | 41 |
| 3.7.1 Variabel Bebas.....                                                                                             | 41 |
| 3.7.2 Variabel Kontrol .....                                                                                          | 42 |
| 3.7.3 Variabel Terikat .....                                                                                          | 42 |
| 3.8 Populasi dan Sampel Penelitian.....                                                                               | 42 |
| 3.8.1 Populasi Penelitian.....                                                                                        | 42 |
| 3.8.2 Sampel Penelitian.....                                                                                          | 42 |
| 3.9 Persiapan Alat dan Bahan .....                                                                                    | 45 |
| 3.9.1 Alat.....                                                                                                       | 45 |
| 3.9.2 Bahan .....                                                                                                     | 46 |
| 3.10 Prosedur Penelitian .....                                                                                        | 47 |
| 3.10.1 <i>Grafting</i> Kitosan dengan PAA (CS-gPAA) .....                                                             | 47 |
| 3.10.2 Reaksi <i>Schiff-base</i> Kitosan- <i>Grafting</i> PAA dengan<br>salisilaldehida (CS-gPAA-SA).....             | 47 |
| 3.10.3 Ekstraksi Nanopartikel Silika dari Sekam Padi .....                                                            | 48 |
| 3.10.4 Pelapisan Nanopartikel Besi Oksida dengan Nanopartikel<br>Silika ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ )..... | 49 |
| 3.10.5 Pelapisan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .....                                         | 49 |
| 3.10.6 Preparasi Limbah Artifisial Zat Warna <i>Methyl Orange</i> .....                                               | 50 |
| 3.10.7 Karakterisasi Bahan dan Adsorben.....                                                                          | 50 |
| 3.10.8 Pengujian <i>Point of Zero Charge</i> (pHpzc) .....                                                            | 51 |
| 3.10.9 Pengujian Adsorpsi Terhadap Limbah Artifisial <i>Methyl Orange</i><br>dengan Adsorben.....                     | 51 |
| 3.10.10 Pengujian Spektro Uv -Vis Limbah Artifisial <i>Methyl Orange</i><br>.....                                     | 54 |

|                                                                                                                        |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 3.11 Menganalisis Data Hasil Pembahasan Hasil Penelitian dan Pembahasan.....                                           | 54        |
| 3.11.1 Menganalisis Derajat Deasetilasi .....                                                                          | 55        |
| 3.11.2 Menganalisis Kapasitas Adsorpsi.....                                                                            | 55        |
| 3.11.3 Menganalisis Efisiensi Adsorpsi .....                                                                           | 55        |
| 3.11.4 Menganalisis Model Isoterm Adsorpsi.....                                                                        | 56        |
| 3.11.5 Menganalisis Kinetika Adsorpsi .....                                                                            | 56        |
| 3.11.6 Menganalisis Mekanisme Adsorpsi.....                                                                            | 57        |
| 3.11.7 Menganalisis Data Uji Statistika .....                                                                          | 57        |
| 3.12 Menarik Kesimpulan .....                                                                                          | 58        |
| <b>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>                                                                                | <b>59</b> |
| 4.1 Karakterisasi Bahan dan Adsorben .....                                                                             | 59        |
| 4.1.1 Analisis Uji <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....                                                       | 59        |
| 4.1.2 Analisis Uji <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....                                                                 | 68        |
| 4.1.3 Analisis Uji <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) – <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (EDX) ..... | 70        |
| 4.1.4 Analisis Uji <i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET).....                                                            | 74        |
| 4.1.5 Analisis Sifat Kemagnetan Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .....                  | 76        |
| 4.1.6 Analisis <i>Point of Zero Charge</i> ( $\text{pH}_{\text{PZC}}$ ) .....                                          | 78        |
| 4.2 Pengaruh Variasi Terhadap Efektivitas Dekolorisasi Zat Warna <i>Methyl Orange</i> .....                            | 79        |
| 4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Awal Zat Warna <i>Methyl Orange</i> (MO). 79                                                |           |
| 4.2.2 Pengaruh Dosis Adsorben .....                                                                                    | 81        |
| 4.2.3 Pengaruh Waktu Kontak .....                                                                                      | 83        |
| 4.2.4 Pengaruh Suhu.....                                                                                               | 85        |
| 4.2.5 Pengaruh pH.....                                                                                                 | 86        |

|                                                                                                                                                   |            |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 4.3 Analisis Penggunaan Ulang Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$                                                     | 88         |
| 4.4 Isoterm Adsorpsi .....                                                                                                                        | 91         |
| 4.4.1 Model Isoterm <i>Langmuir</i> .....                                                                                                         | 91         |
| 4.4.2 Model Isoterm <i>Freundlich</i> .....                                                                                                       | 93         |
| 4.5 Kinetika Adsorpsi .....                                                                                                                       | 94         |
| 4.6 Mekanisme Adsorpsi Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ dalam<br>Dekolorisasi Zat Warna <i>Methyl Orange</i> ..... | 96         |
| 4.7 Analisis Statistik Pengaruh Variasi Terhadap Kinerja Dekolorisasi Zat<br>Warna <i>Methyl Orange</i> .....                                     | 101        |
| 4.7.1 Uji Normalitas .....                                                                                                                        | 101        |
| 4.7.2 Uji Homogenitas .....                                                                                                                       | 103        |
| 4.7.3 Uji Hipotesis dengan <i>One-Way</i> ANOVA .....                                                                                             | 104        |
| <b>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>                                                                                                           | <b>107</b> |
| 5.1 Kesimpulan .....                                                                                                                              | 107        |
| 5.2 Saran .....                                                                                                                                   | 109        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>                                                                                                                       | <b>111</b> |
| <b>LAMPIRAN 1 PERHITUNGAN KEBUTUHAN BAHAN DAN LARUTAN<br/>.....</b>                                                                               | <b>127</b> |
| <b>LAMPIRAN 2 HASIL UJI KARAKTERISASI .....</b>                                                                                                   | <b>133</b> |
| <b>LAMPIRAN 3 DATA DAN PERHITUNGAN HASIL KARAKTERISASI</b>                                                                                        | <b>143</b> |
| <b>LAMPIRAN 4 DOKUMENTASI PELAKSANAAN PENELITIAN .....</b>                                                                                        | <b>161</b> |
| <b>BIODATA PENULIS .....</b>                                                                                                                      | <b>177</b> |

*Halaman sengaja dikosongkan*

## DAFTAR TABEL

|                                                                                                                                                     |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tabel 2. 1 Sifat-Sifat Magnetit.....                                                                                                                | 12  |
| Tabel 2. 2 Karakteristik Silika .....                                                                                                               | 16  |
| Tabel 2. 3 Sifat Fisik dan Kimia <i>Methyl Orange</i> (MO).....                                                                                     | 26  |
| Tabel 2. 4 Penelitian Terdahulu .....                                                                                                               | 32  |
| Tabel 3. 1 Sampel Pengujian Variasi Konsentrasi Awal <i>Methyl Orange</i> (MO)....                                                                  | 43  |
| Tabel 3. 2 Sampel pengujian Variasi Dosis Adsorben.....                                                                                             | 43  |
| Tabel 3. 3 Sampel Pengujian Variasi Waktu Kontak.....                                                                                               | 44  |
| Tabel 3. 4 Sampel Pengujian Variasi Suhu.....                                                                                                       | 44  |
| Tabel 3. 5 Sampel Pengujian Variasi pH .....                                                                                                        | 44  |
| Tabel 3. 6 Uji Karakterisasi Bahan dan Adsorben.....                                                                                                | 51  |
| Tabel 3. 7 Pengujian Spektro UV - Vis Limbah Artisial <i>Methyl Orange</i> .....                                                                    | 54  |
| Tabel 4. 1 Gugus Fungsi Silika (SiO <sub>2</sub> ).....                                                                                             | 60  |
| Tabel 4. 2 Gugus Fungsi Kitosan (CS) .....                                                                                                          | 61  |
| Tabel 4. 3 Gugus Fungsi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub> @CS-gPAA-SA-MO .....                                                       | 64  |
| Tabel 4. 4 Hasil Analisis EDX ( <i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i> )<br>Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub> @CS-gPAA-SA ..... | 73  |
| Tabel 4. 5 Hasil Karakterisasi BET dan BJH Adsorben Kitosan Termodifikasi ...                                                                       | 75  |
| Tabel 4. 6 Data Keseimbangan Adsorpsi MO pada Berbagai Variasi Konsentrasi<br>Awal .....                                                            | 91  |
| Tabel 4. 7 Studi Isoterm Adsorpsi ( <i>Langmuir</i> ) .....                                                                                         | 92  |
| Tabel 4. 8 Faktor Separasi Langmuir.....                                                                                                            | 92  |
| Tabel 4. 9 Studi Isoterm Adsorpsi ( <i>Freundlich</i> ) .....                                                                                       | 93  |
| Tabel 4. 10 Studi Kinetika Adsorpsi.....                                                                                                            | 95  |
| Tabel 4. 11 Hasil Uji Normalitas .....                                                                                                              | 102 |
| Tabel 4. 12 Hasil Uji Homogenitas.....                                                                                                              | 103 |
| Tabel 4. 13 Hasil Uji <i>One-Way</i> ANOVA.....                                                                                                     | 105 |

*Halaman sengaja dikosongkan*

## DAFTAR GAMBAR

|                                                                                                                                                                            |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Gambar 2. 1 Struktur Inverse Spinner $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....                                                                                                         | 12 |
| Gambar 2. 2 Metode Kopresipitasi .....                                                                                                                                     | 13 |
| Gambar 2. 3 Sekam Padi.....                                                                                                                                                | 14 |
| Gambar 2. 4 Struktur Ikatan Antara Atom Silikon (Si) dan Oksigen (O) dalam Silika ( $\text{SiO}_2$ ).....                                                                  | 15 |
| Gambar 2. 5 Prosedur Metode Sol-Gel untuk Sintesis Nanosilika .....                                                                                                        | 17 |
| Gambar 2. 6 Kulit Udang.....                                                                                                                                               | 17 |
| Gambar 2. 7 Struktur Senyawa Kitosan.....                                                                                                                                  | 18 |
| Gambar 2. 8 Metode <i>Baseline</i> .....                                                                                                                                   | 20 |
| Gambar 2. 9 Representatif Skematis Sintesis Komposit <i>Poly(Acrylic Acid)</i> yang di Grafting dengan Kitosan dan Biochar (PAA/CS/BC) .....                               | 22 |
| Gambar 2. 10 Struktur <i>Poly(acrylic acid)</i> .....                                                                                                                      | 23 |
| Gambar 2. 11 Reaksi Pembuatan <i>Schiff-base</i> .....                                                                                                                     | 24 |
| Gambar 2. 12 Reaksi Umum <i>Schiff-base</i> .....                                                                                                                          | 24 |
| Gambar 2. 13 Struktur Salisilaldehida .....                                                                                                                                | 25 |
| Gambar 2. 14 Rumus Struktur Molekul <i>Methyl Orange</i> (MO) .....                                                                                                        | 26 |
| Gambar 2. 15 Daerah Spektrum Mid-IR.....                                                                                                                                   | 28 |
| Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian.....                                                                                                                                   | 38 |
| Gambar 4. 1 Hasil Analisis Spektra FTIR Silika ( $\text{SiO}_2$ ).....                                                                                                     | 59 |
| Gambar 4. 2 Hasil Analisis Spektra FTIR Kitosan (CS).....                                                                                                                  | 61 |
| Gambar 4. 3 Hasil Analisis Spektra FTIR (a) $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ dan (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA-MO}$ ..... | 64 |
| Gambar 4. 4 Grafik Pola Difraksi XRD.....                                                                                                                                  | 69 |
| Gambar 4. 5 Hasil Analisis SEM $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ dengan Perbesaran 5.000x (A) dan 15.000x (B).....                                    | 71 |
| Gambar 4. 6 Grafik Distribusi Ukuran Partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .....                                                                 | 73 |
| Gambar 4. 7 Isoterm Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$ untuk $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$                                                            | 74 |
| Gambar 4. 8 Visualisasi Sifat Kemagnetan.....                                                                                                                              | 77 |

|                                                                                                                                                                                                                             |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Gambar 4. 9 $\Delta$ pH Versus pH Awal untuk Menentukan .....                                                                                                                                                               | 78 |
| Gambar 4. 10 Grafik Pengaruh Variasi Konsentrasi Awal Zat Warna MO Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi <i>Methyl Orange</i> (MO) Pada Sistem $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ . .... | 80 |
| Gambar 4. 11 Grafik Pengaruh Variasi Dosis Adsorben Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi <i>Methyl Orange</i> (MO) Pada Sistem $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ . ....                | 82 |
| Gambar 4. 12 Grafik Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi <i>Methyl Orange</i> (MO) Pada Sistem $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ . ....                  | 84 |
| Gambar 4. 13 Grafik Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi <i>Methyl Orange</i> (MO) Pada Sistem $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ . ....                          | 85 |
| Gambar 4. 14 Grafik Pengaruh Variasi pH Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi <i>Methyl Orange</i> (MO) Pada Sistem $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ . ....                            | 87 |
| Gambar 4. 15 Grafik Hubungan Siklus Adsorben dengan Efisiensi .....                                                                                                                                                         | 88 |
| Gambar 4. 16 Perubahan Warna dan Bentuk Fisik Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .....                                                                                                         | 90 |
| Gambar 4. 17 Grafik Isoterm Adsorpsi ( <i>Langmuir</i> ).....                                                                                                                                                               | 92 |
| Gambar 4. 18 Grafik Isoterm Adsorpsi ( <i>Freundlich</i> ).....                                                                                                                                                             | 93 |
| Gambar 4. 19 Grafik Kinetika Adsorpsi (a) Pseudo-Orde Satu dan (b) Pseudo-Orde Dua .....                                                                                                                                    | 95 |
| Gambar 4. 20 Mekanisme Adsorpsi Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ dalam Dekolorisasi Zat Warna <i>Methyl Orange</i> .....                                                                     | 97 |

# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Air limbah industri umumnya mengandung kontaminan asam–basa, padatan terlarut, senyawa toksik, dan zat warna organik seperti *methyl orange* (MO). MO adalah zat warna azo anionik yang banyak digunakan pada industri kertas, plastik, makanan, dan tekstil serta berisiko bagi lingkungan dan kesehatan (Rahadi *et al.* 2019) karena dapat menghambat penetrasi cahaya, fotosintesis, dan menurunkan reoksigenasi perairan (Kishor *et al.* 2021). Salah satu metode pengolahan zat warna yang efektif adalah adsorpsi karena mudah dioperasikan, fleksibel, dan memiliki efisiensi yang tinggi (Abdelkrim *et al.* 2026). Sehingga banyak studi yang memanfaatkan adsorben biomassa atau polimer alam seperti kitosan yang efektif berkat gugus amino dan hidroksilnya (Dambuza *et al.* 2025).

Kitosan merupakan polimer kationik hasil dari proses deasetilasi kitin yang terdapat pada eksoskeleton krustasea, serangga, dan moluska (Santos *et al.* 2020) serta memiliki gugus primer yang memberikan interaksi elektrostatik yang kuat dengan zat warna seperti *methyl orange* (Alyasi *et al.* 2023). Cangkang udang berpotensi besar sebagai sumber kitosan karena kaya kitin (Pravitri *et al.* 2025). Sektor akuakultur Indonesia melaporkan produksi udang yang didominasi oleh jenis udang windu dan udang vaname mencapai sekitar 941 ribu ton pada tahun 2023 (Suasono *et al.* 2026). Sebesar 45-60% dari berat udang merupakan limbah berupa cangkang dan kepala (Fotodimas *et al.* 2024), yang secara kimia mengandung 15-40% kitin, 20–50% kalsium karbonat, dan 20–40% protein (Abuzar *et al.* 2023). Kitosan hasil isolasi dari limbah udang dilaporkan memiliki derajat deasetilasi tinggi, yaitu 81,20% (Kurniawidi *et al.* 2022) dan  $84,08 \pm 1,27\%$  (Engku *et al.* 2023). Namun, kitosan murni memiliki keterbatasan berupa kekuatan mekanik dan stabilitas yang rendah serta luas permukaan spesifik kecil (Bozejewicz 2025; Shagdarova *et al.* 2025).

Modifikasi melalui *grafting* dan *crosslinking* dilakukan untuk meningkatkan kinerja adsorpsi serta mengatasi rendahnya stabilitas mekanik pada kitosan. *Grafting* dengan polimer *poly(acrylic acid)* (PAA) terbukti meningkatkan efisiensi penyisihan dan memperkuat struktur hidrogel, terutama untuk adsorpsi zat warna kationik (Phonlakan *et al.* 2023). Selain itu, *grafting* kitosan dengan PAA dapat meningkatkan ketahanan kitosan pada kondisi asam dan memperluas penyerapannya sebagai adsorben. PAA kaya akan gugus karboksil sehingga mampu mengikat ion logam berat secara efisien, serta dinilai ideal untuk meningkatkan sifat kitosan karena kepadatan polimer dan stabilitasnya dalam kondisi asam (Hu *et al.* 2020). Pada proses *grafting*, aliran gas  $N_2$  digunakan untuk menghilangkan oksigen terlarut agar reaksi berjalan lebih efektif (Zhang *et al.* 2019). Namun, karena PAA lebih sesuai untuk adsorpsi kationik, diperlukan modifikasi tambahan melalui pembentukan *Schiffbase*. Turunan kitosan yang dimodifikasi melalui pembentukan ikatan *Schiff base* dilaporkan memiliki kinerja adsorpsi yang stabil, stabilitas termal, fungsionalitas tinggi, serta ketahanan yang baik pada kondisi asam (Alamri *et al.* 2025; Reghiousa *et al.* 2021). Sistem *crosslink-Schiffbase*, membentuk gugus heterosiklik yang efektif untuk adsorpsi zat warna anionik, termasuk *methyl orange*, dengan efisiensi penyisihan mencapai 93,52% –99,01% (Hussein, Salman, and Balakit 2021).

Modifikasi lanjutan dilakukan dengan penambahan nanopartikel magnetik ( $Fe_3O_4$ ) yang memiliki ukuran kecil dengan luas permukaan besar dan mudah dipisahkan secara magnetik (Li *et al.* 2024). Pada umumnya metode sintesis nanopartikel magnetik  $Fe_3O_4$  adalah kopresipitasi karena prosesnya sederhana dan cepat, berbiaya rendah, serta mampu menghasilkan nanopartikel dengan rendemen dan kemurnian tinggi serta tingkat oksidasi yang rendah (Gutierrez *et al.* 2024). Namun, nanomagnetit  $Fe_3O_4$  tanpa modifikasi cenderung teraglomerasi, sulit terdispersi, dan teroksidasi sehingga kinerja adsorpsi menurun. Pelapisan nanomagnetit  $Fe_3O_4$  dengan nanosilika membentuk  $Fe_3O_4@SiO_2$  yang memiliki gugus silanol ( $Si-OH$ ) sehingga meningkatkan stabilitas fisik-kimia, memperbaiki dispersi, dan menekan aglomerasi (Li *et al.* 2024; Susilawati *et al.* 2024). Selama proses sintesis  $Fe_3O_4@SiO_2$ , sistem akan diinjeksi gas  $N_2$  untuk mencegah oksidasi (Schwaminger *et al.* 2017).

Sumber nanosilika diperoleh dari limbah sekam padi, seiring Indonesia sebagai salah satu produsen padi terbesar dengan luas panen sekitar 10,21 juta hektar dan produksi sebesar 53,98 juta ton GKG (BPS, 2024). Sekam padi yang sebelumnya banyak dikelola melalui pembakaran terbuka kini mulai dimanfaatkan sebagai bahan bakar, material konstruksi, serta sumber produk bernilai tinggi seperti karbon aktif dan nanosilika, mengingat abu sekam padi mengandung silika sebesar 87–97% (Elsandika *et al.* 2025; Vui *et al.* 2025). Nanosilika disintesis menggunakan metode sol-gel yang memungkinkan optimasi dan kontrol karakteristik material, serta pembentukan sistem multikomponen yang homogen sehingga meningkatkan fungsionalitas nanosilika yang dihasilkan (Dzulhijjah *et al.* 2025). Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  terbukti efektif sebagai adsorben *methyl orange* (MO) dengan kemampuan mempertahankan sekitar 83% kapasitas adsorpsi setelah lima siklus adsorpsi–desorpsi (Li *et al.* 2024). Nanosilika yang dihasilkan memiliki luas permukaan, kekuatan mekanik, stabilitas, dan ukuran pori yang tinggi, dengan kemurnian hingga 95% dan *yield* sekitar 51,98% (Dzulhijjah *et al.* 2025).

Hasil penelitian terdahulu menunjukkan bahwa modifikasi adsorben dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dan efektivitas penyisihan zat warna, sehingga diperlukan pengembangan adsorben magnetik berbasis kitosan melalui *grafting* dan pembentukan *Schiff-base* yang dikombinasikan dengan material lain untuk dekolonisasi. Pada penelitian ini, kitosan dimodifikasi dengan *grafting poly(acrylic acid)* (PAA) dan reaksi *Schiff-base* salisilaldehida, kemudian dikombinasikan dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  hasil sintesis kopresipitasi sehingga terbentuk adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ . Adsorben tersebut diuji terhadap limbah artifisial *methyl orange* dengan variasi konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini disusun berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik kitosan dan adsorben kitosan termodifikasi ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ )?

2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH terhadap persentase efektivitas dekolorisasi zat warna *methyl orange*?
3. Bagaimana model isoterm dan kinetika adsorpsi zat warna *methyl orange* dengan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ ?
4. Bagaimana mekanisme adsorpsi adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  dalam dekolorisasi zat warna *methyl orange*?
5. Bagaimana efektifitas penggunaan ulang adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  sebagai adsorben dalam dekolorisasi zat warna *methyl orange*?

### 1.3 Tujuan

Rumusan masalah yang telah diuraikan menghasilkan tujuan penelitian sebagai berikut:

1. Mengidentifikasi karakteristik kitosan dan adsorben kitosan termodifikasi ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ ).
2. Menganalisis pengaruh variasi konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH terhadap persentase efektivitas dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
3. Menganalisis model isoterm dan kinetika adsorpsi zat warna *methyl orange* dengan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .
4. Menganalisis mekanisme adsorpsi adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  dalam dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
5. Menganalisis efektifitas penggunaan ulang adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  sebagai adsorben dalam dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

### 1.4 Manfaat Penelitian

Tujuan penelitian yang telah dikemukakan menjadi dasar penyusunan manfaat penelitian sebagai berikut:

1. Bagi Peneliti
  - a. Meningkatkan wawasan dan mampu menerapkan ilmu pengetahuan di bidang pengolahan limbah.

- b. Berpotensi membantu pengurangan serta pemanfaatan kembali limbah sebagai bahan penyisih polutan di bidang pengolahan limbah cair.
- 2. Bagi Perguruan Tinggi

Memberikan data dan bahan kajian sebagai referensi dalam melaksanakan penelitian lanjutan.
- 3. Bagi Masyarakat
  - a. Memperoleh ilmu terkait pemanfaatan dan pengolahan limbah.
  - b. Mendorong pemanfaatan limbah pertanian dan perikanan sehingga berpotensi menambah nilai ekonomi dan mengurangi pencemaran.
  - c. Dapat berkontribusi dalam mewujudkan program *Sustainable Development Goals* (SDGs).

### **1.5 Batasan Masalah**

Ruang lingkup dan batasan masalah dari penelitian ini sebagai berikut:

- 1. Sampel penelitian diperoleh dari limbah artifisial yang mengandung zat warna *methyl orange*.
- 2. Kitosan yang digunakan merupakan kitosan cangkang udang dengan derajat deasetilasi (DD) 85,13%.
- 3. Sekam padi digunakan sebagai silika yang didapatkan dari salah satu tempat penggilingan padi di Kecamatan Duduksampeyan, Kabupaten Gresik.
- 4. Uji regenerasi adsorben sebanyak 5 siklus.
- 5. Penelitian dilaksanakan menggunakan metode *batch* pada skala laboratorium.

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Adsorpsi**

Adsorpsi merupakan proses gaya tarik menarik antara zat terlarut (adsorbat) dengan permukaan padatan (adsorben). Material yang digunakan untuk adsorpsi umumnya terdiri dari medium berpori dengan luas permukaan yang tinggi (Yousef and Qiblawey 2020). Adsorpsi dibedakan menjadi dua jenis berdasarkan sifat interaksinya, yaitu fisisorpsi (adsorpsi fisik) dan kemisorpsi (adsorpsi kimia). Fisisorpsi merupakan jenis adsorpsi fisik dengan gaya tarik lemah (*van-der Waals*) antara adsorbat yang menempel pada permukaan dengan adsorben. Sedangkan kemisorpsi merupakan jenis adsorpsi kimia dengan gaya tarik kuat (tipe kovalen atau ionik) antara adsorbat dan permukaan adsorben (Ajala *et al.* 2022). Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi, sebagai berikut (Anggriani, Hasan, and Purnamasari 2021):

1. Karakteristik fisik dan kimia, antara lain yakni luas permukaan, ukuran pori, dan adsorpsi kimia.
2. Karakteristik kimia adsorbat, antara lain yakni ukuran molekul, polaritas molekul, dan komposisi kimia .
3. Konsentrasi adsorbat dalam larutan.
4. Karakteristik larutan, antara lain yakni pH dan temperatur.
5. Lama waktu proses adsorpsi.

##### **2.1.1 Kapasitas Adsorpsi**

Isoterm adsorpsi menggambarkan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi pada fase cair dan jumlah zat yang teradsorpsi pada partikel adsorben pada suhu tertentu. Adsorben yang baik ditandai oleh kapasitas dan efisiensi adsorpsi yang tinggi (Anggriani, Hasan, and Purnamasari 2021). Kapasitas adsorpsi dan efisiensi adsorpsi, masing-masing dapat dihitung menggunakan Persamaan 2.1 an Persamaan 2.2

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \times V}{W} \quad (2.1)$$

$$RE = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100 \quad (2.2)$$

Dengan,

$q_e$  = Kapasitas adsorpsi per bobot molekul (mg/g)

$C_0$  = Konsentrasi awal larutan (mg/L)

$C_e$  = Konsentrasi akhir larutan (mg/L)

$V$  = Volume larutan (L)

$W$  = Massa adsorben yang digunakan (g)

$RE$  = Efisiensi removal adsorpsi (%)

### 2.1.2 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi menggambarkan kinerja kesetimbangan antara adsorben dengan adsorbat pada suhu konstan. Hal ini dipengaruhi oleh spesies yang teradsorpsi, karakteristik adsorbat dan adsorben, serta berbagai sifat larutan termasuk pH, kekuatan ionic, dan temperatur. Terdapat dua model isoterm yang sering digunakan, yakni Isoterm *Langmuir* dan Isoterm *Freundlich* (Al-ghouti and Da 2020).

#### a. Model Isoterm *Langmuir*

Isoterm *Langmuir* merupakan model adsorpsi *monolayer* yang terjadi pada situs terlokasi yang identik dan setara tanpa adanya interaksi lateral maupun hambatan sterik antara molekul teradsorpsi. Model ini mengasumsikan bahwa proses adsorpsi bersifat homogen dengan energi aktivasi dan entalpi konstan, serta tanpa adanya perpindahan adsorbat pada permukaan adsorben. Persamaan isoterm *Langmuir* dalam bentuk non-linier pada adsorpsi fase cair dinyatakan pada Persamaan 2.3 (Al-ghouti and Da 2020).

$$q = q_m \cdot \frac{K_L C}{1 + K_L C} \quad (2.3)$$

Dengan,

$q$  = Kapasitas adsorpsi (mg/g)

$q_m$  = Kapasitas pada cakupan lapisan tunggal (mg/g)

$K_L$  = Konstanta adsorpsi *Langmuir* (L/mg)

$C$  = Konsentrasi (mg/L)

Persamaan (2.3) menyatakan hubungan antara konsentrasi adsorbat dan jumlah adsorbat yang teradsorpsi pada kesetimbangan dengan  $q_m$  sebagai kapasitas adsorpsi maksimum (*monolayer*) dan  $K_L$  sebagai konstanta *Langmuir* yang mendefinisikan sebagai afinitas adsorben terhadap adsorbat. Untuk memudahkan penentuan  $q_m$  dan  $K_L$ , Persamaan 2.3 dapat diubah dalam bentuk linier yang disajikan pada Persamaan 2.4 (Al-ghouti *and* Da 2020).

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m K_L} + \frac{C_e}{q_m} \quad (2.4)$$

Dengan,

$C_e$  = Konsentrasi kesetimbangan adsorbat pada adsorben (mg/L)

$q_e$  = Jumlah adsorbat pada kesetimbangan (mg/g)

$q_m$  = Kapasitas pada cakupan lapisan tunggal (mg/g)

$K_L$  = Konstanta adsorpsi *Langmuir* (L/mg)

Selain itu, faktor pemisahan ( $R_L$ ) yang merupakan konstanta tak berdimensi yang diperuntukkan untuk mengevaluasi proses adsorpsi pada konsentrasi awal. Sifat adsorpsi ditunjukkan oleh faktor pemisahan, yakni tidak menguntungkan ( $R_L > 1$ ), dapat berupa linier ( $R_L = 1$ ), tidak dapat dibalik ( $R_L = 0$ ), dan menguntungkan ( $0 < R_L < 1$ ). Pada persamaan (2.5) merupakan Faktor Pemisahan ( $R_L$ ) (Al-ghouti *and* Da 2020) :

$$R_L = \frac{1}{1 + K_L C_o} \quad (2.5)$$

Dengan,

$R_L$  = Faktor pemisahan

$C_e$  = Konsentrasi kesetimbangan adsorbat pada adsorben (mg/L)

$q_e$  = Jumlah adsorbat pada kesetimbangan (mg/g)

$q_m$  = Kapasitas pada cakupan lapisan tunggal (mg/g)

$K_L$  = Konstanta adsorpsi *Langmuir* (L/mg)

b. Model Isoterm *Freundlich*

Model isoterm *Freundlich* merupakan proses yang bersifat reversibel dan tidak ideal, terutama pada permukaan adsorben yang heterogen. Model ini tidak membatasi adsorpsi pada monolayer saja, tetapi memungkinkan terjadinya adsorpsi *multilayer*. Model isoterm *Freundlich* ini energi adsorpsi (panas adsorpsi) dan afinitas antara adsorben dengan adsorbat tidak selalu terdistribusi secara seragam pada seluruh permukaan, namun situ aktif dapat mempunyai kekuatan ikatan yang berbeda-beda sesuai dengan karakter permukaan adsorben. Model isoterm ini memiliki bentuk persamaan yang linier (Persamaan 2.6) dan tidak linier (Persamaan 2.7) dan parameter dapat ditentukan dengan memplot  $\log q_e$  terhadap  $\log C_e$  sehingga memperoleh garis lurus dengan  $1/n$  sebagai kemiringan dan  $\log K_F$  sebagai titik potong sumbu (*intercept*) (Al-ghouti and Da 2020).

Persamaan bentuk linier :

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \quad (2.6)$$

Dengan,

$q_e$  = Jumlah adsorbat pada kesetimbangan (mg/g)

$K_F$  = Konstanta *Freundlich*

$C_e$  = Konsentrasi kesetimbangan adsorbat pada adsorben (mg/L)

Persamaan bentuk non-linier :

$$q_e = K_F C_e^{\frac{1}{n}} \quad (2.7)$$

Dengan,

$q_e$  = Jumlah adsorbat pada kesetimbangan (mg/g)

$K_F$  = Konstanta *Freundlich*

$C_e$  = Konsentrasi kesetimbangan adsorbat pada adsorben (mg/L)

### 2.1.3 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi menjelaskan tingkat laju penyerapan adsorbat oleh adsorben. Laju adsorpsi dapat ditentukan berdasarkan nilai konstanta laju adsorpsi ( $k$ ) dan orde reaksi yang diperoleh dari suatu model kinetika tertentu.

Kinetika adsorpsi dapat digunakan untuk mengidentifikasi mekanisme adsorpsi dan konstanta karakteristik adsorpsi (Anggriani, Hasan, and Purnamasari 2021; Elma *et al.* 2021; Isiuku *et al.* 2021). Model kinetik pseudo-orde nol, pseudo-orde pertama, pseudo-orde kedua, masing-masing dinyatakan pada Persamaan 2.8, Persamaan 2.9, dan Persamaan 2.10.

$$q_e - q_t = q_{e,cal} - k_o t \quad (2.8)$$

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_{e,cal} - k_1 t \quad (2.9)$$

$$t/q_t = 1/(k_2 q_{e, cal}^2 + t/q_{e, cal} \quad (2.10)$$

Dengan,

$q_e$  = Kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g)

$q_t$  = Kapasitas adsorpsi pada waktu tertentu (mg/g)

$q_{e,cal}$  = Kapasitas adsorpsi kesetimbangan yang dihitung (mg/g)

$k_o$  = Konstanta adsorpsi Pseudo-Orde Nol

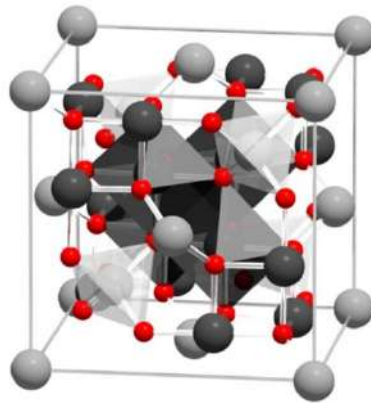
$t$  = waktu kontak adsorpsi (menit)

$k_1$  = Konstanta adsorpsi Pseudo-Orde Satu (menit<sup>-1</sup>)

$k_2$  = Konstanta adsorpsi Pseudo-Orde Dua (g/mg.menit))

## 2.2 Nanopartikel Magnetit Besi Oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) merupakan jenis besi oksida magnetit yang umum ditemukan dan memiliki struktur kristal unik yang disebut *inverse spinel* berbentuk kubik (Wulandari *et al.* 2024). Pada struktur ini, atom-atom oksigen tersusun rapat (tipe FCC), sedangkan kation besi mengisi ruang-ruang kosong, baik pada posisi tetrahedral maupun oktahedral. Karakteristik magnetit adalah kemampuan elektronnya untuk berpindah antara ion Fe<sup>2+</sup> dan Fe<sup>3+</sup> pada posisi oktahedral saat suhu ruang. Keadaan ini menjadikan magnetit sebagai material *half-metallic* (setengah logam) (Daoush 2017). Namun, sifat ferimagnetik dapat perubahan secara signifikan, jika diameter partikel magnetit berubah secara drastis hingga mencapai ukuran nanometer. Adapaun struktur *inverse spinel* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terdapat pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Struktur Inverse Spiner  $\text{Fe}_3\text{O}_4$   
(Dudchenko *et al.* 2022)

Pada Tabel 2.1 merupakan rangkuman sifat fisik dan magnetik dari material ini.

Tabel 2. 1 Sifat-Sifat Magnetit

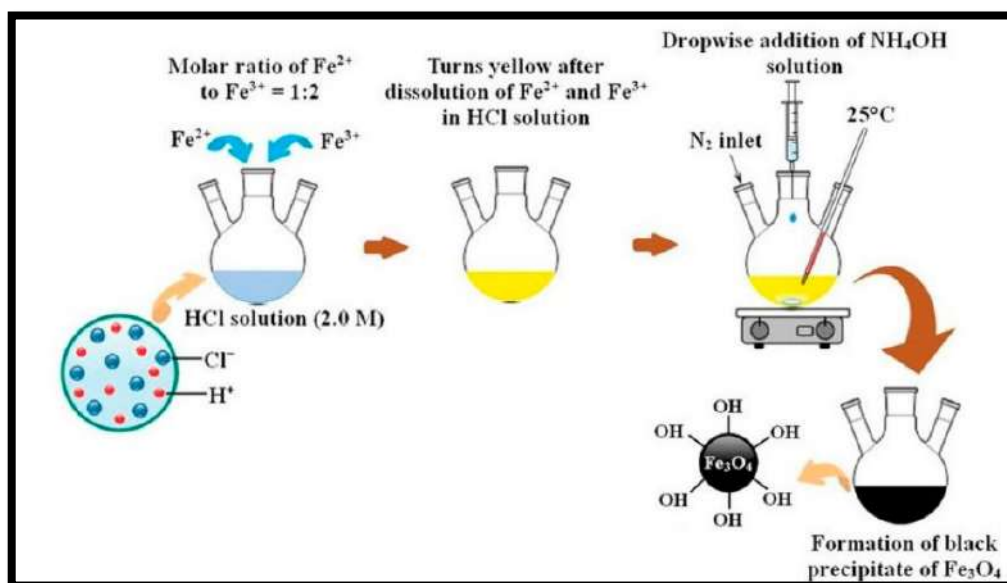
| Sifat                                                           | Magnetit                |
|-----------------------------------------------------------------|-------------------------|
| Rumus molekul                                                   | $\text{Fe}_3\text{O}_4$ |
| Massa jenis ( $\text{g/cm}^3$ )                                 | 5.18                    |
| Titik leleh ( $^{\circ}\text{C}$ )                              | 1583-1597               |
| Kekerasan                                                       | 5,5                     |
| Magnetisme (curah)                                              | Ferimagnetik            |
| Suhu curie (K)                                                  | 850                     |
| $M_s$ pada 300 K ( $\text{Am}^2/\text{kg}$ )                    | 92-100                  |
| <i>Magnetisme</i> (nanopartikel)                                | Superparamagnetik       |
| Energi bebas pembentukan standar<br>$\Delta G^{\circ}$ (kJ/mol) | -1012,6                 |
| Struktur kristalografi                                          | Kubik                   |
| Struktur molekuler                                              | <i>Inverse spinel</i>   |
| Grup titik ruang                                                | $\text{Fd}\bar{3}m$     |
| Parameter kisi (nm)                                             | $a = 0,8396$            |

Sumber : (Daoush 2017)

Nanopartikel magnetit besi oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) merupakan partikel yang memiliki ukuran nano 1-100 nanometer. Nanopartikel magnetit memiliki sifat unik yakni super magnetik. Sifat ini umumnya muncul pada material yang memiliki sifat

ferromagnetik dan ferrimagnetik ketika ukuran partikelnya mencapai skala nanometer. Karena ukurannya sangat kecil, nanopartikel magnetit tidak memiliki sekat-sekat magnetik di dalamnya, sehingga menjadikan material ini dengan struktur domain magnetik (*single domain*) (Wulandari *et al.* 2024).

Terdapat beberapa metode yang banyak digunakan untuk sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , salah satunya adalah kopresipitasi. Metode kopresipitasi memiliki banyak keunggulan karena prosesnya yang sederhana, cepat, hemat biaya, kemurniannya tinggi, tingkat oksidasi rendah, dan menghasilkan jumlah nanopartikel yang besar. Selain itu, metode ini juga memberikan ukuran kristalit dengan ukuran kecil dibandingkan dengan proses sintesis lainnya berdasarkan zat pengendap yang dipilih pada saat reaksi. Karakteristik fisik material, seperti dimensi kristalit dan struktur morfologinya juga dapat dikontrol dalam teknik ini dengan bantuan agen pendukung (*capping agent*) (Gutierrez *et al.* 2024; Wulandari *et al.* 2024). Namun disisi lain  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  juga memiliki keterbatasan yakni dispersi dan kestabilan partikel yang buruk serta cenderung mengalami aglomerasi. Selain itu,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  juga mudah teroksidasi, sehingga proses kopresipitasi dilakukan dalam reaktor dibawa atmosfer nitrogen (Li *et al.* 2024; Schwaminger *et al.* 2017). Adapun proses dalam metode kopresipitasi terdapat pada Gambar 2.2.



Gambar 2. 2 Metode Kopresipitasi (Dudchenko *et al.* 2022)

### 2.3 Sekam Padi

Indonesia memiliki beberapa daerah penghasil padi terbesar, seperti Jawa Tengah, Jawa Timur, Jawa Barat, dan Sulawesi. Hasil dari penggilingan padi menghasilkan 25% sekam, 8% dedak, 2% bekatul, dan 65% beras (Azilah *et al.* 2024). Sekam padi dapat dilihat pada Gambar 2.3, merupakan produk samping yang berasal dari industri penggilingan padi (Dzulhijjah *et al.* 2025). Sekam padi merupakan hasil limbah pertanian yang terdiri dari selulosa (32,23%), hemiselulosa (21,34%), lignin (21,44%), mineral abu (15,05%), dan silika dalam mineral abu (96,34%) (Saeed *et al.* 2022). Sekam padi memiliki sifat yang tidak larut terhadap air, stabilitas kimia yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi, ketersediaan yang melimpah, mutakhir, efisien, murah, struktur granular, dan memiliki komposisi kimia yang unik sehingga sekam padi cocok digunakan sebagai material adsorben (Saputra 2024). Selain itu, silika ( $\text{SiO}_2$ ) yang terkandung dalam sekam padi merupakan bahan penyerap dari sintetis yang diproduksi dengan cara memanaskan silika hingga  $500^\circ\text{C}$  (Azilah *et al.* 2024).

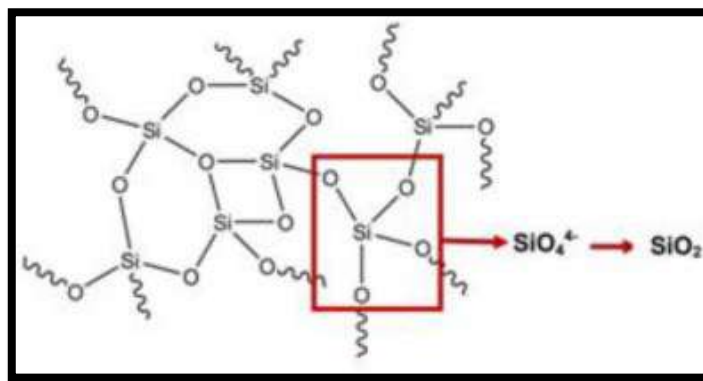


Gambar 2. 3 Sekam Padi (RRi.co.id)

### 2.4 Nanopartikel Silika

Silika memiliki dua gugus fungsi, yakni gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ) dan siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ) (Evan, Pardoyo, and Darmawan 2022). Silika atau silika dioksida merupakan senyawa oksida umum yang terdiri dari atom silikon dan oksigen. Strukturnya meliputi pusat yang terdiri dari atom silikon yang terikat dengan empat atom oksigen pada tetrahedral. Struktur tetrahedral berikatan satu sama lain guna membentuk matriks silika yang luas. Silika dapat memiliki pori dengan ukuran

sekitar 5 – 3000 Å dan wujudnya bisa amorf maupun berbentuk kuarsa yang lebih stabil. Sudut ikatan antara oksigen dan silikon berkisar  $109,5^\circ$ , sementara panjang ikatan berada pada rentang 1,54 – 1,69 Å. Adapun sudut ikatan silikon-oksigen-silikon (siloksan) dapat berada pada kisaran  $120^\circ$  –  $180^\circ$  dan dapat dipengaruhi oleh perubahan energi ikatan, sehingga memungkinkan terciptanya struktur amorf (tidak beraturan) (Nzereogu *et al.* 2023). Adapun struktur antara silikon dan oksigen dalam silika dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Struktur Ikatan Antara Atom Silikon (Si) dan Oksigen (O) dalam Silika ( $\text{SiO}_2$ ) (Nzereogu *et al.* 2023)

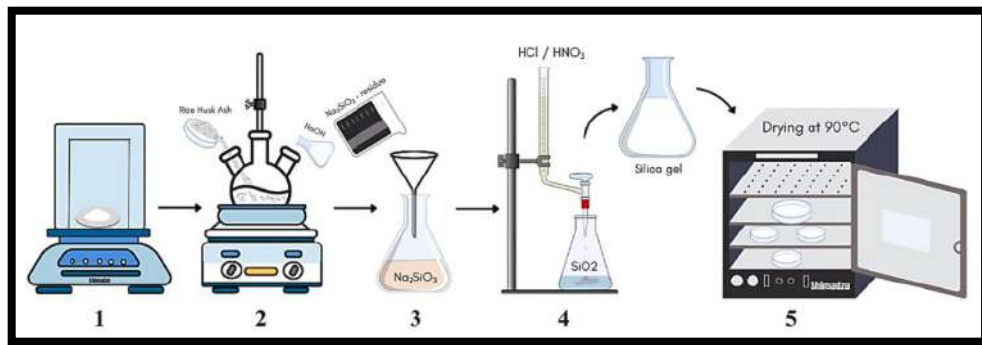
Silika memiliki sifat, yakni luas permukaan yang besar, porositas yang tinggi, dan sifat optik yang dapat disesuaikan. Besarnya luas permukaan pada silika berpotensi untuk berinteraksi yang lebih efektif antar molekul lain. Sementara itu, tingginya porositas pada nanopartikel silika dapat memberikan ruang yang cukup untuk penetrasi zat lain. Sehingga, sifat-sifat yang dimiliki silika berpotensi berinteraksi secara efektif dengan lingkungan sekitarnya. Selain itu, silika juga bersifat diamagnetik, inert, tidak menghantarkan listrik, dan memiliki kestabilan termal yang tinggi ( $1700^\circ\text{C}$ ) membuat silika mudah untuk diaplikasikan dalam beberapa modifikasi silika (Nursari *et al.* 2025; Nzereogu *et al.* 2023). Adapun karakteristik silika secara umum terdapat pada Tabel 2.2.

Tabel 2. 2 Karakteristik Silika

| Karakteristik                    | Keterangan                    |
|----------------------------------|-------------------------------|
| Rumus molekul                    | SiO <sub>2</sub>              |
| Berat jenis (g/cm <sup>3</sup> ) | 2,6                           |
| Bentuk                           | Padat                         |
| Daya larut dalam air             | Tidak larut                   |
| Titik cair (°C)                  | 1610                          |
| Titik didih (°C)                 | 2230                          |
| Kekerasan (Kg/mm <sup>2</sup> )  | 650                           |
| Kekuatan tekuk (Mpa)             | 70                            |
| Kekuatan tarik (Mpa)             | 110                           |
| Modulus elastisitas (Gpa)        | 73-75                         |
| Resistivitas (m)                 | >10 <sup>14</sup>             |
| Koordinasi geometri              | Tetrahedral                   |
| Struktur kristal                 | Kristobalit, Tridimit, Kuarsa |

Sumber: (Rahayu *et al.* 2022)

Terdapat beberapa metode yang dapat digunakan untuk modifikasi silika menjadi nanosilika, salah satunya adalah metode sol-gel, karena pendekatan ini memungkinkan material silika melalui reaksi bertahap (dari fase “sol” menuju “gel”) sehingga struktur jaringan Si–O–Si dapat lebih dikontrol. Secara umum, metode ini dinilai efektif untuk menghasilkan nanosilika dengan ukuran partikel serta morfologi yang dapat diatur. Selain itu, sifat permukaan mudah disesuaikan sehingga dapat meningkatkan kinerja silika pada berbagai aplikasi (Dzulhijjah *et al.* 2025).



Gambar 2. 5 Prosedur Metode Sol-Gel untuk Sintesis Nanosilika (Dzulhijjah *et al.* 2025)

## 2.5 Cangkang Udang

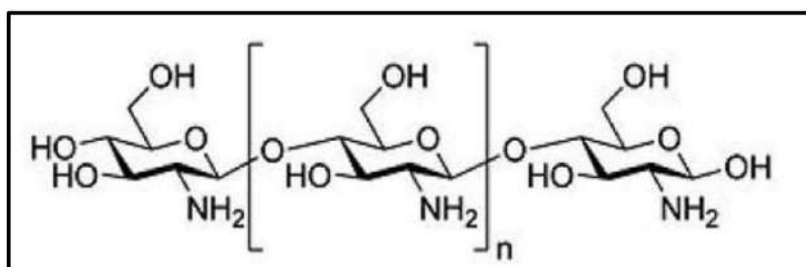
Udang adalah salah satu hewan yang termasuk kedalam kelas *Crustacea*, memiliki struktur tubuh yang unik dan tersegmentasi. Tubuh udang pada setiap segmennya dilindungi oleh eksoskeleton atau cangkang keras yang tersusun dari kitin dan diperkuat oleh senyawa kalsium karbonat. Kitin berperan sebagai komponen utama penyusun kerangka luar, yang dapat memberikan kekuatan sekaligus fleksibilitas bagi udang. Limbah cangkang udang mengandung tiga konstituen utama seperti kalsium karbonat (45% - 50%), protein (25% - 44%), dan kitin (15% - 20%) (Andriani, Lazuardi, and Cahya 2025). Limbah kulit udang dapat dimanfaatkan sebagai sumber kitin dan kitosan, selanjutnya diolah menjadi *beads* kitosan sebagai bioadsorben alami dan ramah lingkungan untuk menyerap pewarna tekstil (Yuliasara, Sari, and Choriah 2019).



Gambar 2. 6 Kulit Udang

## 2.6 Kitosan

Kitosan adalah turunan fungsional yang terdiri dari kitin dengan melalui proses deasetilasi gugus asetamida pada posisi C-2 monomer N-asetil-D-glukosamin menjadi gugus amino, dengan derajat deasetilasi (DD) lebih dari 50% (Shagdarova *et al* 2025). Sumber utama kitosan berasal dari kitin yang diperoleh dari eksoskeleton invertebrata laut serta dapat ditemukan pada struktur serangga, arthropoda, dan moluska. Kitin memiliki sifat fisik, yakni tidak larut dalam air dan setelah pemurnian akan menjadi serbuk kekuningan (Santos *et al.* 2020). Kitosan merupakan biopolimer yang berasal dari kitin dengan polimer linear dari unit  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4)-2-amino-2-deoksi-d-glukosa (d-glukosamin) dengan rumus kimia  $C_6H_{11}NO_4$  (Dambuza *et al.* 2025; Ulfah *et al.* 2023). Selain itu, kitosan juga sebagai polisakarida kationik semi-kristalin yang dapat menarik molekul bermuatan positif serta dapat meningkatkan ikatan karena memiliki gugus fungsional amino ( $-NH_2$ ), sedangkan gugus lainnya yakni gugus hidroksil ( $-OH$ ) ikut membantu meningkatkan kemampuan kapasitas adsorpsi. Kitosan alami bersifat tidak beracun, tidak menyebabkan alergi, biodegradable, biokompatibel, murah, hidrofilik, aktif secara biologi, dan dapat membentuk serat dalam film (Benettayeb *et al.* 2023). Adapun struktur senyawa kitosan dapat dilihat pada Gambar 2.7.



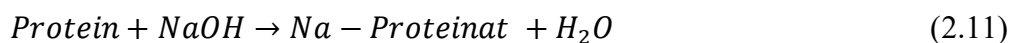
Gambar 2. 7 Struktur Senyawa Kitosan (Ulfah *et al.* 2023)

Terdapat tiga proses untuk mengekstrak kitosan secara kimiawi (Hakam, Praditama, and Kurniati 2023), diantaranya:

1. Deproteinasi

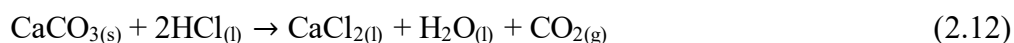
Tahap deproteinasi berfungsi untuk menghilangkan kandungan protein pada suatu material. Jika protein tidak dihilangkan dapat mengakibatkan percepatan

pembusukan sehingga dapat mempengaruhi masa simpan dari kitin. Penghilangan protein yang terikat pada kitin dapat menggunakan beberapa larutan seperti NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, KOH, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Ca(OH)<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, NaHSO<sub>3</sub>, CaHSO<sub>3</sub>, Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, dan Na<sub>2</sub>S. Reaksi yang terjadi pada tahap ini dapat dilihat pada Persamaan 2.11.



## 2. Demineralisasi

Tahap demineralisasi digunakan untuk menghilangkan kandungan mineral dalam material dengan menggunakan larutan asam kuat. Larutan asam kuat yang paling umum digunakan adalah H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl, CH<sub>3</sub>COOH, HNO<sub>3</sub>, dan HCOOH (Santos *et al.* 2020). Pada umumnya garam mineral terikat adalah senyawa kalsium (CaCO<sub>3</sub>) dan kalsium fosfat (Ca(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>). Besarnya kandungan mineral pada suatu material dapat menyebabkan penurunan kemampuan penyerapan. Demineralisasi terjadi melalui dekomposisi kalsium karbonat menjadi kalsium klorida dan kalsium fosfat menjadi asam fosfat, seperti yang ditunjukkan pada Reaksi 2.12 dan Reaksi 2.13.



## 3. Deasetilasi

Tahap deasetilasi bertujuan untuk melepaskan gugus asetil (–CH<sub>3</sub>COO) pada kitin sehingga akan terbentuk gugus amina(–NH<sub>2</sub>) dengan menggunakan larutan basa kuat. Gugus asetil yang terlepas dari struktur kitin dinyatakan dalam bentuk derajat deasetilasi. Derajat deasetilasi digunakan untuk menentukan mutu, nilai komersial, dan aplikasi kitosan. Nilai derajat deasetilasi dapat dihitung menggunakan dua baseline yang berbeda, yakni *baseline a* yang dikemukakan oleh Domzy dan Roberts tertulis pada Persamaan 2.14 dan *baseline b* yang merupakan modifikasi dari *baseline a* oleh Baxter *et al* tertulis pada Persamaan 2.15 (T. A. Khan, Peh, and Ch'ng 2002).

$$\%DD = \left[ 100 - \left( \frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right] \quad (2.14)$$

$$\%DD = 1 - \left[ \frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times 155 \right] \quad (2.15)$$

Keterangan :

$A_{1655}$  = Absorbansi bilang gelombang  $1655 \text{ cm}^{-1}$

$A_{3455}$  = Absorbansi bilang gelombang  $3450 \text{ cm}^{-1}$

155 dan 1,33 = Konstanta dari perbandingan  $A_{1655}/A_{3450}$  untuk kitosan yang terdeasetilasi sempurna dengan asumsi  $A_{1655}/A_{3450} \times 155$  mendapatkan nilai 0.

Nilai absorbansi untuk Gugus amina dan asetamida didapatkan dari persamaan matematis yang dikemukakan oleh Sabnis dan Block yang tertulis pada Persamaan 2.16 dan Persamaan 2.17.

$$A_{1655 \text{ amide}} = \log_{10} \left[ \frac{DF_1}{DE} \right] \text{ atau } A_{1655 \text{ amide}} = \log_{10} \left[ \frac{DF_2}{DE} \right] \quad (2.16)$$

$$A_{1655 \text{ hidroksil}} = \log_{10} \left[ \frac{AC}{AB} \right] \quad (2.17)$$

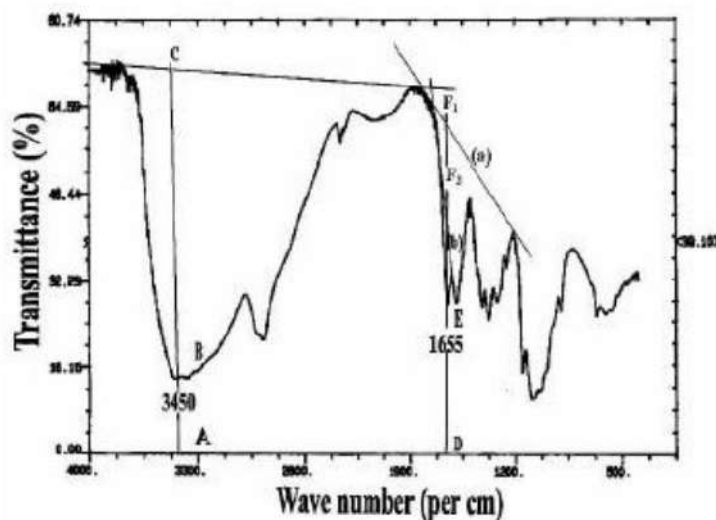
Keterangan:

$DF_1$  = untuk *baseline a*

$DF_2$  = untuk *baseline b*

DE, AC, dan AB = mennggambarkan ketinggian mutlak dari pita penyerapan kelompok fungsi pada panjang gelombang masing-masing.

Nilai  $DF_1$ ,  $DF_2$ , DE, AC, dan AB didapatkan dari sepktra IR seperti pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Metode *Baseline* (T. A. Khan, Peh, and Ch'ng 2002)

## 2.7 Pencangkakan (*Grafting*)

Pencangkakan (*Grafting*) merupakan metode yang memodifikasi polimer dengan cara pencangkakan suatu monomer yang terhubung sebagai cabang pada sisi rantai utama sebuah polimer (Sari, Susmanto, and Khalisa 2022). Persen *grafting* dihitung menggunakan Persamaan 2.15.

$$\text{Persentasi Grafting (\%)} = \frac{M_{\text{grafted copolymer}} - M_{\text{chitosan}}}{M_{\text{chitosan}}} \times 100\% \quad (2.15)$$

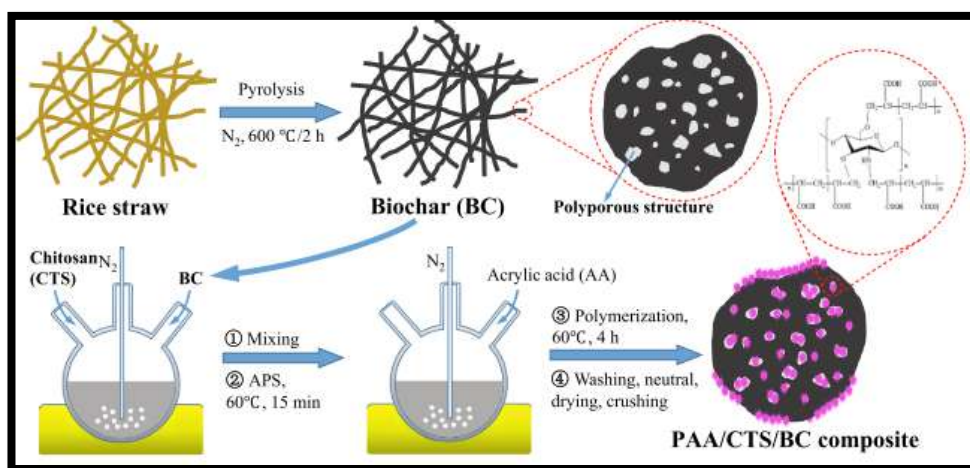
Polimerisasi *grafting* merupakan metode yang menarik, dimana satu atau lebih rantai samping polimer dilekatkan secara kimia pada rantai utama polimer melalui ikatan kovalen untuk mengubah sifat reologi, kemampuan hidrofilik, muatan polimer, struktur/konfirmasi rantai molekul, keadaan agregasi, dan kemampuan dalam membentuk kompleks dari polimer induk. Pada teknik ini, rantai samping polimer tumbuh berasal dari polisakarida *backbone (grafting from)*. Terdapat tiga metode umum untuk sintesis *grafting* polimer (Lavlinskaya *et al.* 2024; Purohit *et al.* 2023), yakni:

1. *grafting to*, pendekatan *grafting* dimana menghubungkan rantai samping ke tulang punggung linier melalui reaksi kopling.
2. *grafting from*, pendekatan *grafting* dimana membentuk rantai samping yang tumbuh dari gugus inisiator pada *backbone* dengan memanfaatkan polimer *backbone* yang telah dibuat sebelumnya sebagai makroinisiator.
3. *grafting through*, pendekatan *grafting* dimana makrometer yang telah memiliki rantai samping yang terikat dipolemerisasi sebagai bagian dari proses.

Pada pengaplikasian adsorpsi dengan polutan zat warna, kitosan dapat dimodifikasi dengan penambahan gugus fungsi tertentu melalui proses *grafting* menggunakan polimer lain. Terdapat beberapa polimer yang sering digunakan, seperti poliakrilamida, *poly(methacrylic acid)* (PMAA), *poly(sodium 4-styrene sulfonate)* (PSSA), *poly(acrylic acid)* (PAA), dan *poly(2-acrylamido-2-methyl-1-propanesulfonic acid)* (PAMPS). Mikrosfer hasil *grafting* PAA dan PAMPS pada kitosan memiliki kapasitas adsorpsi tinggi terhadap *methylen blue*, yang disebabkan oleh keberadaan gugus amina, hidroksil, karboksilat, dan sulfonat. Peningkatan kandungan asam akrilat (AA) dapat menyebabkan ukuran pori pada material

menjadi lebih kecil dan distribusi pori menjadi lebih seragam. Hal tersebut dikarenakan berkurangnya hambatan sterik antara unit berulang dari rantai polimer ketika kandungan AA lebih tinggi. Gugus fungsional AA akan relatif kecil yang berpotensi terbentuknya ikatan hidrogen yang lebih rapat serta interaksi yang lebih kuat antar struktur berpori yang saling terhubung. Selanjutnya, akan meningkatkan kerapatan ikatan silang (*crosslinking*) sehingga menghasilkan struktur berpori yang saling terhubung (Phonlakan *et al.* 2023).

Mekanisme *grafting* pada material komposit pada umumnya berlangsung melalui polimerisasi radikal. Pada komposit PAA-Chitosan(CS)-Biochar(BC), CS dilarutkan terlebih dahulu kemudian dicampurkan dengan BC, pada proses ini dilakukan siste, dipurging N<sub>2</sub> untuk menghilangkan oksigen terlarut, karena O<sub>2</sub> dapat menghambat reaksi radikal bebas. Penambahan amonium persulfat (APS) sebagai inisiator yang akan membentuk situ radikal aktif pada CTS. Kemudian, ketika monomer AA dimasukkan, maka akan berpropagasi membentuk rantai PAA yang *tergrafting* pada CTS atau terjangkar di permukaan pori BC. Hasil akhirnya berupa jaringan hidrogel PAA yang kaya akan gugus fungsional (karboksilat, hidroksil, dan amina) sehingga permukaan komposit menjadi jauh lebih reaktif dan selektif untuk interaksi lanjutan. Adapun mekanisme sintesis komposit poli(asam akrilik) yang di *grafting* dengan kitosan dan biochar (PAA/CS/BC) dapat dilihat pada Gambar 2.9 (Zhang *et al.* 2019).

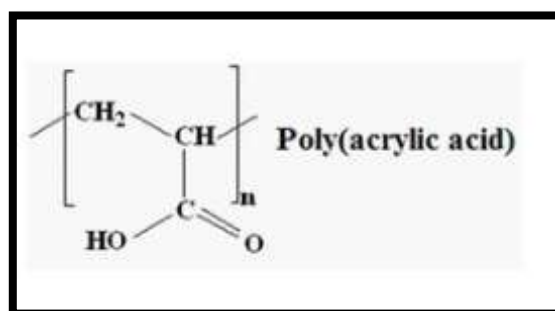


Gambar 2. 9 Representatif Skematis Sintesis Komposit *Poly(Acrylic Acid)* yang di *Grafting* dengan Kitosan dan Biochar (PAA/CS/BC) (Zhang *et al.* 2019)

## 2.8 Poly(Acrylic Acid)

Asam akrilat (AA) atau *acrylic acid* (IUPAC, *prop-2-enoic acid*) merupakan senyawa organik dengan rumus kimia  $C_3H_4O_2$  ( $CH_2=CH-CO_2H$ ). Asam akrilat memiliki ikatan rangkap  $C=C$  sekaligus gugus karboksilat ( $-COOH$ ). Gugus fungsi tersebut memiliki sifat reaktif terhadap polimerisasi radikal bebas, sehingga menjadikan monomer ini sebagai kunci dalam sintesis poli(asam akrilat), bahan superabsorben, dan ester akrilat. Karakteristik asam akrilat, yakni cairan yang tidak berwarna dengan titik didih  $141^\circ C$  dan titik leleh  $13,5^\circ C$ . Pada kondisi asam, AA lebih kuat dari asam asetat dengan konstanta disosiasi  $5,5 \times 10^{-5}$  ( $pK_a$  4,26). Asam akrilat dapat dicampur dengan air dan mempunyai titik beku minimum  $-12,5^\circ C$  serta kandungan air 37% (Barus *et al.* 2025; Kuznetsov, Maximov, and Beletskaya 2024). Asam akrilat juga merupakan superabsorben serta mempunyai sifat mukoadhesif yang bergantung pada konsentrasi (M. A. Khan *et al.* 2022).

*Poly(acrylic acid)* (PAA) merupakan polielektrolit lemah yang memiliki gugus karboksil di sepanjang rantai utamanya, dimana gugus tersebut mengalami disosiasi secara bertahap seiring dengan kenaikan pH hingga pH 4,5. Dimana tersebut mengakibatkan derajat disosiasi gugus  $COOH$  pada rantai PAA yang sangat rendah sehingga rantai molekul cenderung kompak (*globular*) yang diakibatkan ikatan hidrogen dan gaya tarik *Van der Waals*. Ketika pH dinaikkan di atas 4,5 derajat disosiasi meningkat secara cepat pada pH 9. Pada kondisi tersebut, rantai PAA mengalami perluasan menjadi konformasi teregang akibat tolakan elektrostatik antar gugus  $-COO^-$  sepanjang rantai. (Morariu, Avadanei, and Nita 2024). Adapun struktur poli(asam akrilik) dapat dilihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2. 10 Struktur *Poly(acrylic acid)*  
(Morariu, Avadanei, and Nita 2024)

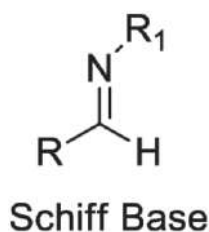
## 2.8 Schiff-base

*Schiff base* merupakan kelompok senyawa organik yang memiliki ikatan rangkap karbon-nitrogen ( $\text{C}=\text{N}$ ). Senyawa ini disintesis melalui reaksi kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil yang dapat dilihat pada Gambar 2.11 (Sirumapea and Anggraini 2016).



Gambar 2. 11 Reaksi Pembuatan *Schiff-base* (Sirumapea and Anggraini 2016)

Sebagian besar *Schiff-base* ditandai dengan keberadaan gugus azometin, yang dalam kimia organik direpresentasikan dengan rumus umum  $\text{RHC}=\text{N}-\text{R}^1$ , seperti pada Gambar 2.12. Gugus alkil, aril, atau heterosiklik berperan sebagai substituen R maupun  $\text{R}^1$ . Keberadaan pasangan elektron bebas (*lone pair*) pada atom nitrogen berhubungan dengan hibridasi  $\text{sp}^2$ , sehingga gugus  $\text{C}=\text{N}$  bersifat reaktif dikarenakan melibatkan atom karbon dan nitrogen. Senyawa ini memiliki sifat yang kuat seperti kemampuan beradaptasi, kesederhanaan, dan fungsionalitas. Selain itu, senyawa ini telah menunjukkan anti bakteri, antijamur, antivirus, antiinflamasi, dan antioksidan (Mushtaq *et al.* 2024).



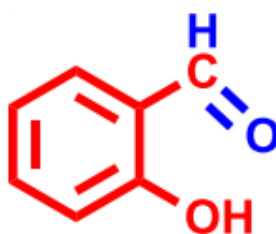
Gambar 2. 12 Reaksi Umum *Schiff-base* (Mushtaq *et al.* 2024)

Modifikasi kitosan melalui pembentukan *schiff-base* dapat memengaruhi sifat termalnya. Analisis *Thermogravimetric Analysis* (TGA) menunjukkan bahwa terdapat dua tahap pada kitosan murni, yaitu suhu 27-105°C akibat penguapan air dan suhu 255-363°C yang merujuk pada depolimerisasi polisakarida. Kitosan yang terschiff-base mengalami peningkatan ketahanan terhadap panas yang ditunjukkan pergeseran suhu degradasi yang lebih tinggi serta perubahan pola dekomposisi.

Modifikasi ini mendapatkan hasil bahwa material dapat bertahan hingga kisaran 400-475°C (Alamri *et al.* 2025).

## 2.9 Salisilaldehida (*Salicylaldehyde*)

Salisilaldehida termasuk kedalam senyawa aldehida aromatik yang sering disebut sebagai 2-hidroksibenzaldehida, merupakan senyawa sederhana dan alami. Salisilaldehida memiliki sifat fluoresensi yang lemah karena hanya mengandung sistem cincin benzena dengan konjugasi  $\pi$  yang relatif terbatas (Barbosa and Cavalheiro 2018; Zhuang, Qu, and Kang 2020). Selanjutnya, salisilaldehida memiliki sifat yang lebih stabil dari gugus alkil, karena memiliki efek konjugasi yang akan berkontribusi pada stabilisasi ikatan imina (Barbosa and Cavalheiro 2018). Selain itu, keunggulan salisilaldehida adalah tidak toksik dan memiliki aktivitas antimikroba yang relevan (Andreica *et al.* 2024). Adapun Gambar 2.13 menyajikan gambar struktur salisilaldehida.



Gambar 2. 13 Struktur Salisilaldehida (Andreica *et al.* 2024)

## 2.10 Zat Warna *Methyl Orange* (MO)

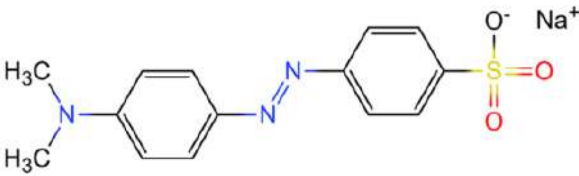
*Methyl orange* [(MO) dimetilaminoazobenzenesulfonat] merupakan pewarna azo anionik yang umum dan sering digunakan sebagai zat warna model yang mempresentasikan golongan azo anionik. Pewarna sintetis organik yang larut dalam air ini memiliki intensitas pewarnaan yang tinggi dan menimbulkan warna jingga terang (*orange*) saat dilarutkan dalam air. Sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.14 bagian struktur, pewarna azo seperti *methyl orange* mengandung gugus aromatik dan gugus azo ( $-N=N-$ ) yang terikat pada dua cincin benzena dan satu cincin memiliki gugus sulfonat ( $-SO_3Na$ ). *Methyl orange* memiliki sifat yang sangat toksik, karsinogenik, dan teratogenik, sehingga menimbulkan dampak

merugikan bagi lingkungan maupun organisme (Strebel *et al.* 2024; Wu *et al.* 2021). Adapun sifat fisik dan kimia dari *methyl orange* (MO) dapat dilihat pada Tabel 2.4

Tabel 2. 3 Sifat Fisik dan Kimia *Methyl Orange* (MO)

| Sifat Fisik dan Kimia                                    | Keterangan                                                        |
|----------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|
| Nama                                                     | <i>Methyl orange</i>                                              |
| Sinonim                                                  | Sodium 4-[(4dimethylamino) phenylazo]benzenesulfonate             |
| Kelas Kimia                                              | Pewarna azo                                                       |
| Rumus kimia                                              | C <sub>14</sub> H <sub>14</sub> N <sub>3</sub> NaO <sub>3</sub> S |
| pKa (dalam air pada 25°C) (konstanta kesetimbangan asam) | 3,47                                                              |
| $\lambda_{max}$ (panjang gelombang adsorpsi maksimum)    | 463,5 – 464 nm                                                    |
| pH optimal                                               | 4                                                                 |
| Berat molekul (Mr)                                       | 327,33 g/mol                                                      |
| Konsistensi                                              | Serbuk jingga                                                     |

Sumber: (Abbes *et al.* 2024; F. A. Khan *et al.* 2022; Kishor *et al.* 2021)



Gambar 2. 14 Rumus Struktur Molekul *Methyl Orange* (MO) (Wu *et al.* 2021)

### 2.11 Point of Zero Charge (pH<sub>PZC</sub>)

pHpzc merupakan pH yang mempresentasikan kondisi muatan permukaan bersih pada adsorben dalam larutan. Kemudahan adsorpsi dalam molekul atau ion ke permukaan adsorben bergantung pada pHpzc material tersebut. Informasi yang diberikan pada pengujian pHpzc berguna untuk menentukan dan mengoptimalkan pH operasi yang paling efektif, sehingga adsorbat tertentu dapat dihilangkan dari larutan dengan mengubah muatan permukaan bersih material yang akan digunakan sebagai adsorben dalam larutan (Egbedina *et al.* 2021). Pada tingkat pH di bawah pHpzc (pH < pHpzc), maka permukaan adsorben bermuatan positif, sedangkan jika tingkat pH di atas pHpzc (pH > pHpzc), maka permukaan adsorben bermuatan

negatif (Aungthitipan, Janthakhot, and Tansomrot 2025). Adapun perhitungan untuk menentukan pH<sub>pzc</sub> yang dapat dilihat pada Persamaan 2.18, dilakukan melalui metode penambahan padatan (*solid addition method*) dengan menghitung selisih pH awal (pH<sub>i</sub>) dan pH akhir (pH<sub>f</sub>) setelah mencapai kesetimbangan. Kemudian, nilai pH<sub>pzc</sub> diperoleh dari pH pada saat ΔpH bernilai nol (ΔpH = 0) berdasarkan grafik ΔpH terhadap pH<sub>i</sub> (Akl *et al.* 2023).

$$\Delta pH = pH_i - pH_f \quad (2.18)$$

## 2.12 Spektrofotometer UV -Vis

Spektrofotometer UV – Vis (*Ultra Violet – Visible*) merupakan alat yang digunakan menentukan daya serap suatu cairan yang mengandung sekelompok kromofor pada panjang gelombang cahaya tertentu (Hidayah *et al.* 2024). Prinsip kerja spektrofotometer UV – Vis didasarkan pada penyerapan cahaya dan hukum Lambert-Beer, dimana atom dan molekul berinteraksi dengan radiasi elektromagnetik. Panjang gelombang pada sekitar ultraviolet sebesar 180 nm – 380 nm, sedangkan pada sekitar *visible* adalah 380 nm – 780 nm (Ahriani *et al.* 2021). Spektrofotometer UV – Vis memiliki keunggulan, yakni memiliki metode yang lebih cepat, mudah, murah, dan lebih ramah lingkungan yang mampu menganalisis banyak zat organik dan anorganik, selektif, serta mempunyai ketelitian yang tinggi dengan kesalahan relatif sebesar 1 – 3% (Iman and Auli 2023). Selain itu, spektrofotometer UV – Vis mampu menganalisis konsentrasi zat warna *methyl orange* (MO) menggunakan panjang gelombang sebesar 464 nm (Kishor *et al.* 2021).

## 2.13 Karakterisasi Adsorben

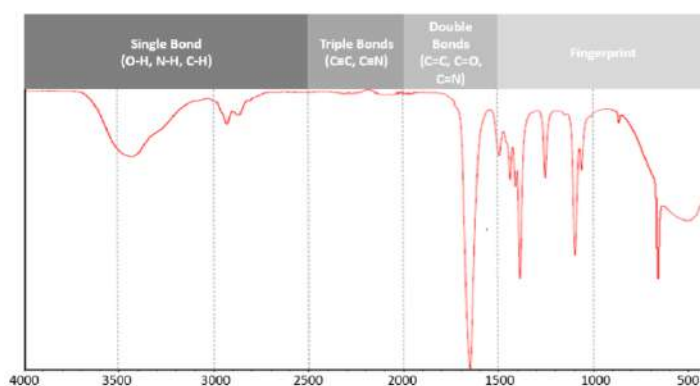
### 2.13.1 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan metode spektroskopi inframerah modern yang terdapat teknik transformasi *Fourier* yang digunakan untuk mendeteksi dan menganalisis hasil spektrumnya. Spektrum FTIR adalah hasil interaksi antara senyawa kimia pada matriks sampel yang kompleks. Spektrum FTIR dapat memberikan informasi struktur molekuler dengan serangkaian pita serapan yang spesifik pada masing-masing molekul yang

nantinya akan digunakan untuk membedakan suatu bahan baku yang memiliki kemiripan (Nurfitriyana *et al.* 2022). Pada adsorben, FTIR dapat digunakan untuk mengkarakterisasikan, seperti *molecularly imprinted polymers* (MIPs), metal organik *frameworks* (MOF), *covalent organic frameworks* (COFs), dan material hibrida (Gong, Chen, and Wu 2024). Spektroskopi FTIR bekerja berdasarkan pada vibrasi suatu molekul. Spektrum FTIR suatu molekul yang dapat diperoleh sebagai hasil dari transisi antar tingkat energi getaran (vibrasi) yang berlainan. Getaran atau osilasi akan dialami ketika inti-inti atom terikat oleh ikatan kovalen (Kombongkila, Taunaumang, and Tumimomor 2024).

Spektrum FTIR memberikan data “adsorpsi terhadap bilangan gelombang” atau “transmisi dengan bilangan gelombang”. Pada umumnya, spektrum IR dibagi menjadi 3 wilayah bilangan gelombang pada, yakni far-IR ( $<400\text{ cm}^{-1}$ ), mid-IR ( $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ ), dan near-IR ( $4000\text{-}13000\text{ cm}^{-1}$ ). Diketahui bahwa mid-IR paling sering digunakan dalam analisis sampel, namun *far-IR* dan juga *near-IR* juga berkontribusi dalam memberikan informasi terkait sampel yang dianalisis. Terdapat empat wilayah pada spektrum mid-IR yang dapat dilihat pada Gambar 2.15 (Nandiyanto, Oktiani, and Ragadhita 2019):

1. Daerah ikatan tunggal ( $2500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ ),
2. Daerah ikatan tripel ( $2000\text{-}2500\text{ cm}^{-1}$ ),
3. Daerah ikatan ganda ( $1500\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ ),
4. Daerah sidik jari ( $600\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ ).



Gambar 2. 15 Daerah Spektrum Mid-IR  
(Nandiyanto, Oktiani, and Ragadhita 2019)

### 2.13.2 X-Ray Diffraction (XRD)

*X-ray Diffraction* merupakan metode karakterisasi material yang menggunakan sinar X untuk mengidentifikasi jenis dan sifat kristal dari suatu material. Uji XRD juga dapat digunakan untuk menganalisis padatan kristal. Prinsip yang digunakan yaitu dengan mendifraksi cahaya melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kristal terjadi ketika radius yang digunakan memiliki panjang gelombang yang sebanding dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom (Febriliani, Denny, and Antarnusa 2025). Ukuran kristalit ( $t$ ) didefinisikan sebagai ukuran terkecil dari suatu kristal tunggal. Nilai ukuran kristalit dapat ditentukan menggunakan persamaan *scherrer*, sebagaimana ditunjukkan pada Persamaan 2.19.

$$t = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.19)$$

Dengan,

$t$  = Ukuran partikel

$k$  = Konstanta *scherrer* (0,9)

$\lambda$  = Panjang gelombang

$\beta$  = lebar penuh pada setengah maksimum (FWHM)

$\theta$  = sudut difraksi

### 2.13.3 Scanning Electron Microscope (SEM) – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX)

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan metode yang digunakan untuk mengidentifikasi morfologi permukaan dan struktur mikro serta nano dari material komposit dengan perbesaran sampai dengan satu juta kali (1.000.000 x). Pada dasarnya SEM bekerja dengan prinsip hamburan balik elektron (*electron beam*) dari permukaan sampel, yang selanjutnya ditangkap menjadi citra beresolusi tinggi. Sementara itu, analisis *Energi Dispersive X-Ray* (EDX) yang terintegrasi dengan SEM dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur-unsur kimia penyusun permukaan komposit (A. P. Dewi *et al.* 2025; Gundara, Ramadhan, and Wagiman 2023).

#### **2.13.4 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)**

*Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis sifat kemagnetan yang terdapat pada sampel. Sampel diklasifikasikan sebagai magnet lunak (*soft magnet*) apabila memiliki nilai koersivitasnya kurang dari 1 kOe ( $< 1$  kOe) yang menunjukkan bahwa sampel mudah mengalami magnetisasi karena hanya memerlukan energi yang relatif kecil. Pada magnet lunak memiliki anti-feromagnetik. Sementara itu, sampel yang memiliki nilai koersivitas lebih dari 1 kOe ( $> 1$  kOe) termasuk kedalam magnet keras (*hard magnet*), yang ditandai oleh kurva histeris yang luas dan memerlukan energi yang lebih besar supaya sampel dapat termagnetisasi. Faktor yang dapat mempengaruhi rendahnya sifat kemagnetan pada sampel, yakni masih terdapat pengotor-pengotor (*gangue*) yang menempel (Puspita, Melinia, and Naibaho 2022).

#### **2.13.5 Brunauer-Emmett-Teller (BET)**

Brunauer-Emmett-Teller (BET) merupakan metode yang digunakan dalam menentukan luas permukaan spesifik dan volume porositas, seperti padatan, dan bubuk. Luas permukaan menjadi parameter penting, khususnya pada material berstruktur pori, sehingga metode ini banyak diaplikasikan dalam penelitian yang berkaitan dengan proses adsorpsi. Prinsip kerja metode BET didasarkan pada proses adsorpsi molekul gas pada permukaan material. Ketika gas terpapar dengan padatan, molekul gas akan melekat pada permukaan akibat adanya gaya tarik, sehingga terbentuk lapisan molekul teradsorpsi. Seiring dengan meningkatnya tekanan gas, lapisan adsorpsi berikutnya akan terbentuk, yang menyebabkan terjadinya adsorpsi multilayer.

Proses BET diawali dengan memaparkan material padat terhadap gas pada suhu tertentu. Kemudian tekanan gas akan dinaikkan secara bertahap dan jumlah gas yang teradsorpsi disetiap tingkat akan diukur. Data tersebut akan digunakan dalam menyusun isotherm BET, yakni grafik hubungan jumlah gas ( $N_2$ ) teradsorpsi dengan tekanan relatif, dimana bagian linier pada tekanan menengah digunakan untuk analisis. Pada metode ini, kapasitas monolapis gas

bisa ditentukan dan digunakan untuk menghitung luas permukaan spesifik material (Irwansyah *et al.* 2024).

#### **2.14 Metode *One-Way Analysis of Variance* (ANOVA)**

Analisis varian yang sering disebut ANOVA (*Analysis of Variance*) merupakan teknik analisis statistik yang dikembangkan pertama kali oleh Sir Ronald A. Fisher. ANOVA merupakan teknik inferensial yang digunakan untuk menilai pengaruh dari variabel bebas terhadap variabel terikat melalui perbedaan rata-rata dari beberapa kelompok (Lestari *et al.* 2025). Tujuan utama adalah untuk menguji variabilitas (perbedaan) pada data dapat dijelaskan dengan faktor-faktor yang diuji (seperti perlakuan, grup, eksperimen, dll) atau apakah perbedaan itu terjadi tanpa pola tertentu.

ANOVA memiliki data yang dibagi menjadi 2 komponen utama, yakni variansi antar kelompok (antara perlakuan atau grup yang diuji) dan Variansi dalam kelompok (variansi yang terjadi di dalam tiap grup yang diuji). Apabila variansi antar kelompok lebih besar dari variansi dalam kelompok, hal ini mengindikasikan bahwa faktor yang diuji berpengaruh signifikan terhadap perbedaan rata-rata. Pada umumnya, variansi dibagi menjadi variansi sistematis dan variansi standar. Adanya variansi sistematis dikarenakan terdapat pengaruh tertentu yang membuat nilai cenderung bergerak ke arah tertentu dibandingkan arah lainnya. Variansi antar kelompok merupakan salah satu bentuk variansi sistematis, dimana menunjukkan adanya perbedaan hasil pengukuran antar kelompok. Oleh sebab itu, jika uji t digunakan untuk membandingkan dua rata-rata, maka untuk membandingkan beberapa rata-rata digunakan uji yang dikenal sebagai *analysis of variance* (ANOVA) (Nainggolan *et al.* 2025).

Terdapat beberapa jenis ANOVA, antara lain:

1. ANOVA Satu Jalur (*One-Way ANOVA*)

Digunakan untuk membandingkan rata-rata dari dua atau lebih kelompok berdasarkan satu variabel independen, dengan tujuan menguji hipotesis bahwa seluruh kelompok memiliki rata-rata yang sama.

## 2. ANOVA Dua Jalur (*Two-Way* ANOVA)

Berpotensi mempengaruhi analisis dua variabel independen terhadap satu variabel dependen, termasuk interaksi antara kedua variabel tersebut.

## 3. ANOVA Berulang (*Repeated Measures* ANOVA)

Digunakan ketika pengukuran dilakukan pada subjek yang sama pada beberapa waktu atau kondisi dalam kondisi yang berbeda.

## 4. ANCOVA (*Analysis of Covariance*)

Merupakan gabungan ANOVA dan regresi yang mengontrol kovariat untuk meningkatkan akurasi analisis.

### 2.15 Penelitian Terdahulu

Penelitian terdahulu merupakan kajian atau studi yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya dan memiliki keterkaitan dengan topik penelitian yang berfungsi sebagai referensi untuk penelitian selanjutnya. Adapun rangkuman dari penelitian terdahulu yang dijadikan referensi dapat dilihat pada Tabel 2.5.

Tabel 2. 4 Penelitian Terdahulu

| No. | Sumber                          | Penelitian                            | Ikatan Silang | Polutan                                                                                                             | Hasil                                                                                                                                                                                                                                                                      |
|-----|---------------------------------|---------------------------------------|---------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1   | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022) | Sintesis Adsorben Nano-Kitosan        | -             | Fe                                                                                                                  | Nano kitosan yang dihasilkan mampu mengadsorpsi larutan Fe hingga sebesar 81,35%.                                                                                                                                                                                          |
| 2   | (Mondal <i>et al.</i> 2024)     | Sintesis Adsorben CS-SiO <sub>2</sub> | -             | Logam Berat (Cr <sup>6+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> ) dan Zat Warna (BG, MB, RB) | Adsorben hasil sintesis mampu menghilangkan zat warna (BG, MB, RB) dan logam berat (Cr <sup>6+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> ). CNPs menunjukkan kapasitas adsorpsi tertinggi terhadap RB (59,52 mg/g) dan Cr <sup>6+</sup> (42,55 mg/g). |
| 3   | (Bavel <i>et al.</i> 2023)      | Sintesis Nano-Kitosan                 | STPP          | -                                                                                                                   | CNP berukuran besar (95–219 nm) diperoleh melalui pengaturan kekuatan ion dan pH serta pemurnian dengan ultracentrifugasi atau kromatografi eksklusi ukuran, sedangkan CNP kecil (68–77 nm) dihasilkan                                                                     |

| No. | Sumber                          | Penelitian                                                             | Ikatan Silang                                                           | Polutan                                                                                                   | Hasil                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
|-----|---------------------------------|------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|     |                                 |                                                                        |                                                                         |                                                                                                           | melalui proses homogenisasi dan filtrasi.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| 4   | (Dzulhijjah <i>et al.</i> 2025) | Ekstraksi Nano-Silika                                                  | -                                                                       | -                                                                                                         | Hasil penelitian menunjukkan rendemen silika yang tinggi sebesar 51,98% dengan tingkat kemurnian hingga 95% dan ukuran partikel lebih dari 23 nm pada suhu kalsinasi 800 °C menggunakan HNO <sub>3</sub> sebagai agen presipitasi.                                                                                                                        |
| 5   | (Li <i>et al.</i> 2024)         | Sintesis Adsorben Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub>     | -                                                                       | <i>Methyl orange</i> (MO)                                                                                 | Modifikasi komposit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub> meningkatkan kapasitas adsorpsi MO hingga 182,503 mg/g (dari 15,5 mg/g) serta dapat mempertahankan efisiensi 83% setelah lima siklus regenerasi                                                                                                                                      |
| 6   | (Kamari and Shahbazi 2020)      | Sintesis Adsorben Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub> @CS | -                                                                       | Logam berat (Pb <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , dan Cd <sup>2+</sup> ) dan Zat Warna (MB, CR, dan RB5) | Efisiensi penghilangan ion logam berat meningkat dari sebesar 14,95%, 15,45%, dan 16,11% menjadi 98,11%, 98,61%, dan 98,86% pada masing-masing untuk Pb <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , dan Cd <sup>2+</sup> . Seluruh membran NF menunjukkan retensi zat warna lebih dari 98,2% baik untuk zat warna kationik maupun anionik seperti MB, CR, dan RB5. |
| 7   | (El-Sayed <i>et al.</i> 2023)   | Sintesis Adsorben CS-DAC-gPAA ( <i>Grafting</i> )                      | <i>dialdehyde cellulose</i> (DAC) - <i>Methylen Bisacrylamide</i> (MBA) | Logam Berat (Ni <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> )                                     | Adsorben menunjukkan kemampuan <i>swelling</i> tinggi (872%) serta efisiensi dan selektivitas yang sangat baik dalam menghilangkan ion Ni <sup>2+</sup> meskipun terdapat ion pengganggu Pb <sup>2+</sup> dan Cu <sup>2+</sup> .                                                                                                                          |
| 8   | (Huang <i>et al.</i> 2021)      | Sintesis Adsorben CS-SA ( <i>Schiff base</i> )                         | salisilaldehida                                                         | <i>Methyl orange</i> (MO)                                                                                 | SCSB menunjukkan kinerja adsorpsi yang lebih baik dibandingkan kitosan, dengan tingkat penghilangan MO masing-masing sebesar 79,80% (SCSB) dan 24,75% (kitosan)                                                                                                                                                                                           |

| No. | Sumber                           | Penelitian                                                                   | Ikatan Silang                  | Polutan                         | Hasil                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
|-----|----------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 9.  | (Alharthi <i>et al.</i> 2022)    | Sintesis CS-SA ( <i>Schiff base</i> )                                        | salisilaldehida                | -                               | Pita serapan sekitar 425 nm pada spektrum UV-Vis menandakan terbentuknya Ag-NPs. Analisis FTIR menunjukkan munculnya ikatan C=N serta penurunan intensitas gugus C=O dan NAH, yang mengonfirmasi pembentukan <i>Schiff-base</i> dan Ag-NPs. Pola XRD memperlihatkan sifat kristalin Ag-NPs dengan puncak 2 $\theta$ pada 38°, 46°, dan 54° (JCPDS No. 04-0783), serta puncak 27° yang berkaitan dengan CSB. Porositas total material sebesar 53,24% ditentukan melalui metode perpindahan cairan. |
| 10  | (Phonlakan <i>et al.</i> 2023)   | Sintesis Adsorben CS- <i>Grafting</i> P(AA-co AMPS)                          | -                              | <i>Crystal violet</i> (CV)      | Kapasitas adsorpsi sekitar 2023mg/g dengan efisiensi removal 91% dalam 12 jam terhadap <i>crystal violet</i> (CV).                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |
| 11  | (Araichimani <i>et al.</i> 2022) | Sintesis Adsorben Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub>           | -                              | Logam berat (Hg <sup>2+</sup> ) | Dosis adsorben 100 mg pada pH 6 selama waktu kontak 20 menit cocok untuk penghilangan Hg <sup>2+</sup> ion yang cukup (>90%) dengan konsentrasi 100 mg/L.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
| 12  | (Wee <i>et al.</i> , 2023)       | Sintesis Adsorben Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub>           | -                              | Fenol                           | Reduksi 84% Fenol dalam sampel air.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |
| 13  | (Hasan <i>et al.</i> 2023)       | Sintesis Komposit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @CS@ <i>Schiff-base</i> @Cu | -                              | -                               | Katalis heterogen baru (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @CS@ <i>Schiff-base</i> @Cu) dikembangkan melalui pembentukan kompleks <i>Schiff-base</i> Cu(II) pada permukaan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> –kitosan. Dengan <i>loading</i> Cu rendah (1,1 mol%), katalis ini menunjukkan aktivitas tinggi pada reaksi kopling A3 di bawah iradiasi gelombang mikro.                                                                                                                                    |
| 14  | (Hussein, Salman, and            | Sintesis Adsorben CS- <i>Schiff-base</i>                                     | Salisilaldehida-glutaraldehida | <i>Methyl orange</i> (MO)       | Nilai kapasitas adsorpsi berkisar antara 99,01–233,8 mg/g, dan                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |

| No. | Sumber                           | Penelitian                        | Ikatan Silang | Polutan                            | Hasil                                                                                           |
|-----|----------------------------------|-----------------------------------|---------------|------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
|     | Balakit<br>2021)                 |                                   |               |                                    | persentase penghilangan pewarna<br>adalah 93,52%–99,01%.                                        |
| 15  | (Lianasari <i>et al.</i> , 2023) | CS-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> | -             | Logam berat<br>(Pb <sup>2+</sup> ) | Hasil optimum untuk ion Pb <sup>2+</sup><br>ialah pada pH 5 dengan persen<br>penyerapan 92,18%. |

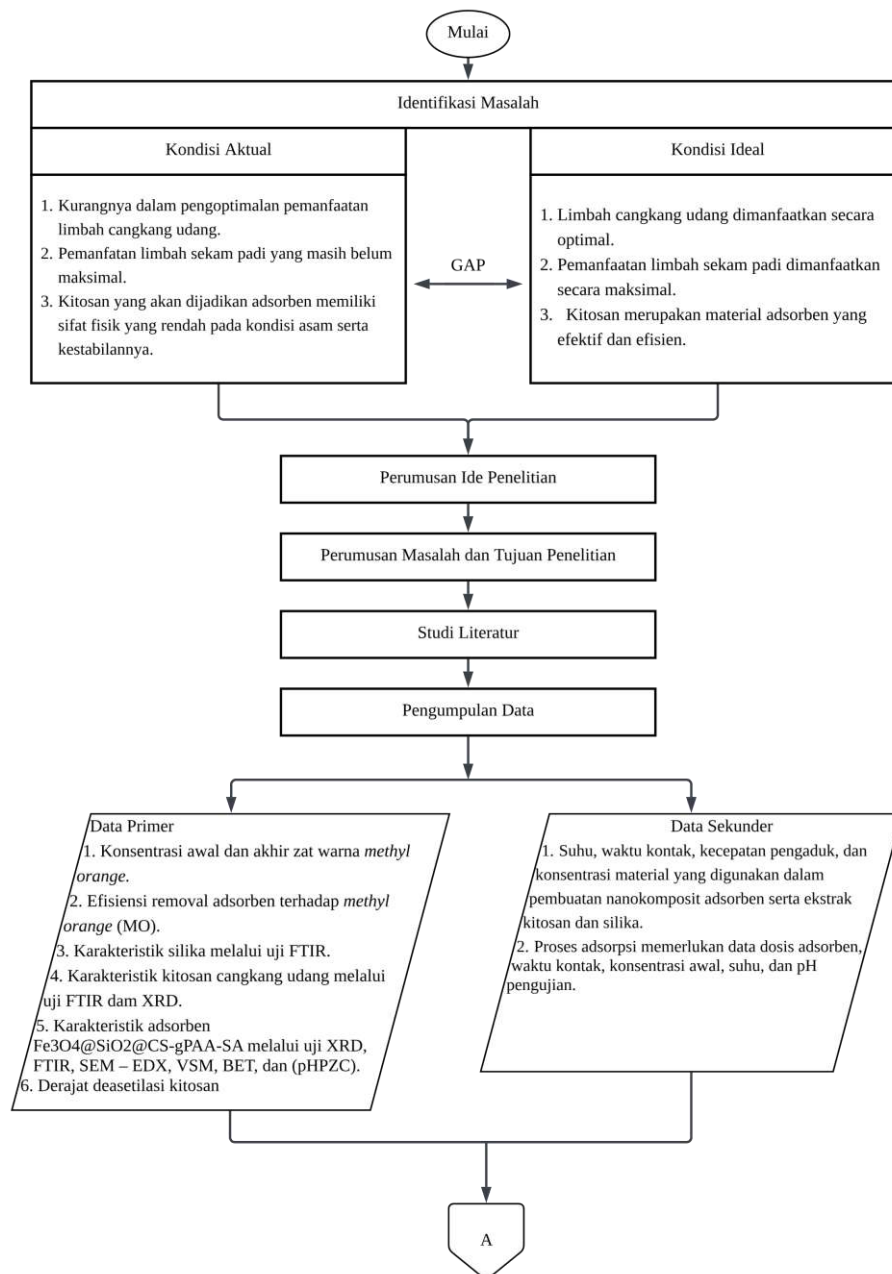
*Halaman ini sengaja dikosongkan*

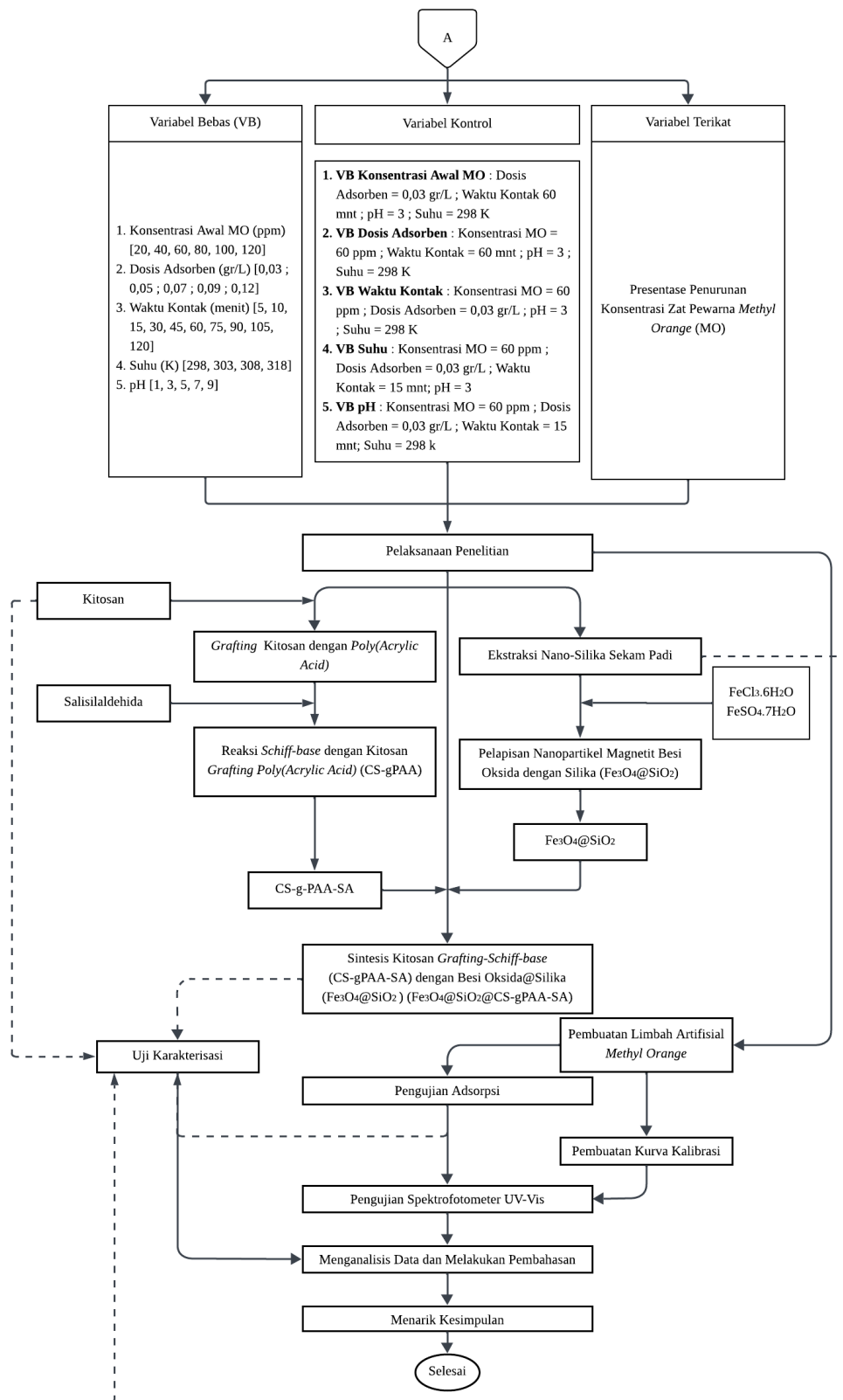
## BAB 3

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir merupakan rancangan alur pelaksanaan atau proses penelitian yang akan dilakukan. Diagram alir penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1.





Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

### 3.2 Identifikasi Masalah dan Perumusan Ide Penelitian

Pemanfaatan limbah cangkang udang dan sekam padi di Indonesia sampai saat ini masih terbatas, sehingga berpotensi menyebabkan penumpukan limbah yang dapat mengganggu lingkungan. Limbah cangkang udang memiliki kandungan kitin yang tinggi sehingga dapat diolah menjadi kitosan. Sekam padi yang telah dikalsinasi atau diabukan memiliki kandungan silika yang tinggi. Kedua jenis limbah ini dapat berpotensi dijadikan bahan dasar adsorben untuk menyerap polutan, namun kedua bahan tersebut memiliki masing-masing kelemahan, baik dari sisi kestabilan, kemudahan pemisahan sampai kapasitas adsorpsinya.

Perumusan ide penelitian untuk mengatasi permasalahan tersebut, maka perlu adanya modifikasi bahan penyusun adsorben terhadap limbah cangkang udang dan limbah sekam padi. Kitosan dari cangkang udang akan dimodifikasi dengan *grafting* menggunakan *poly(acrylic acid)* dan direaksikan melalui *Schiff-base* menggunakan *salicylaldehyde*. Sedangkan, nanosilika dari sekam padi akan di *coating* dengan nanopartikel magnetik besi oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Sehingga akan menjadi adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ . Target polutan yang akan diserap yakni limbah artifisial yang mengandung zat pewarna *methyl orange* (MO).

### 3.3 Perumusan Masalah dan Tujuan Penelitian

Perumusan masalah pada penelitian ini disusun untuk memperjelas arah kajian serta batasan analisis yang akan dilakukan. Penelitian ini berfokus untuk mengkaji karakteristik adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  berbasis limbah cangkang udang dan sekam padi. Pengaruh variasi kondisi operasi terhadap efisiensi dekolonisasi zat warna *methyl orange*, serta mempelajari perilaku isoterm dan kinetika adsorpsi, mekanisme adsorpsi, serta kemampuan penggunaan ulang adsorben dalam proses dekolonisasi tersebut.

### 3.4 Studi Literatur

Studi literatur bertujuan untuk mencari, mengumpulkan, dan mengkaji teori-teori yang relevan sebagai dasar rujukan dalam melakukan penelitian. Sumber literatur yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari jurnal nasional maupun internasional. Literatur tersebut sebagai acuan terkait kitosan dan turunannya,

pemanfaatan sekam padi sebagai sumber silika, sintesis adsorben dan aplikasi komposit magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , *grafting* kitosan dengan poliakrilat, pembentukan *Schiff-base* dengan salisilaldehida, teori isoterm dan kinetika adsorpsi.

### 3.5 Pengumpulan Data

#### 3.5.1 Data Primer

Data primer merujuk pada data yang diperoleh dan dikumpulkan secara langsung dari hasil penelitian yang telah dilakukan. Adapun data primer yang diperlukan pada penelitian ini meliputi:

1. Konsentrasi awal dan akhir zat warna *methyl orange*.
2. Efisiensi removal adsorben terhadap konsentrasi *methyl orange* (MO).
3. Karakteristik silika melalui uji FTIR.
4. Karakteristik kitosan cangkang udang melalui uji FTIR dan XRD.
5. Karakterisasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  melalui uji XRD, FTIR, SEM – EDX, VSM, BET, dan pH<sub>pzc</sub>.
6. Derajat deasetilasi kitosan.

#### 3.5.2 Data Sekunder

Data sekunder merujuk pada data yang diperoleh dan dikumpulkan dari sumber lain melalui studi literatur, seperti jurnal, penelitian terdahulu, *e-book*, dan lain-lain. Pada penelitian memerlukan data sekunder, diantaranya:

1. Suhu, waktu kontak, kecepatan pengaduk, dan konsentrasi material yang digunakan dalam pembuatan adsorben serta ekstrak kitosan dan silika.
2. Proses adsorpsi memerlukan data Dosis adsorben, waktu kontak, konsentrasi awal, suhu, dan pH pengujian.

### 3.6 Tempat dan Waktu Penelitian

#### 3.6.1 Tempat Penelitian

Penelitian akan dilakukan di beberapa lokasi guna mendukung pelaksanaan penelitian, sebagai berikut:

1. Laboratorium Limbah Cair dan Laboratorium Kimia Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya (pelaksanaan penelitian, uji konsentrasi

larutan limbah artifisial *methyl orange* dengan spektrofotometer UV – VIS, dan uji karakterisasi pH<sub>pzc</sub>).

2. Laboratorium Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (Uji karakterisasi FTIR)
3. Laboratorium Universitas Surabaya (Uji karakterisasi XRD dan SEM-EDX)
4. Laboratorium Badan Riset dan Inovasi Nasional (Uji karakterisasi VSM).
5. Laboratorium Universitas Gadjah Mada (Uji karakterisasi BET).

### **3.6.2 Waktu Penelitian**

Penelitian akan dilaksanakan dalam kurun waktu 6 bulan, yang akan dimulai pada bulan Januari hingga Juni 2026.

## **3.7 Variabel Penelitian**

Variabel penelitian mengacu pada faktor-faktor yang dapat diukur, diamati, dan berpengaruh terhadap hasil penelitian. Terdapat tiga variabel pada penelitian ini, sebagai berikut:

### **3.7.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas adalah variabel *independent* yang dapat memengaruhi atau menyebabkan perubahan pada variabel lainnya. Adapun variabel bebas pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Konsentrasi awal limbah artifisial *Methyl orange* (MO) yaitu 20 ppm, 40 ppm, 60 ppm, 80 ppm, 100 ppm, 120 ppm.
2. Dosis adsorben yaitu 0,03 gram/L; 0,05 gram/L; 0,07 gram/L; 0,09 gram/L; dan 0,12 gram/L.
3. Waktu kontak yakni 5 menit, 10 menit, 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, 75 menit, 90 menit, 105 menit, dan 120 menit.
4. Suhu yakni 25°C, 30°C, 35°C, 45°C
5. pH sebesar 1, 3, 5, 7, dan 9

### 3.7.2 Variabel Kontrol

Variabel kontrol adalah variabel yang dijaga agar tetap konstan dan dapat dikendalikan untuk mencapai tujuan penelitian. Adapun variabel bebas pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Dosis yakni 0,03 gram/L
2. Waktu kontak yakni 60 menit
3. pH yakni 3
4. Suhu yakni 25°C
5. Kecepatan pengadukan sebesar 150 rpm

### 3.7.3 Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel *dependent* yang dapat dipengaruhi oleh perubahan pada variabel bebas. Variabel terikat pada proses adsorpsi adalah persentase penurunan konsentrasi zat pewarna *methyl orange* (MO)

## 3.8 Populasi dan Sampel Penelitian

### 3.8.1 Populasi Penelitian

Populasi dalam penelitian ini merupakan limbah cair artifisial yang mengandung zat pewarna sintesis.

### 3.8.2 Sampel Penelitian

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini berupa limbah cair artifisial yang mengandung zat pewarna *methyl orange* (MO). Sampel yang dibutuhkan disesuaikan berdasarkan variasi yang dilakukan. Pengujian terhadap larutan sampel hasil proses adsorpsi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan tiga kali pembacaan. Sampel yang dianalisis disesuaikan dengan variasi perlakuan yang diterapkan, meliputi konsentrasi awal *methyl orange* (MO), dosis, pH, kecepatan pengadukan, waktu kontak, dan suhu adsorpsi. Adapun sampel yang diuji untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi awal yang disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3. 1 Sampel Pengujian Variasi Konsentrasi Awal *Methyl Orange* (MO)

| Jenis Adsorben                                                  | Dosis (g/L) | pH | Kecepatan Pengadukan (rpm) | Waktu Kontak (menit) | Suhu (°C) | Konsentrasi Awal <i>Methyl orange</i> (MO) |    |    |    |     |     |
|-----------------------------------------------------------------|-------------|----|----------------------------|----------------------|-----------|--------------------------------------------|----|----|----|-----|-----|
| Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ | 0,03        | 3  | 150                        | 60                   | 25        | 20                                         | 40 | 60 | 80 | 100 | 120 |
| Jumlah Sampel                                                   |             |    |                            |                      |           | 6                                          |    |    |    |     |     |

Sampel pada Tabel 3.1 merupakan filtrat yang diperoleh dari pengujian adsorpsi larutan *methyl orange* (MO) dengan variasi konsentrasi awal *methyl orange* (MO). Variasi konsentrasi awal *methyl orange* (MO) dilakukan untuk mengetahui pengaplikasian konsentrasi *methyl orange* (MO) terbaik dalam penurunan konsentrasi *methyl orange* (MO). Kemudian pada Tabel 3.2 terdapat sampel pengujian terhadap variasi dosis Adsorben.

Tabel 3. 2 Sampel pengujian Variasi Dosis Adsorben

| Jenis Adsorben                                                  | pH | Suhu (°C) | Kecepatan Pengadukan (rpm) | Waktu Kontak (menit) | Konsentrasi MO (ppm) | Dosis Adsorben (g/L) |      |       |      |      |
|-----------------------------------------------------------------|----|-----------|----------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|------|-------|------|------|
| Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ | 3  | 25        | 150                        | 60                   | 25                   | 0,03                 | 0,05 | 0,007 | 0,09 | 0,12 |
| Jumlah Sampel                                                   |    |           |                            |                      |                      | 5                    |      |       |      |      |

Sampel pada Tabel 3.2 merupakan filtrat yang diperoleh dari pengujian adsorpsi larutan *methyl orange* (MO) dengan variasi dosis adsorben. Variasi dosis adsorben dilakukan untuk mengetahui dosis adsorben terbaik dalam penurunan konsentrasi *methyl orange* (MO). Kemudian pada Tabel 3.3 terdapat sampel pengujian terhadap variasi waktu kontak.

Tabel 3. 3 Sampel Pengujian Variasi Waktu Kontak

| Jenis Adsorben                                                  | Dosis (g/L) | pH | Kecepatan Pengadukan | Konsentrasi MO (ppm) | Suhu (°C) | Waktu Kontak (Menit) |    |    |    |    |    |    |    |     |     |
|-----------------------------------------------------------------|-------------|----|----------------------|----------------------|-----------|----------------------|----|----|----|----|----|----|----|-----|-----|
|                                                                 |             |    |                      |                      |           | 5                    | 10 | 15 | 30 | 45 | 60 | 75 | 90 | 105 | 120 |
| Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ | 0,03        | 3  | 150                  | 60                   | 25        |                      |    |    |    |    |    |    |    |     |     |
| Jumlah Sampel                                                   |             |    |                      |                      |           | 10                   |    |    |    |    |    |    |    |     |     |

Sampel pada Tabel 3.3 merupakan filtrat yang diperoleh dari pengujian adsorpsi larutan *methyl orange* (MO) dengan variasi waktu kontak. Variasi waktu kontak dilakukan untuk mengetahui waktu kontak terbaik dalam penurunan konsentrasi *methyl orange* (MO). Kemudian pada Tabel 3.4 terdapat sampel pengujian terhadap variasi suhu.

Tabel 3. 4 Sampel Pengujian Variasi Suhu

| Jenis Adsorben                                                  | Dosis (g/L) | pH | Kecepatan Pengadukan (rpm) | Waktu Kontak (menit) | Konsentrasi MO (ppm) | Suhu (°C) |    |    |    |
|-----------------------------------------------------------------|-------------|----|----------------------------|----------------------|----------------------|-----------|----|----|----|
|                                                                 |             |    |                            |                      |                      | 25        | 30 | 35 | 45 |
| Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ | 0,03        | 3  | 150                        | 15                   | 60                   |           |    |    |    |
| Jumlah Sampel                                                   |             |    |                            |                      |                      | 4         |    |    |    |

Sampel pada Tabel 3.4 merupakan filtrat yang diperoleh dari pengujian adsorpsi larutan *methyl orange* (MO) dengan variasi suhu. Variasi suhu dilakukan untuk mengetahui suhu terbaik dalam penurunan konsentrasi *methyl orange* (MO). Kemudian pada Tabel 3.5 terdapat sampel pengujian terhadap variasi pH.

Tabel 3. 5 Sampel Pengujian Variasi pH

| Jenis Adsorben                                                  | Dosis (g/L) | Suhu (°C) | Kecepatan Pengadukan (rpm) | Waktu Kontak (menit) | Konsentrasi MO (ppm) | pH |   |   |   |   |
|-----------------------------------------------------------------|-------------|-----------|----------------------------|----------------------|----------------------|----|---|---|---|---|
|                                                                 |             |           |                            |                      |                      | 1  | 3 | 5 | 7 | 9 |
| Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ | 0,03        | 25        | 150                        | 15                   | 60                   |    |   |   |   |   |

| Jenis Adsorben | Dosis (g/L) | Suhu (°C) | Kecepatan Pengadukan (rpm) | Waktu Kontak (menit) | Konsentrasi MO (ppm) | pH |
|----------------|-------------|-----------|----------------------------|----------------------|----------------------|----|
| Jumlah Sampel  |             |           |                            |                      |                      | 5  |

Sampel pada Tabel 3.5 merupakan filtrat yang diperoleh dari pengujian adsorpsi larutan *methyl orange* (MO) dengan variasi pH. Variasi pH dilakukan untuk mengetahui suhu terbaik dalam penurunan konsentrasi *methyl orange* (MO). Hasil serangkaian percobaan dengan berbagai variasi yang telah dilakukan, diperoleh hasil terbaik meliputi konsentrasi awal *methyl orange* (MO), dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH.

### 3.9 Persiapan Alat dan Bahan

#### 3.9.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya:

1. Oven
2. *Beaker glass*
3. *Hotplate*
4. Termometer
5. Batang Pengaduk
6. Neraca Analitik
7. Spatula
8. Seperangkat alat Refluks
9. Corong
10. Magnetik stirrer
11. *Mechanical stirrer*
12. Gelas ukur
13. Piper tetes
14. *Centrifuge*
15. pH meter
16. Labu alas bulat
17. Sendok

18. Erlenmeyer
19. Cawan petri
20. *Furnace*
21. Cawan porselen
22. Labu leher tiga
23. Mortar dan alu
24. Ayakan 500 mesh
25. pH universal
26. Oven vakum
27. Spektrofotometer uv – vis
28. Vakum filter

### 3.9.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya:

1. Akuades
2. Sekam padi
3. Asam klorida (HCl) 37% (Merck)
4. Natrium Hidroksida (NaOH) (Merck)
5. Asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH) 100% (Merck)
6. Etanol 96% (Merck)
7. Fero sulfat (FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O) (Merck)
8. Feri klorida (FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O) (Merck)
9. *Salicyaldehyde* (Merck)
10. *Methyl orange* (MO) (Merck)
11. Asam akrilat (Sigma Aldreich)
12. Kalium persulfat (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) (Merck)
13. *N,N''-methylene bisacrylamide* (MBA) (Sigma Aldreich)
14. Natrium klorida (NaCl) (Merck)
15. *Ammonium hydroxide* (NH<sub>4</sub>OH) (Sap Chemical)

### 3.10 Prosedur Penelitian

#### 3.10.1 *Grafting* Kitosan dengan PAA (CS-gPAA)

Proses pembentukan *grafting* kitosan dengan asam akrilat dilakukan berdasarkan penelitian (Khairkar, Pansare, and Shedge 2022). Berikut merupakan langkah-langkah sintesis kitosan dengan salisilaldehida:

1. Melarutkan 0,5 gram kitosan dengan 30 ml larutan asam asetat 1% pada suhu 60°C sampai homogen.
2. Memasukkan 0,1 gram kalium persulfat ( $K_2S_2O_8$ ) serta dilakukan penambahan atmosfer  $N_2$  selama 10 menit (Zhang *et al.* 2019).
3. Menambahkan 2 ml asam akrilat.
4. Menambahkan 0,1 ml *N,N'*-methylene bisacrylamide (MBA) dilakukan penambahan atmosfer  $N_2$  selama 10 menit (Zhang *et al.* 2019).
5. Larutan dipanaskan pada suhu 60°C dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetik stirrer dengan kecepatan 500 rpm (El-Sayed *et al.* 2023) selama 1 jam untuk memfasilitasi reaksi *grafting* dan pembentukan jaringan terikat silang.
6. Mencuci campuran menggunakan akuades berlebih, kemudian dicuci kembali menggunakan etanol.
7. Mengeringkan produk hasil *grafting* dalam oven dengan suhu 60°C sampai memperoleh berat yang konstan.

#### 3.10.2 Reaksi *Schiff-base* Kitosan-*Grafting* PAA dengan salisilaldehida (CS-gPAA-SA)

Proses pembentukan reaksi *Schiff-base* antara CS-gPAA dan salisilaldehida dilakukan berdasarkan penelitian (Alharthi *et al.* 2022). Berikut merupakan langkah-langkah sintesis kitosan dengan salisilaldehida:

1. Menimbang 1 gram CS-gPAA, kemudian melarutkan dengan 100 ml larutan asam asetat 2%.
2. Mengaduk larutan tersebut menggunakan magnetik stirrer selama 30 menit hingga mendapatkan larutan yang homogen.
3. Melarutkan 0,23 ml salisilaldehida (  $-CHO : NH_2 = 0,4 \text{ mmol/mmol}$  ) dengan 3,43 ml etanol hingga homogen.

4. Mencampurkan larutan CS-gPAA dan larutan salisilaldehida serta diaduk perlahan. Kemudian dilanjutkan dengan menggunakan magnetik stirer selama 30 menit hingga homogen untuk membentuk reaksi *Schiff-base*.
5. Mencuci residu hasil akhir dan menyaring dengan larutan etanol untuk menghilangkan sisa reagen, kemudian dikeringkan ke dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam 45 menit sampai kering.

### 3.10.3 Ekstraksi Nanopartikel Silika dari Sekam Padi

Nanosilika diekstraksi dari sekam padi menggunakan metode sol-gel yang mengacu pada penelitian (Dzulhijjah *et al.* 2025). Adapun tahapan ekstraksi nanosilika diuraikan sebagai berikut:

- a. Tahap *Pre-treatment*
  1. Membersihkan sekam padi dari pengotor lain.
  2. Mencuci sekam padi dan kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari selama 12 jam guna mengurangi kadar air sebelum dikalsinasi.
- b. Tahap Kalsinasi Sekam Padi menjadi Abu
  1. Mengkalsinasi sekam padi yang telah dilakukan *pre-treatment* menggunakan *furnace* dengan suhu 700°C selama 1 jam.
  2. Memanaskan kembali menggunakan *furnace* dengan suhu 250°C selama 2 jam untuk menghilangkan sisa pengotor.
- c. Tahap Ekstraksi Nanosilika
  1. Mengekstraksi nanosilika dari abu sekam padi menggunakan reaktor labu leher dua kapasitas 1 liter dengan melarutkan 20 gram abu sekam padi dalam 200 ml NaOH 4N.
  2. Merefluks campuran tersebut selama 1 jam pada suhu 90°C dengan pengadukan konstan menggunakan magnetik stirer, kemudian menyaring menggunakan kertas saring.
  3. Mendinginkan filtrat sampai suhu kamar (25°C) dan dinetralkan hingga pH 7 menggunakan HCl 4N dengan pengadukan kontinu.
  4. Pada tahap netralisasi akan terjadi gelasi, sehingga pH harus dicek terus menerus menggunakan kertas pH.

5. Kemudian sampel dicuci menggunakan 100 ml akuades dan dilakukan pengadukan selama 15 menit dengan suhu 80°C.
6. Menyaring larutan tersebut.
7. Endapan silika (*precipitate*) dikeringkan dalam oven selama 4 jam dengan suhu 120°C.
8. Menghancurkan endapan silika yang telah kering menggunakan mortar dan alu sampai menjadi serbuk.
9. Mengayak serbuk silika menggunakan saringan ukuran 500 mesh.

#### **3.10.4 Pelapisan Nanopartikel Besi Oksida dengan Nanopartikel Silika ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ )**

Sintesis nanosilika yang dimodifikasi dengan nanopartikel magnetik besi Oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dilakukan menggunakan metode kopresipitasi yang mengacu pada penelitian (Araichimani *et al.* 2022; Yagmur and Kaya 2021). Berikut merupakan tahapan *coating* nanopartikel magnetik besi oksida dengan nanosilika ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ):

1. Mencampurkan 10 gram nanosilika dengan 13,32 gram feri klorida ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dan 7,32 gram fero sulfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dalam 400 ml akuades, pada kondisi di bawah atmosfer  $\text{N}_2$  yang dilakukan di dalam labu leher tiga selama proses berlangsung (Schwaminger *et al.* 2017).
2. Mengaduk larutan menggunakan magnetik stirer selama 1 jam dengan kecepatan pengadukan 500 rpm (Susilawati *et al.* 2024) bersamaan dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% secara perlahan sampai larutan mencapai pH 10 ditandai dengan perubahan warna menjadi hitam.
3. Menyaring larutan tersebut.
4. Mengeringkan padatan (*presipitate*) menggunakan oven dengan suhu 110°C selama 5 jam.

#### **3.10.5 Pelapisan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$**

Sintesis kitosan, nanomagnetik, dan nanosilika menggunakan langkah-langkah yang mengacu pada penelitian (Hasan *et al.* 2023). Berikut merupakan langkah langkah sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  dan CS-gPAA-SA:

1. Melarutkan 1 gram CS-gPAA-SA dalam asam asetat 2% dengan rasio 1:100 (b/v), kemudian diaduk menggunakan magnetik stirer selama 1 jam 30 menit.
2. Menambahkan 0,5 gram  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  20% (b/v) dalam larutan kitosan dan harus tetap diaduk menggunakan *mechanical stirrer* selama 1 jam pada suhu ruang.
3. Menggunakan magnet untuk memisahkan residu  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ , kemudian mencuci padatan dengan etanol 96%.
4. Mengeringkan padatan menggunakan oven dengan suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 8 jam.

### 3.10.6 Preparasi Limbah Artifisial Zat Warna *Methyl Orange*

Limbah zat warna *methyl orange* (MO) yang akan digunakan penelitian berasal dari larutan limbah artifisial. Variasi konsentrasi yang akan digunakan sebesar 20 ppm, 40 ppm, 60 ppm, 80 ppm, 100 ppm, dan 120ppm. Berikut merupakan tahapan untuk membuat limbah artifisial zat warna *methyl orange* (Suyati, Rukmi, and Salsabila 2025):

1. Menimbang 1 gram *methyl orange* kedalam 1000 ml akuades, sehingga menghasilkan larutan induk *methyl orange* 1000 ppm.
2. Membuat larutan *methyl orange* dengan konsentrasi 20 ppm, 40 ppm, 60 ppm, 80 ppm, 100 ppm, 120 ppm.
3. Melakukan pengenceran dari larutan induk *methyl orange* 1000 ppm ke dalam labu ukur masing-masing sebesar 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, dan 12 ml, kemudian ditambahkan 100 ml menambahkan akuades sampai garis batas. Sehingga akan memperoleh konsentrasi larutan limbah artifisial sesuai dengan variasi.

### 3.10.7 Karakterisasi Bahan dan Adsorben

Uji karakteristik dilakukan untuk melihat kandungan, sifat, karakteristik, dan gugus fungsi pada bahan dan adsorben yang telah disintesis. Pengujian ini meliputi FTIR, SEM-EDX, XRD, BET, VSM,  $\text{pH}_{\text{PZC}}$ . Adapun rincian dari uji karakterisasi bahan dan adsorben disajikan pada Tabel 3.2.

Tabel 3. 6 Uji Karakterisasi Bahan dan Adsorben

| No           | Sampel                                                          | Uji Karakteristik |         |     |     |     |                   |
|--------------|-----------------------------------------------------------------|-------------------|---------|-----|-----|-----|-------------------|
|              |                                                                 | FTIR              | SEM-EDX | XRD | BET | VSM | pH <sub>pzc</sub> |
| 1.           | Kitosan                                                         | √                 | -       | √   | -   | -   | -                 |
| 2            | Silika                                                          | √                 | -       | -   | -   | -   | -                 |
| 3.           | Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub> @CS-gPAA-SA    | √                 | √       | √   | √   | √   | √                 |
| 4.           | Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @SiO <sub>2</sub> @CS-gPAA-SA-MO | √                 | -       | -   | -   | -   | -                 |
| Total Sampel |                                                                 | 10 Sampel         |         |     |     |     |                   |

### 3.10.8 Pengujian *Point of Zero Charge* (pH<sub>pzc</sub>)

Pengujian pH<sub>pzc</sub> pada larutan limbah artifisial *methyl orange* mengacu pada penelitian (Salama and Sakhawy 2023). Adapun tahapan pembuatan larutan, sebagai berikut:

1. Membuat larutan NaCl 0,1 mol/L.
2. Merebus larutan NaCl 0,1 mol/L untuk menghilangkan CO<sub>2</sub> terlarut.
3. Mendinginkan larutan NaCl 0,1 mol/L hingga suhu ruang.
4. Memasukkan 50 ml larutan NaCl ke dalam erlenmeyer.
5. Mengatur pH awal (pH<sub>i</sub>), yakni 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 dengan larutan 0,1 M HCl dan 0,1 M NaOH .
6. Menambahkan 0,05 gram adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA pada masing-masing pH. Kemudian mengaduk menggunakan *orbital shaker* selama 300 menit.
7. Mengukur pH akhir (pH<sub>f</sub>), kemudian menghitung selisih antara pH<sub>i</sub> dan pH<sub>f</sub> sehingga mendapatkan nilai ΔpH.
8. Membuat grafik dimana nilai pH<sub>PZC</sub> adalah kurva ΔpH vs pH<sub>i</sub> memotong garis ΔpH = 0.

### 3.10.9 Pengujian Adsorpsi Terhadap Limbah Artifisial *Methyl Orange* dengan Adsorben

- a. Pengaruh Konsentrasi Zat Warna *Methyl Orange*
  1. Memasukkan 100 ml limbah artifisial *methyl orange* masing-masing ke dalam gelas beaker yang telah dibungkus menggunakan aluminium

foil dengan variasi konsentrasi 20 ppm, 40 ppm, 60 ppm, 80 ppm, 100 ppm, 120 ppm.

2. Menambahkan HCl 1N ke dalam masing-masing konsentrasi larutan *methyl orange* sampai pH = 3, untuk menciptakan suasana asam.
3. Menambahkan 0,003 gram adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  ke dalam larutan pada masing-masing konsentrasi.
4. Mengaduk larutan pada kecepatan optimum menggunakan magnetik stirer selama 60 menit pada suhu 25°C.
5. Memisahkan adsorben dari larutan.

b. Pengaruh Dosis Adsorben

1. Memasukkan 100 ml limbah artifisial *methyl orange* dengan konsentrasi 60 ppm ke dalam 5 beaker gelas yang telah dibungkus menggunakan aluminium foil.
2. Menambahkan HCl 1N ke dalam masing-masing beaker gelas sampai pH = 3, untuk menciptakan suasana asam.
3. Menambahkan 0,003 gram; 0,005 gram; 0,007 gram; 0,009 gram; dan 0,0012 gram adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  ke dalam masing-masing beaker gelas.
4. Mengaduk pada kecepatan optimum menggunakan magnetik stirer selama 60 menit pada suhu 25°C.
5. Memisahkan adsorben dari larutan.

c. Pengaruh Waktu Kontak

1. Memasukkan 100 ml limbah artifisial *methyl orange* dengan konsentrasi 60 ppm ke dalam 7 beaker gelas yang telah dibungkus menggunakan aluminium foil.
2. Menambahkan HCl 1N ke dalam masing-masing larutan sampai pH = 3, untuk menciptakan suasana asam.
3. Menambahkan 0,003 gram adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  ke dalam larutan.
4. Mengaduk larutan pada kecepatan optimum menggunakan magnetik stirer dengan masing-masing larutan selama 5 menit, 10 menit, 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, dan 75 menit pada suhu 25°C.

5. Memisahkan adsorben dari larutan.
- d. Pengaruh Suhu
1. Memasukkan 100 ml limbah artifisial *methyl orange* dengan konsentrasi 60 ppm ke dalam 4 beaker gelas yang telah dibungkus menggunakan aluminium foil.
  2. Menambahkan HCl 1N ke dalam masing-masing beaker gelas sampai pH = 3, untuk menciptakan suasana asam.
  3. Menambahkan 0,003 gram adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  ke dalam masing-masing beaker gelas.
  4. Mengaduk pada kecepatan optimum menggunakan magnetik stirer selama 15 menit dengan suhu masing-masing 25°C, 30°C, 35°C, dan 45°C.
  5. Memisahkan adsorben dari larutan.
- e. Pengaruh pH
1. Memasukkan 100 ml limbah artifisial *methyl orange* dengan konsentrasi 60 ppm ke dalam 5 gelas beaker yang telah dibungkus menggunakan aluminium foil.
  2. Menambahkan HCl 1N ke dalam masing-masing gelas beaker dengan pH 1, 3, 5, 7, dan 9.
  3. Menambahkan 0,003 gram adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  ke dalam masing-masing beaker gelas.
  4. Mengaduk pada kecepatan optimum menggunakan magnetik stirer selama 15 menit pada suhu 25°C.
  5. Memisahkan adsorben dari larutan.
- f. Penggunaan Ulang Adsorben untuk Dekolorisasi Zat Warna *Methyl orange*
1. Memasukkan 100 ml limbah artifisial *methyl orange* ke dalam beaker gelas yang telah dibungkus menggunakan aluminium foil dengan konsentrasi optimum yang mampu didekolorisasi.
  2. Menambahkan HCl 1 N atau NaOH 1 N ke dalam beaker gelas pada pH optimum, yang dihasilkan dari pengujian variasi pH.

3. Menambahkan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  ke dalam beaker gelas dengan massa yang optimum yang dihasilkan dari pengujian variasi dosis adsorben.
4. Mengaduk pada kecepatan optimum menggunakan magnetik stirer dan suhu optimum yang dihasilkan dari pengujian variasi suhu dan waktu.
5. Memisahkan adsorben dari larutan. Kemudian mencuci menggunakan etanol dan dikeringkan menggunakan oven sampai konstan.
6. Mengulangi proses tersebut sebanyak 5 kali pengujian penggunaan ulang adsorben untuk dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

#### 3.10.10 Pengujian Spektro Uv -Vis Limbah Artifisial *Methyl Orange*

Pengujian UV – Vis dilakukan pada limbah artifisial *methyl orange* setelah proses pengujian dengan menggunakan alat spektrofotometer UV – Vis agar menganalisis konsentrasi akhir setelah proses adsorpsi. Pada masing-masing sampel akan dilakukan tiga kali pembacaan (*triplo*). Adapun sampel yang digunakan beserta jumlahnya dapat dilihat pada Tabel 3.3.

Tabel 3. 7 Pengujian Spektro UV - Vis Limbah Artisial *Methyl Orange*

| Sampel Larutan               | Kode Sampel |    |    |    |    |    |    |    |    |     | Jumlah Sampel |
|------------------------------|-------------|----|----|----|----|----|----|----|----|-----|---------------|
| Pengaruh konsentrasi awal MO | A1          | A2 | A3 | A4 | A5 | A6 | -  | -  | -  | -   | 6             |
| Pengaruh Dosis Adsorben      | B1          | B2 | B3 | B4 | B5 | -  | -  | -  | -  | -   | 5             |
| Pengaruh Waktu Kontak        | C1          | C2 | C3 | C4 | C5 | C6 | C7 | C8 | C9 | C10 | 10            |
| Pengaruh Suhu                | D1          | D2 | D3 | D4 | -  | -  | -  | -  | -  | -   | 4             |
| Pengaruh pH                  | E1          | E2 | E3 | E4 | E5 | -  | -  | -  | -  | -   | 5             |
| Penggunaan Ulang Adsorben    | R1          | R2 | R3 | R4 | R5 | -  | -  | -  | -  | -   | 5             |
| Total Sampel                 |             |    |    |    |    |    |    |    |    |     | 35            |

#### 3.11 Menganalisis Data Hasil Pembahasan Hasil Penelitian dan Pembahasan

Analisis data dan pembahasan dilakukan untuk mengolah mengolah data dan mengintepretasikan data hasil penelitian. Data yang dianalisis meliputi

karakterisasi bahan dan adsorben, hasil uji UV -Vis larutan limbah artifisial *methyl orange*, perhitungan derajat deasetilasi, perhitungan kapasitas adsorpsi dan efisiensi dekolorisasi, kajian pengaruh variasi terhadap efisiensi dekolorisasi, perhitungan dan evaluasi model isoterm dan kinetika adsorpsi, kemampuan penggunaan ulang adsorben (*recycle*), dan analisis statiska.

### 3.11.1 Menganalisis Derajat Deasetilasi

Analisis nilai derajat deasetilasi (DD) digunakan dalam menentukan besarnya gugus asetil pada kitin menjadi gugus amino pada kitosan, yang dapat dianalisis dari perbandingan keberadaan gugus amida dan gugus hidroksi pada struktur polimer. Salah satu cara yang paling sering digunakan adalah menggunakan FTIR dengan membandingkan serapan pita amida ( $1655\text{ cm}^{-1}$ ) terhadap pita hidroksil ( $3450\text{ cm}^{-1}$ ) sebagai standar internal, sehingga rasio  $A_{1655}/A_{3450}$  bisa digunakan dalam perhitungan untuk menentukan nilai DD. Hasil analisis diharapkan dapat memastikan kualitas kitosan cangkang udang yang digunakan sebagai adsorben. Perhitungan nilai derajat deasetilasi (DD) dapat dilihat pada Persamaan 2.14 sampai Persamaan 2.17.

### 3.11.2 Menganalisis Kapasitas Adsorpsi

Analisis kapasitas adsorpsi dapat dilakukan setelah melakukan pengujian adsorben terhadap limbah artifisial *methyl orange* untuk mengetahui seberapa besar kemampuan adsorben dalam menyerap zat warna *methyl orange*. Perhitungan yang digunakan, yakni data konsentrasi awal larutan ( $C_0$ ) dan konsentrasi akhir ( $C_e$ ) serta massa adsorben ( $m$ ) dan volume ( $v$ ) yang didapatkan dari hasil pengukuran UV – Vis. Perhitungan dapat dilihat pada Persamaan 2.1. Sehingga apabila nilai  $q_e$  tinggi menunjukkan kemampuan adsorben juga yang semakin tinggi.

### 3.11.3 Menganalisis Efisiensi Adsorpsi

Analisis efisiensi adsorpsi dilakukan untuk mengetahui tingkat keberhasilan adsorben *methyl orange* (MO) terhadap limbah artifisial setelah poses adsorpsi. Efisiensi dapat ditentukan berdasarkan konsentrasi awal dan

akhir. Nilai persentase yang lebih besar menunjukkan bahwa adsorben dapat bekerja efektif. Perhitungan efisiensi removal dapat dilihat pada Persamaan 2.2.

#### 3.11.4 Menganalisis Model Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi digunakan untuk menganalisis suatu zat (adsorbat) menempel pada permukaan padat (adsorben). Isoterm ini mempelajari mekanisme adsorpsi, karena menggambarkan perubahan proses adsorpsi akibat variasi konsentrasi adsorbat (Amrillah *et al.* 2025). Pada penelitian ini menggunakan dua model isoterm adsorpsi, yakni model *Freundlich* dan *Langmuir*. Perhitungan isoterm *Langmuir* pada Persamaan 2.3 – Persamaan 2.5 dan *Freundlich* pada Persamaan 2.6 – Persamaan 2.7.

Isoterm pada suatu proses adsorpsi dapat ditentukan berdasarkan harga dan koefisien determinan ( $R^2$ ) sebesar 1. Namun jika harga  $b$  (konstanta) lebih rendah daripada  $K_f$  (indikator relatif), maka pengendali isoterm merupakan *Langmuir* karena mengacu pada harga  $b$  dan  $K_f$ . Nilai determinan yang dihasilkan menandakan adanya penempelan adsorbat pada permukaan adsorben secara fisika (fisiosorpsi) (Miri and Narimo 2022).

#### 3.11.5 Menganalisis Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi digunakan untuk menganalisis laju adsorpsi yang terjadi pada adsorben terhadap adsorbat yang dipengaruhi oleh waktu. Kesetimbangan adsorpsi dapat dicapai diperlukan waktu kontak, kemudian akan dijadikan sebagai ukuran laju adsorpsi. Terdapat tiga model yang digunakan penelitian ini untuk kinetika adsorpsi, yakni pseudo-orde nol, pseudo-orde satu, dan pseudo-orde dua (Elma *et al.* 2021). Model kinetika juga ditentukan berdasarkan nilai  $R^2$  yang dihasilkan, dimana hasil  $R^2$  yang mendekati satu merupakan hasil yang paling sesuai (Setyorini *et al.* 2023). Perhitungan kinetika adsorpsi dapat dilihat pada Persamaan 2.18 – Persamaan 2.10.

### 3.11.6 Menganalisis Mekanisme Adsorpsi

Mekanisme adsorpsi merupakan proses interaksi dan menempelnya adsorbat pada permukaan adsorben melalui berbagai kemungkinan interaksi, seperti tarikan elektrostatis, pembentukan ikatan dengan gugus fungsi, pertukaran ion, maupun pengisian pori. Mekanisme ini dapat dijelaskan dari hasil karakterisasi FTIR, SEM-EDX, XRD, VSM, dan BET. Selain itu, mekanisme adsorpsi dipengaruhi oleh pH, konsentrasi awal, dan dosis adsorben karena parameter tersebut mengatur muatan permukaan dan spesiasi ion serta jumlah situs aktif yang tersedia sehingga dapat menentukan kekuatan interaksi dan kapasitas adsorpsi. Hasil analisis diharapkan dapat memberikan gambaran yang jelas mengenai mekanisme dominan yang terjadi serta faktor utama yang paling berpengaruh terhadap kinerjanya adsorben dalam mengadsorpsi zat warna *methyl orange*.

### 3.11.7 Menganalisis Data Uji Statistika

Uji hipotesis merupakan metode yang dapat digunakan untuk menguji kebenaran suatu pernyataan secara statistik, sehingga dapat menarik kesimpulan apakah hipotesis diterima atau ditolak (Septiadi *and* Ramadhani 2020). Pada penelitian ini menggunakan analisis variasi satu arah (*one-way* Anova) untuk menguji perbandingan antara satu variabel *independen* atau lebih kelompok terhadap satu variabel *dependen*. ANOVA dapat dilakukan setelah melakukan pengujian prasyarat, yakni uji normalitas dan uji homogenitas. Tujuan dari uji normalitas, yakni untuk menilai apakah data terdistribusi normal atau tidak. Data tersebut dinyatakan normal apabila nilai signifikansi lebih besar dari 0,05 ( $\text{Sig} > 0,05$ ). Sedangkan uji homogenitas digunakan untuk mengetahui kesamaan variasi data (homogen atau tidak). Data dapat dinyatakan homogen apabila nilai signifikas lebih besar dari 0,05 ( $\text{Sig} > 0,05$ ) (S. S. Dewi *et al.* 2023; Nainggolan *et al.* 2025; Utami *and* Hadiprayitno 2024). Berikut merupakan hipotesis penelitian, sebagai berikut:

1. Pengaruh Konsentrasi Awal *Methyl Orange*

$H_0$  = Tidak ada pengaruh konsentrasi terhadap awal *methyl orange* terhadap dekolorasi zat warna *methyl orange*.

- H1 = Ada pengaruh konsentrasi terhadap awal *methyl orange* terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
2. Pengaruh Dosis Adsorben
- H0 = Tidak ada pengaruh dosis adsorben terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
- H1 = Ada pengaruh dosis adsorben terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
3. Pengaruh Waktu Kontak
- H0 = Tidak ada pengaruh waktu kontak terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
- H1 = Ada pengaruh waktu kontak terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
4. Pengaruh Suhu
- H0 = Tidak ada pengaruh suhu terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
- H1 = Ada pengaruh suhu terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
5. Pengaruh pH
- H0 = Tidak ada pengaruh pH terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.
- H1 = Ada pengaruh pH terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

### 3.12 Menarik Kesimpulan

Kesimpulan adalah bagian akhir dari penelitian yang terdiri dari ringkasan hasil analisis serta pembahasan yang telah dilakukan. Kesimpulan digunakan untuk menegaskan jawaban atas tersusunnya rumusan masalah serta memberikan gambaran mengenai implikasi hasil penelitian.

## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

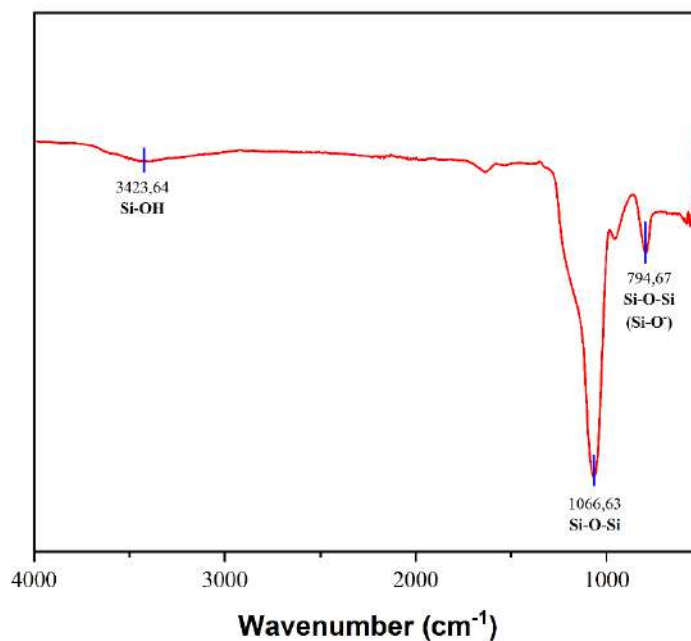
#### 4.1 Karakterisasi Bahan dan Adsorben

##### 4.1.1 Analisis Uji *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Analisis FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel berdasarkan karakteristik serapan pada bilangan gelombang tertentu. Hasil spektrum FTIR disajikan dalam bentuk grafik dan didukung oleh data dari penelitian terdahulu sebagai acuan dalam interpretasi.

##### 4.1.1.1 Silika

Silika ( $\text{SiO}_2$ ) disintesis menggunakan metode sol-gel untuk menghasilkan material dengan gugus fungsi khas silika yang mendukung proses modifikasi selanjutnya. Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi tersebut, sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4. 1 Hasil Analisis Spektra FTIR Silika ( $\text{SiO}_2$ )

Tabel 4. 1 Gugus Fungsi Silika (SiO<sub>2</sub>)

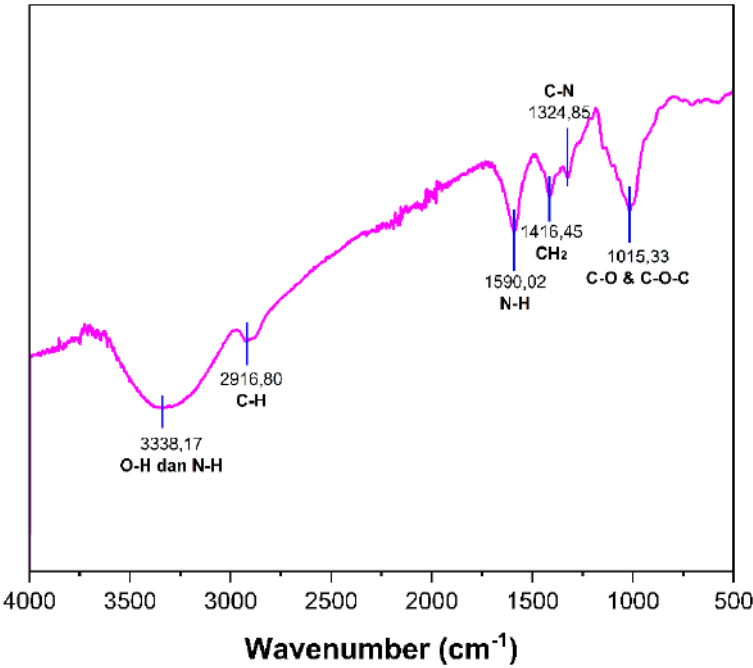
| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) | Rentang Spektrum (cm <sup>-1</sup> ) | Referensi                       |
|--------------|----------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|
| Si–O–Si      | 1094                                   | 1300-1000                            | (Habte <i>et al.</i> 2025)      |
|              | 1073,08                                |                                      | (Raja <i>et al.</i> 2025)       |
|              | 1083,99                                |                                      | (Dzulhijjah <i>et al.</i> 2025) |
| Si–OH        | 3401                                   | 3300-3500                            | (Habte <i>et al.</i> 2025)      |
|              | 3213,36                                |                                      | (Raja <i>et al.</i> 2025)       |
|              | 3614,60                                |                                      | (Dzulhijjah <i>et al.</i> 2025) |
|              | 3454,12                                |                                      | (Simatupang <i>et al.</i> 2024) |
| Si–O–        | 795                                    | -                                    | (Hidayat <i>et al.</i> 2023)    |

Hasil analisis *Fourier Transform Spectroscopy* (FTIR) yang disajikan pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.1 menunjukkan referensi literatur untuk gugus fungsi pada silika dan hasil analisis FTIR dengan puncak utama pada bilangan gelombang 3423,64 cm<sup>-1</sup>, 1066,63 cm<sup>-1</sup>, dan 794,67 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan keberadaan gugus fungsi khas silika. Puncak pada 3423,64 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi regangan gugus Si–OH (silanol) yang sesuai dengan penelitian sebelumnya, yaitu 3401 cm<sup>-1</sup> (Habte *et al.*, 2025), 3213,36 cm<sup>-1</sup> (Raja *et al.*, 2025), 3614,60 cm<sup>-1</sup> (Dzulhijjah *et al.*, 2025), dan 3454,12 cm<sup>-1</sup> (Simatupang *et al.*, 2024). Keberadaan gugus ini menandakan adanya gugus hidroksil aktif pada permukaan silika. Puncak kuat pada 1066,63 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi regangan asimetris gugus Si–O–Si (siloksan) yang didukung oleh hasil penelitian 1073,08 cm<sup>-1</sup> (Raja *et al.*, 2025), 1094 cm<sup>-1</sup> (Habte *et al.*, 2025), dan 1083,99 cm<sup>-1</sup> (Dzulhijjah *et al.*, 2025). Pada pita serapan 794,67 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi regangan simetris gugus Si–O<sup>-</sup> dari ikatan Si–O–Si. Hal ini juga dilaporkan pada 795 cm<sup>-1</sup> (Hidayat *et al.*, 2023). Kombinasi puncak-puncak tersebut mengindikasikan bahwa struktur utama material berupa jaringan silika (siloksan). Secara keseluruhan, hasil FTIR menunjukkan kesesuaian dengan berbagai penelitian sebelumnya (Dzulhijjah *et al.*, 2025; Habte *et al.*, 2025; Hidayat *et al.*, 2023; Raja *et*

*al.*, 2025; Simatupang *et al.*, 2024) dan mengonfirmasi bahwa material yang dihasilkan memiliki gugus fungsi utama Si–O–Si dan Si–OH. Gugus silanol menunjukkan adanya situs aktif sehingga material berpotensi sebagai adsorben, sedangkan keberadaan siloksan menandakan terbentuknya silika murni (Dzulhijjah *et al.*, 2025).

4.1.1.2 Kitosan (CS)

Kitosan (CS) merupakan salah satu komponen penyusun adsorben yang memiliki gugus fungsi aktif pada strukturnya. Identifikasi gugus fungsi tersebut dilakukan menggunakan FTIR dan hasilnya ditampilkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4. 2 Hasil Analisis Spektra FTIR Kitosan (CS)

Tabel 4. 2 Gugus Fungsi Kitosan (CS)

| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) | Rentang Serapan (cm <sup>-1</sup> ) | Referensi                       |
|--------------|----------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|
| O–H / -NH    | 3467,04                                | 3258-3467,04                        | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022) |
|              | 3398,69                                |                                     |                                 |

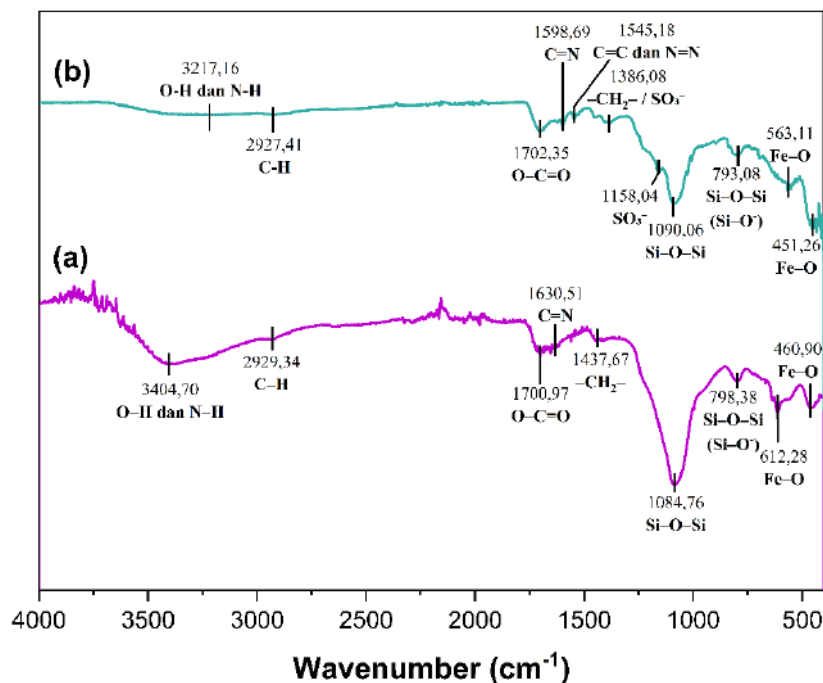
| Gugus Fungsi       | Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) | Rentang Serapan (cm <sup>-1</sup> ) | Referensi                       |
|--------------------|----------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|
|                    | 3258                                   |                                     | (Mondal <i>et al.</i> 2024)     |
|                    | 3368                                   |                                     | (Hisham <i>et al.</i> 2021)     |
|                    | 3446                                   |                                     |                                 |
| -NH / NH           | 1627,97                                | 1640-1560                           | (Hakam <i>et al.</i> 2023)      |
|                    | 1560,8                                 |                                     | (Singh <i>et al.</i> 2021)      |
| C-H                | 2918,94                                | 2918-2922                           | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022) |
|                    | 2922,25                                |                                     | (Hakam <i>et al.</i> 2023)      |
| -CH <sub>2</sub> - | 1414                                   | 1375-1459                           | (Hisham <i>et al.</i> 2021)     |
|                    | 1417,50 / 1459,50 / 1422               |                                     | (Nyeem <i>et al.</i> 2025)      |
|                    | 1375,90                                |                                     | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022) |
| -CH                | 2887                                   | -                                   | (Hisham <i>et al.</i> 2021)     |
| C-N                | 1327                                   | 1320-1327                           | (Khairkar <i>et al.</i> 2022)   |
|                    | 1320                                   |                                     | (Celikci <i>et al.</i> 2025)    |
| C-O-C dan C-O      | 1072,85                                | 1020-1116                           | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022) |
|                    | 1116,8                                 |                                     | (Singh <i>et al.</i> 2021)      |
|                    | 1073,8 / 1027,98                       |                                     |                                 |
|                    | 1020,15                                |                                     | (Kholiq <i>et al.</i> 2024)     |

Pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.2, menunjukkan referensi literatur untuk gugus fungsi pada kitosan dan hasil analisis FTIR terdapat beberapa pita serapan pada bilangan gelombang tertentu yang merepresentasikan gugus fungsi penyusun pada sampel kitosan (CS). Pada sampel kitosan, pita serapan teramati pada beberapa bilangan gelombang, yaitu sekitar 3338,17 cm<sup>-1</sup>; 2916,80 cm<sup>-1</sup>; 1590,02 cm<sup>-1</sup>; 1416,45 cm<sup>-1</sup>; 1324,85 cm<sup>-1</sup>; dan 1015,33 cm<sup>-1</sup>. Pita serapan lebar pada

sekitar 3338,17  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur (*stretching*) dari gugus hidroksil (O–H) dan amina (N–H). Hal ini sesuai dengan referensi dari Kurniawidi *et al.*, (2022); Mondal *et al.*, (2024); Singh (2021); dan Hisham *et al.* (2021) yang melaporkan rentang serapan O–H dan N–H berada pada kisaran 3258 - 3467  $\text{cm}^{-1}$ . Lebarnya pita ini menunjukkan adanya ikatan hidrogen yang kuat dalam struktur kitosan, yang merupakan karakteristik khas polisakarida. Puncak pada 2916,80  $\text{cm}^{-1}$  diidentifikasi sebagai vibrasi ulur C–H dari gugus metil ( $-\text{CH}_3$ ) dan metilen ( $-\text{CH}_2$ ). Hal ini sejalan dengan hasil penelitian Hakam, *et al.* (2023); Hisham *et al.*, (2021); dan Kurniawidi *et al.* (2022) yang menunjukkan serapan C–H berada pada kisaran 2850–2950  $\text{cm}^{-1}$ . Pita pada 1590,02  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk (*bending*) dari gugus N–H. Nilai ini sesuai dengan referensi Hakam *et al.* (2023); Kurniawidi *et al.* (2022); dan Singh (2021) yang melaporkan rentang serapan sekitar 1550–1650  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak ini juga menunjukkan bahwa kitosan masih memiliki sisa gugus asetil. Serapan pada 1416,45  $\text{cm}^{-1}$  dikaitkan dengan vibrasi tekuk dari gugus  $\text{CH}_2$ . Hal ini sesuai dengan literatur Hisham *et al.* (2021); Kurniawidi *et al.* (2022); dan Nyeem *et al.* (2025) yang menyebutkan bahwa gugus metilen muncul pada kisaran 1375–1459  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak pada 1324,85  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur C–N, yang merupakan ciri khas dari gugus amina pada kitosan (Celikci *et al.* 2025; Khairkar *et al.* 2022). Pita kuat pada 1020,15  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur C–O dan jembatan glikosidik C–O–C. Hal ini merupakan karakteristik utama polisakarida seperti kitosan. Referensi Kurniawidi *et al.*, 2022; Singh, 2021 menunjukkan bahwa gugus ini muncul pada kisaran 1020–1116  $\text{cm}^{-1}$ , sehingga hasil yang diperoleh sangat sesuai. Spektrum FTIR kitosan digunakan untuk menentukan derajat deasetilasi yang dapat dihitung menggunakan persamaan 2.14. Hasil perhitungan menunjukkan nilai sebesar 85,13%, yang telah memenuhi standar SNI 7949:2022 (>75%). Derajat deasetilasi mencerminkan jumlah gugus asetil yang terlepas dari kitin dan menjadi indikator kemurnian kitosan.

#### 4.1.1.3 Adsorben ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ )

Analisis FTIR dilakukan pada adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terbentuk setelah sintesis dan modifikasi. Spektrum FTIR adsorben sebelum adsorpsi (a) dan sesudah adsorpsi *methyl orange* (b) disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4. 3 Hasil Analisis Spektra FTIR (a)  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  dan (b)  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA-MO}$

Tabel 4. 3 Gugus Fungsi  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA-MO}$

| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) | Rentang Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ ) | Referensi                       |
|--------------|-----------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|
| O-H / -OH    | 3467,04                                 | 3300-3500                            | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022) |
|              | 3398,69                                 |                                      |                                 |
|              | 3258                                    |                                      | (Mondal <i>et al.</i> 2024)     |
|              | 3368                                    |                                      | (Hisham <i>et al.</i> 2021)     |
|              | 3446                                    |                                      |                                 |
| Si-OH        | 3401                                    | 2900-3000                            | (Habte <i>et al.</i> 2025)      |
|              | 2900                                    |                                      | (Alyasi <i>et al.</i> 2023)     |

| Gugus Fungsi                 | Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) | Rentang Serapan (cm <sup>-1</sup> ) | Referensi                                                   |
|------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| C–H                          | 2918,94                                |                                     | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022)                             |
|                              | 2922,25                                |                                     | (Hakam <i>et al.</i> 2023)                                  |
|                              | 3000                                   |                                     | (Foroughnia <i>et al.</i> 2021)                             |
| O–C=O                        | 1701                                   | -                                   | (Zhang <i>et al.</i> 2019)                                  |
| C=N                          | 1676                                   | 1234-1676                           | (Celikci <i>et al.</i> 2025; Foroughnia <i>et al.</i> 2021) |
|                              | 1546                                   |                                     | (Alharthi <i>et al.</i> 2022)                               |
|                              | 1589                                   |                                     |                                                             |
|                              | 1638                                   |                                     | (Ismiyarto <i>et al.</i> 2021)                              |
|                              | 1643                                   |                                     |                                                             |
| C=C                          | 1435                                   | 1420-1620                           | (R. Khan <i>et al.</i> 2026; Shahzadi <i>et al.</i> 2026)   |
|                              | 1442                                   |                                     | (Haque <i>et al.</i> 2021)                                  |
|                              | 1420                                   |                                     |                                                             |
| N=N                          | 1402                                   | 1402-1605                           | (Mayangsari <i>et al.</i> 2026)                             |
|                              | 1602                                   |                                     | (Haque <i>et al.</i> 2021; Shahzadi <i>et al.</i> 2026)     |
|                              | 1605                                   |                                     | (Kaur <i>et al.</i> 2023)                                   |
| –CH <sub>2</sub> –           | 1414                                   | 1375-1459                           | (Hisham <i>et al.</i> 2021)                                 |
|                              | 1417,50 / 1459,50 / 1422               |                                     | (Nyeem <i>et al.</i> 2025)                                  |
|                              | 1375,90                                |                                     | (Kurniawidi <i>et al.</i> 2022)                             |
| SO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | 1140                                   | 1000-1372                           | (Al-Mur dan Jamal 2026)                                     |
|                              | 1000                                   |                                     |                                                             |
|                              | 1365                                   |                                     | (Kaur <i>et al.</i> 2023)                                   |
|                              | 1050                                   |                                     | (Shahzadi <i>et al.</i> 2026)                               |
|                              | 1190                                   |                                     |                                                             |

| Gugus Fungsi      | Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) | Rentang Serapan (cm <sup>-1</sup> ) | Referensi                       |
|-------------------|----------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|
|                   | 1372-1335 (Asimetri)                   |                                     | (Yousuf <i>et al.</i> 2026)     |
|                   | 1195-1168 (Simetri)                    |                                     |                                 |
| Si–O–Si           | 1094                                   | 1300-1000                           | (Habte <i>et al.</i> 2025)      |
|                   | 1073,08                                |                                     | (Raja <i>et al.</i> 2025)       |
|                   | 1083,99                                |                                     | (Dzulhijjah <i>et al.</i> 2025) |
| Si–O <sup>-</sup> | 795                                    | -                                   | (Hidayat <i>et al.</i> 2023)    |
| Fe–O              | 462 / 612                              | 400-650                             | (Turkestani, 2025)              |

Pada Gambar 4.3 (a) dan Tabel 4.3, menunjukkan referensi literatur untuk gugus fungsi pada kitosan dan hasil analisis spektrum FTIR pada adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA yang menunjukkan keberhasilan pembentukan komposit melalui munculnya pita khas dari masing-masing komponen. Pita lebar pada bilangan gelombang 3404,70 cm<sup>-1</sup> diatribusikan pada vibrasi regangan gugus O–H dan N–H yang berasal dari kitosan serta gugus silanol pada SiO<sub>2</sub>, yang mengindikasikan adanya ikatan hidrogen (Habte *et al.* 2025; Hisham *et al.* 2021; Kurniawidi *et al.* 2022; Mondal *et al.* 2024). Puncak pada 2929,34 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya regangan C–H alifatik yang berasal dari rantai polimer (Foroughnia *et al.* 2021; Hakam *et al.* 2023; Kurniawidi *et al.* 2022; Alyasi *et al.* 2023).

Keberadaan gugus karbonil (O–C=O) ditunjukkan oleh pita pada 1700,97 cm<sup>-1</sup> yang menandakan keberhasilan *grafting* poliakrilat (Zhang *et al.* 2019), sedangkan pita pada 1630,51 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan terbentuknya gugus imina (C=N) khas *Schiff-base* dari reaksi antara kitosan dengan salisaldehyda, meskipun pita ini juga dapat dipengaruhi oleh kontribusi vibrasi amida (Celikci, *et al.* 2025; Foroughnia *et al.* 2021). Selain itu, pita pada 1437,67 cm<sup>-1</sup> menunjukkan deformasi gugus –CH<sub>2</sub>– dari struktur polimer (Hisham *et al.* 2021; Kurniawidi *et al.* 2022; dan Nyeem *et al.* 2025).

Keberhasilan pelapisan silika pada inti magnetit ditunjukkan oleh pita kuat pada  $1084,76\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan regangan asimetris Si–O–Si, serta pita pada  $798,38\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi regangan simetris gugus Si–O<sup>-</sup> dari ikatan Si–O–Si (Dzulhijjah *et al.* 2025; Habte *et al.* 2025; Hidayat *et al.* 2023; Raja *et al.* 2025). Sementara itu, keberadaan inti Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dikonfirmasi oleh munculnya pita pada  $612,28\text{ cm}^{-1}$  dan  $460,90\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik vibrasi Fe–O (Turkestani 2025). Secara keseluruhan, spektrum ini menegaskan bahwa seluruh komponen adsorben telah berhasil terintegrasi, sesuai dengan karakteristik FTIR.

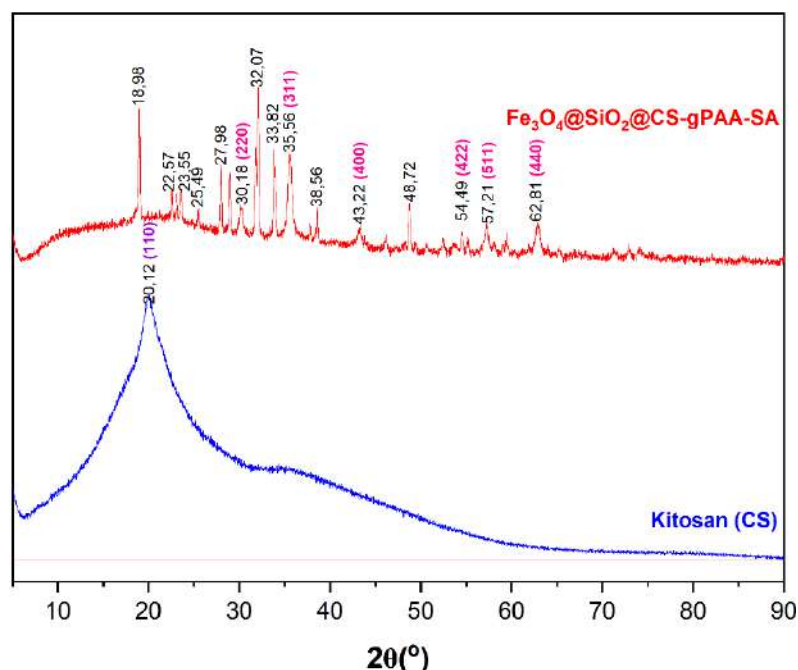
Pada Gambar 4.3 (b) dan Tabel 4.3, spektrum FTIR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA-MO menunjukkan pola serapan yang serupa dengan spektrum Gambar 4.3 (a), namun dengan beberapa pergeseran posisi pita serta munculnya pita-pita baru yang mengindikasikan keberhasilan adsorpsi MO. Pita lebar dengan bilangan gelombang  $3217,16\text{ cm}^{-1}$  pada gugus O–H dan N–H mengalami pergeseran, yang mengindikasikan terjadinya interaksi ikatan hidrogen antara gugus hidroksil/amina dengan molekul MO (Al-Mur and Jamal 2026; R. Khan *et al.* 2026; Mayangsari *et al.* 2026; Shahzadi *et al.* 2026). Puncak pada  $2927,41\text{ cm}^{-1}$  tetap menunjukkan keberadaan regangan C–H alifatik dari rantai polimer, relatif tidak banyak berubah (Foroughnia *et al.* 2021; Hakam *et al.* 2023; Kurniawidi *et al.* 2022; Alyasi *et al.* 2023).

Pita pada  $1702,35\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus karbonil (O–C=O) yang relatif tetap, menandakan gugus poliakrilat hasil *grafting* masih stabil poliakrilat (Zhang *et al.* 2019), sedangkan pita (C=N) mengalami pergeseran dari  $1630,51\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1598,69\text{ cm}^{-1}$  disertai penurunan intensitas, yang mengindikasikan adanya interaksi gugus imina pada adsorben dengan gugus sulfonat *methyl orange* melalui tarikan elektrostatik (R. Khan *et al.* 2026). Indikator paling penting keberhasilan adsorpsi adalah munculnya pita baru pada  $1545,18\text{ cm}^{-1}$  yang berkaitan dengan vibrasi C=C aromatik dan N=N azo, di mana gugus N=N

merupakan ciri khas struktur azo pada molekul MO (Haque *et al.* 2021; Kaur *et al.* 2023; R. Khan *et al.* 2026; Mayangsari *et al.* 2026; Shahzadi *et al.* 2026; Yousuf *et al.* 2026). Selain itu, pita pada 1386,08  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan tumpang tindih (overlap) antara deformasi  $-\text{CH}_2-$  dan vibrasi asimetri gugus sulfonat ( $\text{SO}_3^-$ ), diperkuat oleh munculnya pita tajam pada 1158,04  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi simetri gugus  $\text{SO}_3^-$  (Al-Mur and Jamal 2026; Kaur *et al.* 2023; Mayangsari *et al.* 2026; Shahzadi *et al.* 2026; Yousuf *et al.* 2026). Pita Si–O–Si (1090,06 dan 793,08  $\text{cm}^{-1}$ ) serta Fe–O (563,11 dan 451,26  $\text{cm}^{-1}$ ) tetap konsisten teramati meski sedikit bergeser dari spektrum Gambar 4.3 (a), menunjukkan struktur inti–shell adsorben tetap terjaga setelah proses adsorpsi (Dzulhijjah *et al.* 2025; Habte *et al.* 2025; Hidayat *et al.* 2023; Raja *et al.* 2025; Turkestani 2025). Secara keseluruhan, kemunculan pita-pita khas N=N dan  $\text{SO}_3^-$  ini tidak teramati pada spektrum Gambar 4.3 (a), sehingga menjadi bukti kuat bahwa MO, yang memiliki gugus azo dan sulfonat, telah berhasil teradsorpsi pada permukaan adsorben.

#### 4.1.2 Analisis Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis X-Ray Diffraction (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dan fase yang terdapat pada material hasil sintesis. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengonfirmasi keberhasilan pembentukan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  melalui identifikasi pola difraksi khas dari komponen penyusunnya. Hasil pola difraksi XRD ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4. 4 Grafik Pola Difraksi XRD

Pengujian XRD dilakukan untuk mengidentifikasi karakteristik kristalinitas material yang terdapat dalam sampel. Analisis difraksi pada sampel kitosan (CS) dan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-SA}$  dilakukan pada rentang sudut difraksi ( $2\theta$ )  $5^\circ$ – $90^\circ$ . Difraktogram XRD pada Gambar 4.4, kitosan (CS) murni menunjukkan puncak lebar (*broad peak*) dominan pada sekitar  $2\theta = 20,12^\circ$  (110), yang menandakan sifat semi-kristalin khas kitosan (Ali *et al.* 2024; Dardeer *et al.* 2024).

Pada komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ , puncak khas kitosan mengalami pergeseran dari  $20,12^\circ$  menjadi  $18,98^\circ$ , yang menunjukkan adanya interaksi kimia serta proses *grafting poly(acrylic acid)* pada rantai kitosan (Kumari *et al.* 2021). Selain pergeseran tersebut, muncul puncak tajam pada  $2\theta$  kisaran  $30,18^\circ$  (220),  $35,56^\circ$  (311),  $43,22^\circ$  (400),  $54,49^\circ$  (422),  $57,21^\circ$  (511), dan  $62,81^\circ$  (440) yang merupakan karakteristik struktur spinel kubik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Puncak-puncak difraksi tersebut sesuai dengan indeks Miller khas magnetit dengan struktur *spinel invers* dan mengacu pada data *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS), sehingga mengonfirmasi bahwa fase

magnetit berhasil terbentuk dan terdispersi dalam matriks komposit (Dardeer *et al.* 2024; Rajan *et al.* 2020; Sakhawy *et al.* 2023; Wang *et al.* 2022).

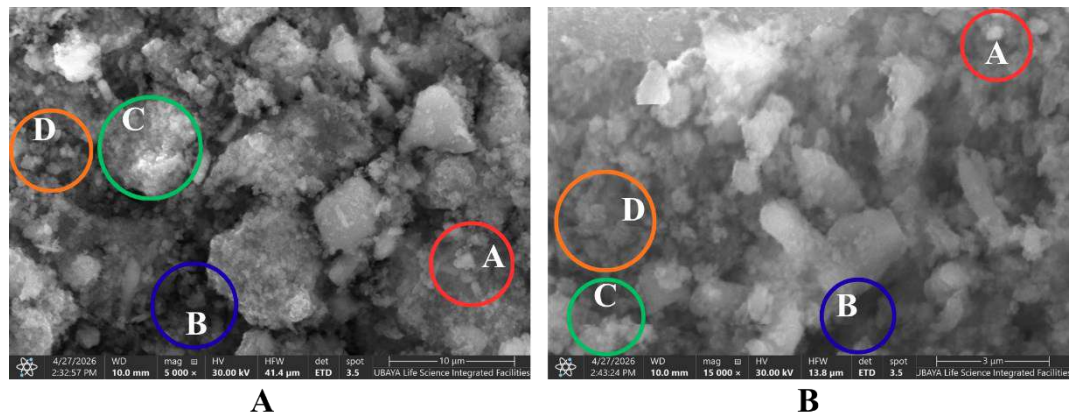
Keberadaan  $\text{SiO}_2$  pada komposit ditunjukkan oleh munculnya *hump* difraksi pada  $2\theta$  kisaran  $22,57^\circ$  dan  $23,55^\circ$  yang cenderung bersifat amorf (Lin *et al.* 2026; Radha *et al.* 2026). Munculnya *hump* tersebut menunjukkan bahwa lapisan silika yang terbentuk memiliki tingkat kristalinitas yang rendah, sehingga karakteristik amorf  $\text{SiO}_2$  tetap dipertahankan dalam struktur komposit.

Data difraksi XRD dapat dimanfaatkan untuk menghitung ukuran kristalit menggunakan persamaan *Debye Scherrer* (Persamaan 2.19). Hasil perhitungan menunjukkan bahwa ukuran kristalit rata-rata kitosan sebesar 1,95 nm, sedangkan pada adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  sebesar 41,85 nm. Peningkatan ukuran kristalit tersebut mengindikasikan bahwa proses pembentukan komposit menghasilkan struktur kristalin yang lebih besar dibandingkan kitosan murni.

#### **4.1.3 Analisis Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) – *Energy***

##### ***Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDX)**

Analisis SEM-EDX dilakukan untuk mengidentifikasi morfologi permukaan serta komposisi kimia adsorben. Karakterisasi adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  melalui citra SEM dilakukan pada perbesaran  $15.000\times$  dengan rentang pengamatan sebesar  $5\ \mu\text{m}$ .



Gambar 4. 5 Hasil Analisis SEM  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  dengan Perbesaran 5.000x (A) dan 15.000x (B)

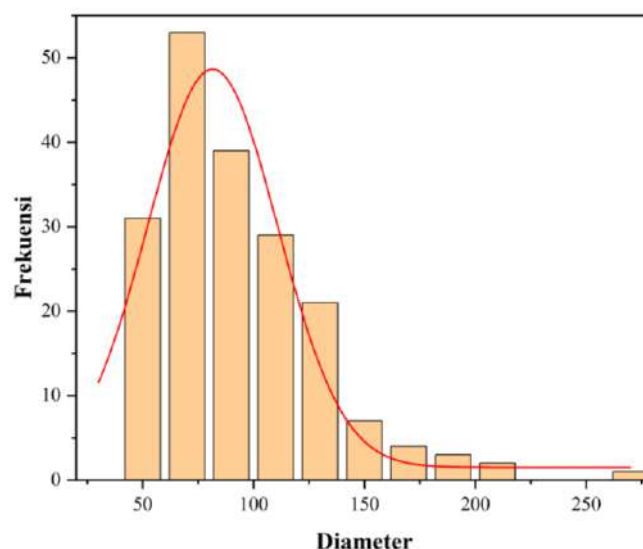
Pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa morfologi permukaan adsorben memiliki beberapa karakteristik, yaitu bentuk partikel yang tidak beraturan (A), rongga antarpartikel (B), pengelompokan partikel (C), serta permukaan yang relatif kasar (D). Dua fenomena yang sering tertukar, yaitu aglomerasi dan agregasi, perlu dibedakan terlebih dahulu sebelum morfologi tersebut diinterpretasikan lebih lanjut. Aglomerat merupakan kumpulan partikel yang terikat lemah dan dapat dipisahkan kembali, sementara itu, agregat merupakan kumpulan partikel yang terikat kuat sehingga sulit dipisahkan (*Santandrea et al.* 2021).

Fenomena aglomerasi pada sistem  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  ini sejalan dengan sifat dasar nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang memiliki kecenderungan kuat untuk teraglomerasi akibat interaksi magnetik antarpartikel dan energi permukaan yang besar (Hazarika and Borah 2024). Studi pada *nanopowder*  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  turut mengonfirmasi temuan ini, dengan morfologi SEM yang menampilkan struktur teraglomerasi kuat berupa klaster tidak beraturan dari nanopartikel primer (*Wilczynska et al.* 2025), serupa dengan yang teramati pada adsorben dalam penelitian ini. Penggabungan kitosan dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  cenderung meningkatkan ukuran partikel akibat aglomerasi yang lebih ekstensif, yang diduga terjadi karena rantai polimer kitosan berperan sebagai penghubung antarpartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang berdekatan. Di sisi lain pelapisan silika pada permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat menekan agregasi partikel secara signifikan yang

sebelumnya bersifat signifikan. Lapisan  $\text{SiO}_2$  tersebut diduga berperan meminimalkan kecenderungan pembentukan agregat permanen, meskipun aglomerasi tetap teramati akibat pengaruh komponen kitosan pada tahap modifikasi selanjutnya (da Silva Alves *et al.* 2021).

Permukaan adsorben, selain menunjukkan aglomerasi, juga menampilkan tekstur kasar, berpori, dan retakan yang mengindikasikan terbentuknya struktur kompleks akibat proses modifikasi bertahap (Herbei *et al.* 2025; Malek *et al.* 2020; Reghioua *et al.* 2021). Interaksi dipol magnetik antartpartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah dijelaskan sebelumnya diduga turut memengaruhi keberadaan pori, renggangan, atau celah tersebut (Zainullah *et al.* 2025). Proses *grafting* polimer juga memengaruhi kekasaran morfologi, yang menyebabkan terbentuknya jaringan struktur tidak homogen. Munculnya struktur menyerupai batang (*rod-like*) pada permukaan adsorben menunjukkan keberhasilan proses *grafting* dan modifikasi kimia (Omer *et al.* 2021).

Morfologi SEM adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-Salisilaldehida}$ , secara keseluruhan, menunjukkan kombinasi struktur tidak beraturan, berpori, dan teraglomerasi, yang menandakan keberhasilan sintesis komposit *multilayer*. Pendekatan perhitungan pada Gambar 4.6 memperoleh ukuran partikel rata-rata sebesar 92,56 nm. Karakteristik ini mendukung fungsi adsorben karena menyediakan luas permukaan yang besar, akses pori yang memadai, serta kestabilan struktural dan magnetik yang baik (Elboughdiri 2020).



Gambar 4. 6 Grafik Distribusi Ukuran Partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$

Tabel 4. 4 Hasil Analisis EDX (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*)  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$

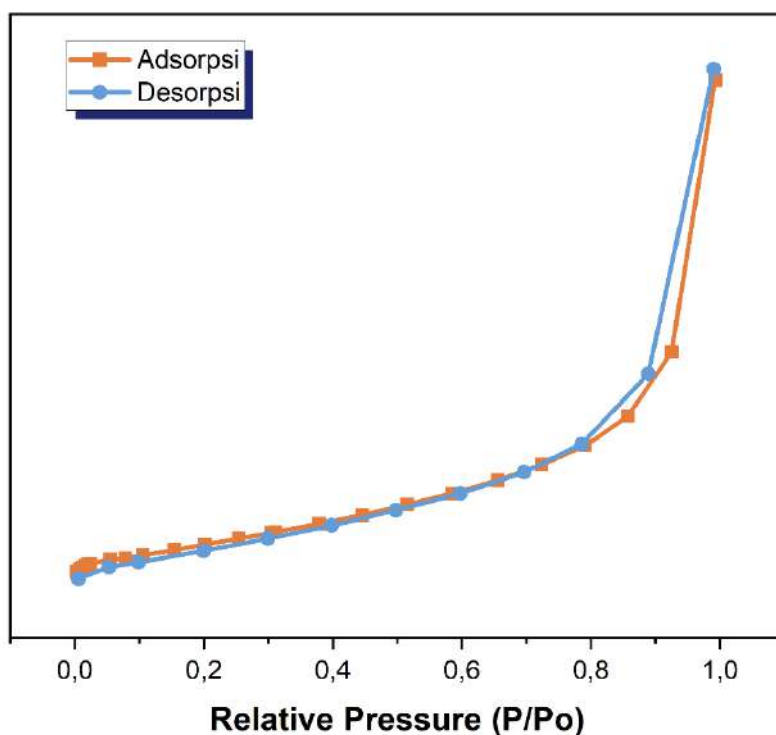
| Element | Line | At. % | Wt. % |
|---------|------|-------|-------|
| C       | K    | 29.6  | 20.9  |
| O       | K    | 53.8  | 50.5  |
| Na      | K    | 7.5   | 10.2  |
| Al      | K    | 0.2   | 0.3   |
| Si      | K    | 4.9   | 8.0   |
| S       | K    | 2.2   | 4.2   |
| Cl      | K    | 0.1   | 0.2   |
| Fe      | K    | 1.7   | 5.7   |

Pada Tabel 4.4 menunjukkan hasil analisis EDX pada adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  menunjukkan keberadaan unsur C (29,6%), O (53,8%), Na (7,5%), Si (4,9%), S (2,2%), Fe (1,7%), Al (0,2%) dan Cl (0,1%). Unsur C, O, Si, dan Fe sesuai dengan analisis FTIR yang mengindikasikan keberhasilan modifikasi berbasis polimer, yaitu kitosan (CS), *grafting poly(acrylic acid)* (gPAA), serta pembentukan *schiff-base* dari salisilaldehida (Reghioua *et al.* 2021; Zhang *et al.* 2019). Kehadiran unsur Na, S, dan Cl dalam sampel diduga berasal dari pengotor yang masih terisa, yakni natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) dan  $\text{FeCl}_3$ , sedangkan Al kemungkinan merupakan kontaminasi

minor. Secara keseluruhan, data EDX mengonfirmasi bahwa struktur komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-Salisilaldehida}$  berhasil terbentuk.

#### 4.1.4 Analisis Uji *Brunauer-Emmett-Teller* (BET)

Karakterisasi adsorben kitosan termodifikasi dilakukan menggunakan analisis BET dan BJH melalui adsorpsi-desorpsi gas nitrogen pada suhu 77,3 K untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume pori total, serta distribusi ukuran pori yang menentukan kapasitas dan efisiensi adsorpsi terhadap *methyl orange* (MO). Hasil karakterisasi disajikan pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.7.



Gambar 4. 7 Isoterm Adsorpsi-Desorpsi  $\text{N}_2$  untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$

Tabel 4. 5 Hasil Karakterisasi BET dan BJH Adsorben Kitosan Termodifikasi

| Parameter              | Nilai                    |
|------------------------|--------------------------|
| <i>Surface Area</i>    | 15,373 m <sup>2</sup> /g |
| Koefisien Korelasi (r) | 0,9941                   |
| <i>Pore Volume</i>     | 0,077 cm <sup>3</sup> /g |
| Radius Pori            | 18,090 Å (1,809 nm)      |
| Diameter Pori          | 3,618 nm                 |

Kurva adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> pada Gambar 4.7 menunjukkan kenaikan volume adsorpsi yang lambat pada rentang  $P/P_0$  0,1–0,8, kemudian meningkat tajam ketika mendekati  $P/P_0 = 1$ . Garis adsorpsi dan desorpsi tidak berimpit, sehingga terbentuk celah histeresis di antara keduanya. Celah ini muncul akibat perbedaan tekanan antara proses kondensasi kapiler saat adsorpsi dan proses evaporasi kapiler saat desorpsi. Pada material dengan ukuran mesopori kecil (kisaran 2–4 nm), yang sejalan dengan ukuran pori adsorben pada penelitian ini (3,618 nm), proses kondensasi kapiler berlangsung mendekati tekanan transisi kesetimbangan, sedangkan proses evaporasi kapiler berlangsung pada tekanan yang lebih rendah dari kondisi kesetimbangan akibat adanya penyumbatan pori tunggal (*single pore blocking*) yang disebabkan oleh ketidakrataan dinding pori silinder (Morishige 2021). Pola seperti ini tergolong isotherm tipe IV yang merupakan ciri material mesopori dengan diameter pori 2–50 nm. Pada isotherm tipe ini, gas nitrogen mula-mula membentuk lapisan tipis (*monolayer*) di dinding pori, dilanjutkan dengan pembentukan lapisan berganda (*multilayer*), hingga akhirnya pori terisi penuh melalui kondensasi kapiler, yakni proses mengembunnya gas menjadi fase seperti cairan di dalam pori pada tekanan yang masih berada di bawah tekanan jenuhnya (Raja and Barron n.d.; Thommes *et al.* 2015).

Loop histeresis yang muncul pada kurva ini dapat digolongkan sebagai tipe H3 menurut klasifikasi IUPAC. Tipe H3 ditandai dengan cabang adsorpsi yang bentuknya menyerupai isotherm tipe II, serta batas bawah cabang desorpsi yang biasanya muncul pada tekanan relatif tertentu akibat peristiwa kavitasi. Pola histeresis seperti ini umumnya dijumpai pada agregat partikel berbentuk

lempeng yang tersusun longgar atau tidak kaku, seperti pada beberapa jenis material lempung (Thommes *et al.* 2015). Kondisi ini cukup masuk akal jika dikaitkan dengan struktur kitosan yang memang tersusun dari lapisan-lapisan menyerupai lembaran. Susunan pori berbentuk celah antar-lembaran semacam ini diduga turut membantu proses transfer massa zat warna ke dalam adsorben, sekaligus mendukung penyerapan molekul zat warna yang berukuran relatif besar (Fayad *et al.* 2025; Li *et al.* 2026).

Hasil analisis BET menunjukkan luas permukaan sebesar 15,373 m<sup>2</sup>/g dengan koefisien relasi ( $r$ ) = 0,9941 mengindikasikan bahwa modifikasi berhasil membuka struktur kitosan sehingga menghasilkan permukaan yang lebih luas dibandingkan kitosan alami yang bersifat semi-kristalin dan kurang berpori. Al-Mur dan Jamal (2026) melaporkan bahwa kitosan murni tanpa modifikasi hanya memiliki luas permukaan 4,076 m<sup>2</sup>/g akibat kerapatan molekuler yang tinggi dan sedikitnya pori yang dapat diakses, sehingga modifikasi terbukti secara signifikan meningkatkan karakteristik tekstural adsorben.

Analisis BJH menunjukkan volume pori sebesar 0,0753 cm<sup>3</sup>/g, luas permukaan BJH sebesar 16,717 m<sup>2</sup>/g, serta radius pori dominan 18,090 Å atau setara diameter pori 3,618 nm. Sebagaimana telah disebutkan, pori dengan lebar antara 2–50 nm tergolong mesopori (Raja *and* Barron 2026; Thommes *et al.* 2015), sehingga ukuran ini mengonfirmasi kembali bahwa adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA termasuk kategori material mesopori, Diameter pori adsorben (3,618 nm) ini perlu dibandingkan dengan ukuran molekul zat warna *methyl orange* (MO) yang akan diserap, yaitu sekitar 6–8 nm berdasarkan berat molekul dan strukturnya (Wu *et al.* 2021). Karena diameter pori jauh lebih kecil dibandingkan ukuran molekul MO, molekul MO kemungkinan besar tidak dapat masuk ke dalam pori bagian dalam adsorben melalui mekanisme pengisian kapiler.

#### **4.1.5 Analisis Sifat Kemagnetan Adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA**

Karakterisasi sifat magnetik adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA dilakukan melalui pengamatan visual terhadap respons material terhadap

medan magnet eksternal menggunakan magnet permanen. Berdasarkan Gambar 4.8, adsorben terlihat tertarik dan berkumpul pada sisi erlenmeyer yang berdekatan dengan magnet, sedangkan larutan di bagian atas tampak lebih jernih. Hal tersebut menunjukkan bahwa adsorben hasil sintesis memiliki respons magnetik yang baik sehingga dapat dipisahkan dari medium cair dengan menggunakan magnet eksternal (Wang *et al.* 2022). Penggunaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebagai komponen magnetik pada adsorben memang banyak dimanfaatkan untuk mempermudah proses pemisahan material setelah adsorpsi, termasuk pada adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{kitosan}$  untuk penyisihan zat warna azo (Freire *et al.* 2020).



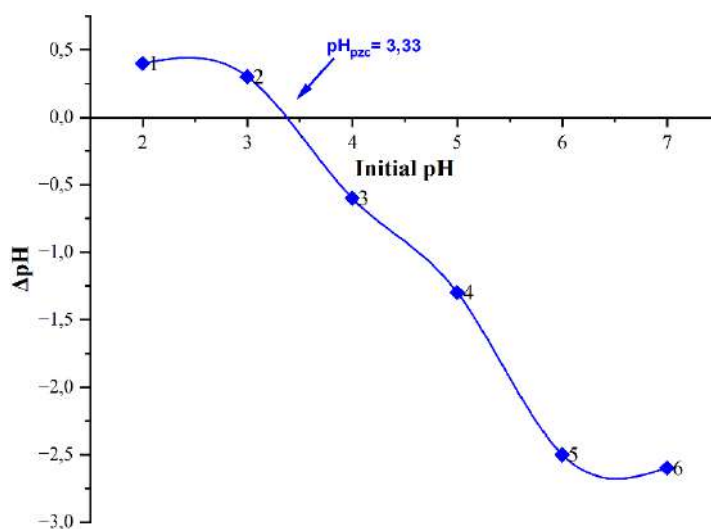
Gambar 4. 8 Visualisasi Sifat Kemagnetan  
Adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$

Respons terhadap magnet (Gambar 4.8) menunjukkan bahwa keberadaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  masih memberikan sifat magnetik meskipun telah mengalami modifikasi permukaan. Pada komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berperan sebagai komponen magnetik, sedangkan  $\text{SiO}_2$  membentuk lapisan pada permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dapat membantu mengurangi aglomerasi partikel. Pada penelitian Wang *et al.* (2022) melaporkan bahwa pelapisan  $\text{SiO}_2$  pada permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat mengurangi akumulasi partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , sedangkan modifikasi permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2/\text{PVA}/\text{CS}$  dilakukan

untuk meningkatkan karakteristik adsorben berbasis kitosan. Selain itu, Eltaweil *et al.* (2021) melaporkan bahwa keberadaan lapisan nonmagnetik pada komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat menurunkan magnetisasi, tetapi masih memungkinkan terjadinya pemisahan secara magnetik. Hal tersebut mendukung hasil penelitian bahwa pelapisan  $\text{SiO}_2$  serta modifikasi menggunakan kitosan, PAA, dan salisilaldehida tidak menghilangkan respons magnetik dari inti  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Dengan demikian, komponen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tetap berfungsi sebagai bagian magnetik, sedangkan komponen hasil modifikasi permukaan berperan dalam mendukung fungsi adsorpsi.

#### 4.1.6 Analisis *Point of Zero Charge* ( $\text{pH}_{\text{PZC}}$ )

Analisis *Point of Zero Charge* ( $\text{pH}_{\text{PZC}}$ ) dilakukan untuk mengetahui karakteristik muatan permukaan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  pada berbagai kondisi pH. Parameter ini penting karena muatan permukaan adsorben berperan dalam menentukan kekuatan interaksi elektrostatis dengan molekul adsorbat. Hasil penentuan nilai  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4. 9  $\Delta\text{pH}$  Versus pH Awal untuk Menentukan Titik Muatan Nol ( $\text{pH}_{\text{PZC}}$ )

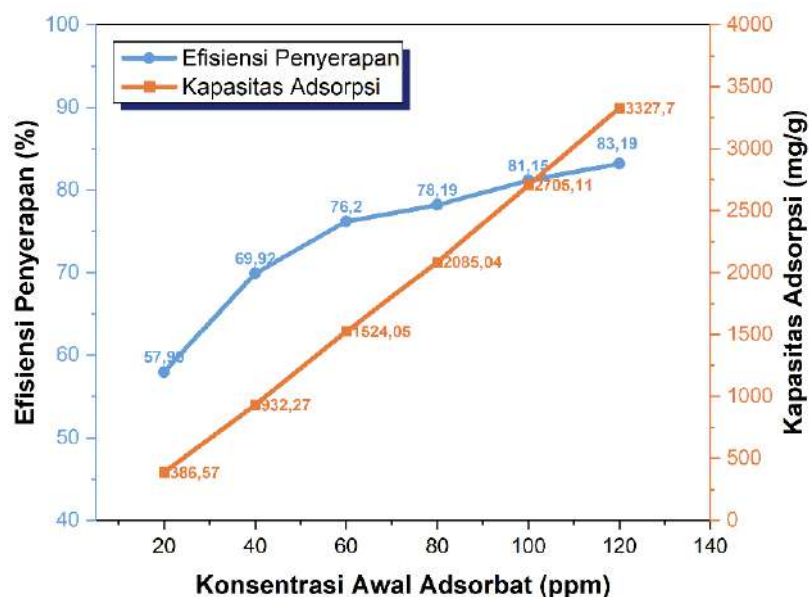
Pada Gambar 4.9 hubungan antara pH awal dan  $\Delta\text{pH}$  (pH akhir – pH awal) menunjukkan bahwa nilai  $\Delta\text{pH}$  menurun seiring dengan meningkatnya

pH awal. Pada pH awal 2 dan 3,  $\Delta\text{pH}$  bernilai positif (0,4 dan 0,3), yang menunjukkan adanya peningkatan pH setelah mencapai kesetimbangan akibat protonasi gugus aktif sehingga permukaan adsorben bermuatan positif. Sebaliknya, pada  $\text{pH} \geq 4$ ,  $\Delta\text{pH}$  bernilai negatif yang menandakan terjadinya deprotonasi dan perubahan muatan permukaan menjadi negatif. Titik potong kurva pada  $\Delta\text{pH} = 0$  menunjukkan nilai  $\text{pH}_{\text{pzc}}$ , yang dari hasil interpolasi antara pH 3 ( $\Delta\text{pH} = 0,3$ ) dan pH 4 ( $\Delta\text{pH} = -0,6$ ) diperoleh sebesar 3,33. Hal ini menunjukkan bahwa pada  $\text{pH} < 3,33$  permukaan adsorben bermuatan positif dan cenderung mengadsorpsi anion, sedangkan pada  $\text{pH} > 3,33$  permukaan bermuatan negatif dan lebih cenderung mengadsorpsi kation. Secara khusus adsorpsi pewarna anionik seperti *methyl orange* (MO) lebih cenderung pada tingkat pH rendah (Ibrahim *et al.* 2024; Wu *et al.* 2021). Pada kondisi pH rendah ( $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$ ), permukaan adsorben terprotonasi sehingga bermuatan positif, yang memperkuat interaksi elektrostatik dengan molekul MO yang dominan bermuatan negatif, sehingga efisiensi adsorpsi meningkat. Sebaliknya, pada pH tinggi ( $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pzc}}$ ), permukaan adsorben bermuatan negatif sehingga terjadi gaya tolak-menolak dengan MO yang juga bermuatan negatif, sehingga efisiensi adsorpsi menurun (Hussein *et al.* 2021).

## 4.2 Pengaruh Variasi Terhadap Efektivitas Dekolorisasi Zat Warna *Methyl Orange*

### 4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Awal Zat Warna *Methyl Orange* (MO)

Pengujian pengaruh konsentrasi awal dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi *methyl orange* (MO) pada 20, 40, 60, 80, 100, 110, dan 120 ppm, dengan dosis adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  sebesar 0,03 g/L, kecepatan pengadukan 150 rpm, suhu 25°C, dan pH 3. Hasil yang ditampilkan pada Gambar 4.10 menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi awal MO dari 20 ppm hingga 120 ppm secara konsisten meningkatkan efisiensi penyerapan dari 57,99% menjadi 83,19% serta kapasitas adsorpsi dari 386,57 mg/g menjadi 3.327,8 mg/g. Peningkatan kedua parameter secara bersamaan mengindikasikan bahwa situs aktif adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  belum mengalami kejenuhan dalam seluruh rentang konsentrasi yang diujikan.



Gambar 4. 10 Grafik Pengaruh Variasi Konsentrasi Awal Zat Warna MO Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi *Methyl Orange* (MO) Pada Sistem  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .

Pada (Gambar 4.10) konsentrasi rendah (20 ppm), konsentrasi MO dalam larutan jauh lebih rendah dibandingkan jumlah situs aktif yang tersedia pada permukaan adsorben, sehingga interaksi antara adsorbat dan adsorben belum berlangsung secara optimal dan efisiensi penyerapan yang diperoleh hanya mencapai 57,99%. Seiring meningkatnya konsentrasi awal MO, jumlah molekul adsorbat dalam larutan semakin banyak sehingga peluang terjadinya kontak dengan situs aktif adsorben juga meningkat. Kondisi ini menyebabkan efisiensi penyerapan mengalami peningkatan. Selain itu, kapasitas adsorpsi turut meningkat karena semakin banyak molekul zat warna yang tersedia untuk berinteraksi dan terikat pada permukaan adsorben (Hambisa *et al.* 2023). Peningkatan konsentrasi awal adsorbat juga menghasilkan gaya pendorong perpindahan massa yang lebih besar, sehingga proses difusi molekul MO menuju permukaan adsorben berlangsung lebih efektif. Fenomena ini menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi awal adsorbat dapat meningkatkan jumlah zat warna MO yang teradsorpsi hingga mendekati kondisi kesetimbangan adsorpsi (Hemmati *et al.* 2026).

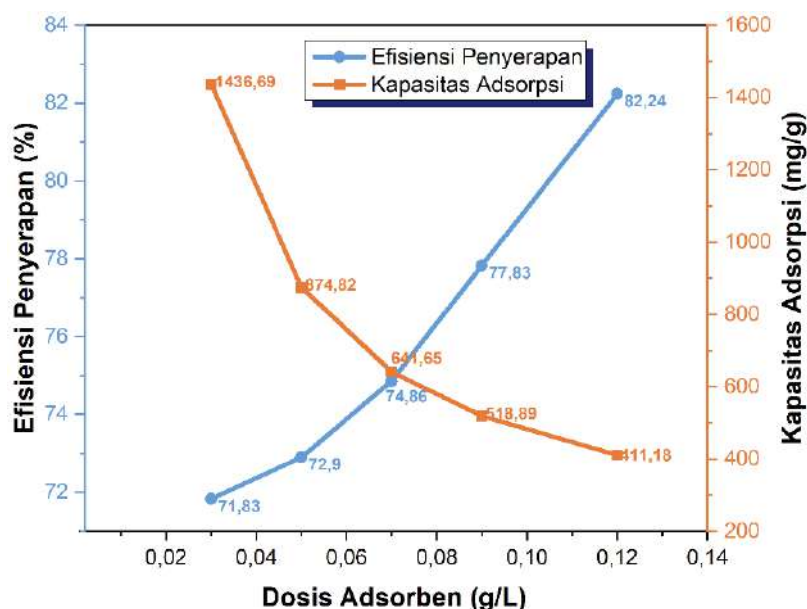
Ketersediaan situs aktif dalam jumlah besar ini didukung oleh hasil FTIR, yang menunjukkan bahwa adsorben memiliki beragam gugus fungsi

aktif seperti O–H/N–H, O–C=O, dan C=N yang berperan sebagai titik interaksi bagi molekul MO (Celikci *et al.* 2025; Mondal *et al.* 2024; Zhang *et al.* 2019). Hal ini diperkuat oleh munculnya pita serapan baru pada 1545,18  $\text{cm}^{-1}$  (C=C dan N=N) serta 1158,04  $\text{cm}^{-1}$  ( $\text{SO}_3^-$ ) setelah proses adsorpsi, yang mengonfirmasi keberhasilan interaksi antara gugus aktif adsorben dengan gugus azo dan sulfonat pada MO (Al-Mur dan Jamal 2026; Kaur *et al.* 2023; Khan *et al.* 2026). Dengan demikian, keberagaman gugus fungsi aktif pada permukaan adsorben mendukung peningkatan efisiensi dan kapasitas adsorpsi seiring bertambahnya konsentrasi awal MO.

Laju peningkatan efisiensi mulai melandai pada rentang konsentrasi 100–120 ppm (dari 81,15% menjadi 83,19%), yang mengindikasikan adsorben mulai mendekati kondisi jenuh dan konsentrasi optimal berada pada kisaran tersebut. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum sebesar 3.327,80 mg/g yang dicapai pada penelitian ini jauh melampaui kapasitas adsorben berbasis kitosan magnetik sejenis yang dilaporkan dalam literatur, seperti  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  (182,50 mg/g) (Li *et al.* 2024) dan polimida/kitosan-MoS<sub>2</sub>-UiO-66 (195,61 mg/g) (Hemmati *et al.* 2026) yang menegaskan keunggulan modifikasi berlapis pada adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .

#### 4.2.2 Pengaruh Dosis Adsorben

Pengujian pengaruh variasi dosis adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  dilakukan menggunakan larutan *methyl orange* (MO) berkonsentrasi 60 mg/L sebanyak 100 mL pada pH 3 dan suhu 25°C selama 60 menit dengan variasi dosis 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; dan 0,12 g/L. Efisiensi penyerapan dan kapasitas adsorpsi pada Gambar 4.11 menunjukkan kecenderungan yang berlawanan seiring dengan bertambahnya dosis adsorben. Nilai efisiensi penyerapan meningkat secara konsisten dari 71,83% pada dosis 0,03 g/L hingga 82,24% pada dosis 0,12 g/L. Sebaliknya, kapasitas adsorpsi mengalami penurunan signifikan dari 1.436,69 mg/g menjadi 411,18 mg/g pada rentang dosis yang sama.



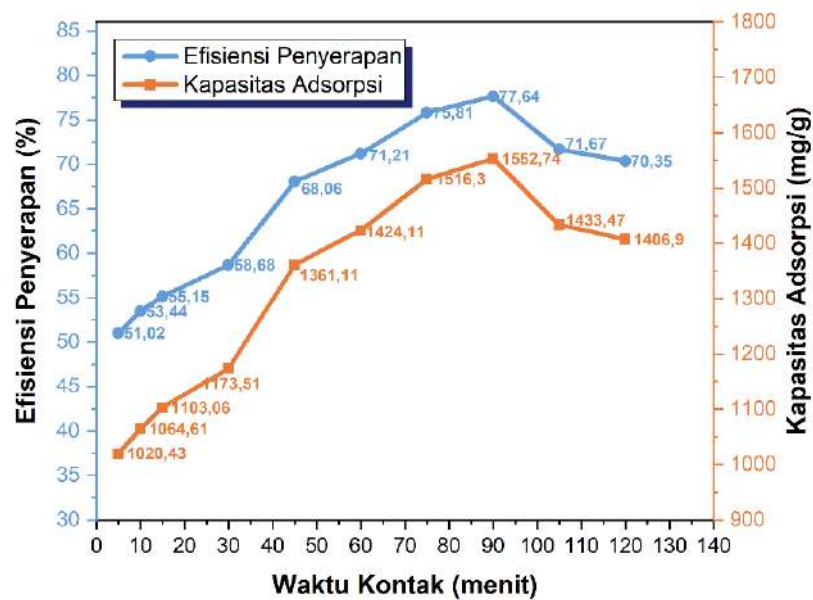
**Gambar 4. 11** Grafik Pengaruh Variasi Dosis Adsorben Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi *Methyl Orange* (MO) Pada Sistem  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .

Peningkatan efisiensi (Gambar 4.11) penyerapan seiring bertambahnya dosis adsorben terjadi karena permukaan molekul MO berikatan dengan banyaknya jumlah situs aktif yang terdeteksi pada hasil FTIR. Peningkatan dosis adsorben berbasis kitosan dapat meningkatkan persentase penyisihan MO (Alyasi *et al.* 2023). Gugus amino ( $-\text{NH}_2$ ) dari kitosan dan gugus karboksil ( $-\text{COOH}$ ) dari *poly(acrylic acid)* dapat menghilangkan zat warna (Waqas *et al.* 2023; Zhu *et al.* 2022). Selain itu, akibat transisi elektronik pada ikatan  $\text{C}=\text{N}$ , elektron  $\pi$  terdelokalisasi sehingga modifikasi *Schiff-base* menghasilkan muatan positif permukaan yang lebih tinggi, yang memperkuat kemampuan adsorben dalam menyerap zat warna anionik melalui interaksi elektrostatik (Huang *et al.* 2021). Nanostruktur  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  yang disintesis dari sekam padi memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi dengan karakteristik mesopori yang berperan penting dalam meningkatkan efisiensi penyerapan, sementara sifat feromagnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memudahkan pemulihan adsorben menggunakan medan magnet (Araichimani *et al.* 2022). Modifikasi permukaan pada nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -kitosan juga terbukti meningkatkan luas permukaan spesifik sehingga efektif dalam menyerap zat warna anionik termasuk *methyl orange* (Freire *et al.* 2020).

Adapun Penurunan kapasitas adsorpsi ( $q_e$ , mg/g) merupakan konsekuensi matematis dari Persamaan 2.1, di mana peningkatan massa adsorben dengan jumlah MO yang terbatas menyebabkan nilai  $q_e$  per satuan massa menurun meskipun persentase penyerapannya meningkat. Secara umum, peningkatan dosis adsorben akan menurunkan kapasitas adsorpsi karena aglomerasi partikel pada dosis tinggi menyebabkan berkurangnya situs aktif yang dapat diakses oleh molekul adsorbat (Beydaghdari *et al.* 2023). Hal ini juga dikonfirmasi oleh Alyasi *et al.* 2023 yang melaporkan bahwa pada dosis rendah, rasio adsorbat terhadap situs aktif lebih optimal sehingga setiap gram adsorben mampu menyerap MO dalam jumlah yang lebih besar.

#### 4.2.3 Pengaruh Waktu Kontak

Pengujian pengaruh waktu kontak dilakukan dengan memvariasikan waktu kontak pada 5, 10, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, dan 120 menit dengan dosis adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  sebesar 0,03 g/L, kecepatan pengadukan 150 rpm, suhu 25°C, dan pH 3. Hasil yang ditampilkan pada Gambar 4.12 menunjukkan bahwa efisiensi penyerapan dan kapasitas adsorpsi *methyl orange* (MO) oleh adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  meningkat seiring bertambahnya waktu kontak, mulai dari menit ke-5 hingga mencapai nilai optimum pada menit ke-90, dengan efisiensi penyerapan sebesar 77,64% dan kapasitas adsorpsi sebesar 1552,74 mg/g. Setelah melewati waktu optimum tersebut, terjadi penurunan baik pada efisiensi penyerapan (71,67% pada menit ke-105 dan 70,35% pada menit ke-120) maupun kapasitas adsorpsi (1433,47 mg/g dan 1406,9 mg/g).

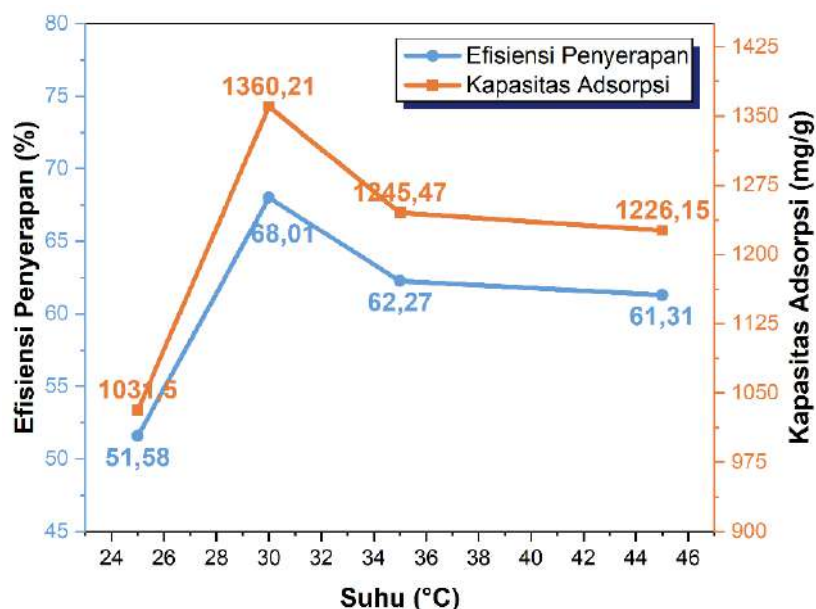


Gambar 4. 12 Grafik Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi *Methyl Orange* (MO) Pada Sistem  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .

Peningkatan efisiensi penyerapan dan kapasitas adsorpsi yang ditunjukkan pada Gambar 4.12 terjadi karena situs aktif pada permukaan adsorben masih tersedia penuh sehingga molekul *methyl orange* yang bermuatan anionik dapat berinteraksi secara optimal melalui mekanisme difusi film. Pada tahap awal, adsorpsi meningkat seiring bertambahnya waktu kontak karena masih banyak tersedia situs aktif bermuatan positif yang dapat mengikat molekul MO. Selain itu, perbedaan konsentrasi antara larutan dan permukaan adsorben (*driving force*) masih tinggi, sehingga perpindahan molekul MO menuju permukaan adsorben berlangsung dengan cepat. Seiring berlangsungnya proses adsorpsi, konsentrasi MO di dalam larutan menurun akibat semakin banyak molekul yang teradsorpsi, sedangkan situs aktif pada permukaan adsorben secara bertahap terisi. Kondisi tersebut menyebabkan perbedaan konsentrasi antara larutan dan permukaan adsorben semakin kecil, sehingga laju perpindahan molekul MO menurun hingga akhirnya tercapai kesetimbangan dinamis, yaitu ketika laju adsorpsi sama dengan laju desorpsi (Salih, *et al.* 2022; Strebel *et al.* 2024).

#### 4.2.4 Pengaruh Suhu

Hasil analisis pengaruh suhu terhadap kinerja adsorpsi adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-g-PAA-SA}$  terhadap zat warna *methyl orange* (MO) ditunjukkan pada Gambar 4.13. Pada Gambar 4.13 terlihat bahwa efisiensi penyerapan (%) maupun kapasitas adsorpsi (mg/g) menunjukkan pola yang sama, yaitu mengalami kenaikan tajam dari suhu 25°C menuju 30°C, kemudian mengalami penurunan secara bertahap pada suhu 35°C dan 45°C. Pada suhu 25°C, efisiensi penyerapan tercatat sebesar 51,58% dengan kapasitas adsorpsi 1031,1 mg/g. Nilai ini kemudian meningkat signifikan pada suhu 30°C menjadi 68,01% dengan kapasitas adsorpsi tertinggi sebesar 1360,21 mg/g, sebelum akhirnya menurun menjadi 62,27% (1245,47 mg/g) pada suhu 35°C dan terus menurun menjadi 61,31% (1226,15 mg/g) pada suhu 45°C. Pola peningkatan-penurunan ini mengindikasikan bahwa suhu 30°C merupakan kondisi optimum bagi adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-g-PAA-SA}$  dalam menyerap zat warna *methyl orange*.



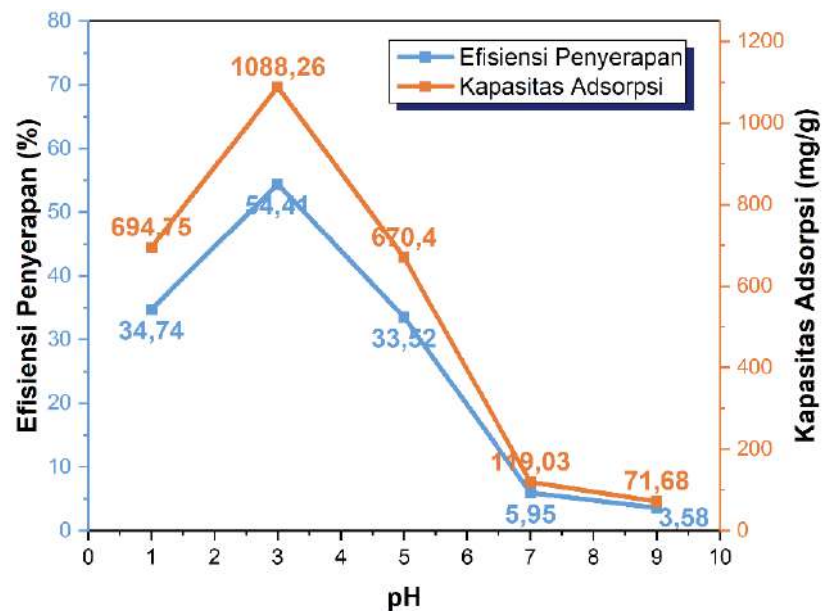
Gambar 4. 13 Grafik Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi *Methyl Orange* (MO) Pada Sistem  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .

Gambar 4.13 menunjukkan bahwa peningkatan efisiensi penyerapan dan kapasitas adsorpsi pada rentang suhu 25–30°C terjadi karena kenaikan suhu

meningkatkan energi kinetik molekul *methyl orange* (MO), sehingga laju difusi adsorbat menuju permukaan aktif adsorben baik melalui lapisan batas eksternal maupun ke dalam pori-pori internal menjadi lebih cepat dan mendorong laju adsorpsi yang lebih tinggi. Hal tersebut selaras dengan penelitian Li *et al.* (2024) dan Rapo *et al.* (2021) yang menyatakan bahwa adsorpsi MO bersifat endotermik, di mana kenaikan suhu memberikan energi tambahan bagi molekul adsorbat untuk berdifusi ke situs aktif adsorben. Peningkatan kapasitas adsorpsi pada rentang suhu ini berlangsung melalui mekanisme kemisorpsi. Setelah melewati suhu 30°C, nilai efisiensi penyerapan dan kapasitas adsorpsi menurun secara bertahap. Pada suhu 35°C, efisiensi penyerapan turun menjadi 62,27% dengan kapasitas adsorpsi 1245,47 mg/g, dan terus menurun pada suhu 45°C menjadi 61,31% dengan kapasitas adsorpsi 1226,15 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa suhu 30°C merupakan suhu optimum bagi proses adsorpsi MO oleh adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-g-PAA-SA, di atas suhu tersebut terjadi penurunan kinerja akibat melemahnya interaksi fisik antara adsorbat dan permukaan adsorben. Pada penelitian Rapo *et al.* (2021) menjelaskan bahwa peningkatan suhu dapat melemahkan daya ikat antara adsorbat dengan situs aktif adsorben, sehingga jumlah zat warna yang teradsorpsi berkurang dan proses bersifat eksotermik. Penurunan kapasitas adsorpsi pada rentang suhu ini berlangsung melalui mekanisme fisisorpsi (Li *et al.* 2024).

#### 4.2.5 Pengaruh pH

Hasil analisis pada Gambar 4.14, menunjukkan bahwa pH larutan memberikan pengaruh yang sangat signifikan terhadap kinerja adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-g-PAA-SA dalam menyerap *methyl orange* (MO). Efisiensi penyerapan dan kapasitas adsorpsi mengalami peningkatan dari pH 1 (34,74%; 694,75 mg/g) menuju pH 3 (54,41%; 1088,26 mg/g), kemudian menurun secara konsisten pada pH 5 (33,52%; 670,4 mg/g), pH 7 (5,95%; 119,03 mg/g), hingga pH 9 (3,58%; 71,68 mg/g). Hasil tersebut menunjukkan bahwa kondisi optimum adsorpsi *methyl orange* oleh adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA terjadi pada pH 3.



Gambar 4. 14 Grafik Pengaruh Variasi pH Terhadap Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi *Methyl Orange* (MO) Pada Sistem  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ .

Pada Gambar 4.14 menunjukkan Efisiensi penyerapan dan kapasitas adsorpsi tertinggi diperoleh pada pH 3. Kondisi ini menunjukkan bahwa pH tersebut merupakan pH optimum untuk adsorpsi *methyl orange* (MO) oleh adsorben. Pada pH yang rendah, yakni pH 1, konsentrasi ion  $\text{H}^+$  yang tinggi menyebabkan terjadinya kompetisi antara ion  $\text{H}^+$  dan gugus sulfonat terdisosiasi ( $-\text{SO}_3^-$ ) dari molekul MO dalam menempati situs aktif adsorben, sehingga jumlah zat warna yang teradsorpsi menjadi lebih rendah.

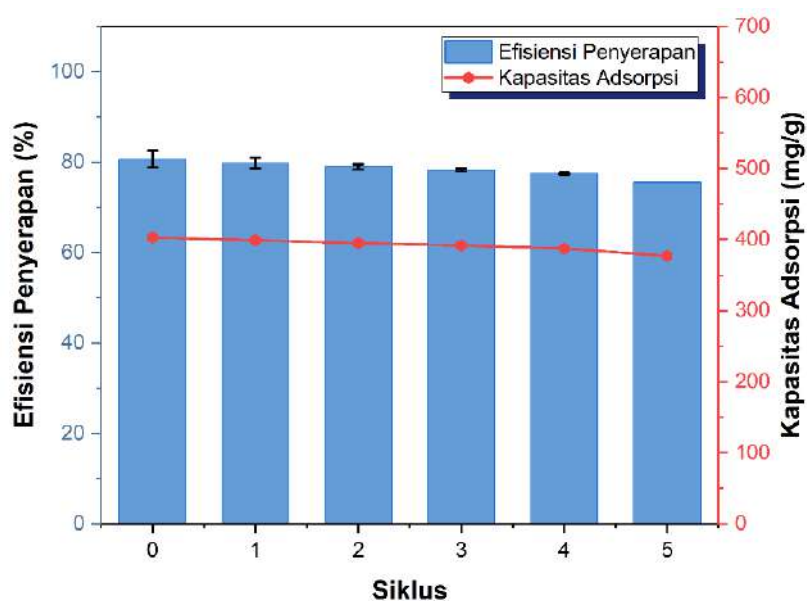
Pada pH 3, kompetisi tersebut berkurang, sementara gugus amino pada kitosan masih berada dalam keadaan terprotonasi sehingga bermuatan positif. Kondisi ini meningkatkan interaksi elektrostatik antara permukaan adsorben yang bermuatan positif dengan molekul MO yang bermuatan negatif, sehingga proses adsorpsi berlangsung lebih efektif. Sebaliknya, ketika pH meningkat hingga di atas 5, kapasitas adsorpsi mulai menurun akibat meningkatnya konsentrasi ion  $\text{OH}^-$  dalam larutan yang bersaing dengan ion pewarna anionik untuk berikatan pada situs adsorpsi. Pada pH 7 dan 9, adsorpsi cenderung mencapai kondisi jenuh. Fenomena ini diduga berkaitan dengan berkurangnya protonasi gugus amino pada kitosan pada pH yang lebih tinggi, sehingga muatan positif pada permukaan adsorben menurun dan interaksi dengan gugus

sulfonat pada *methyl orange* menjadi semakin lemah (Alyasi, *et al.* 2023; Wang *et al.* 2025; Yu *et al.* 2022).

Tren ini sejalan dengan nilai pH<sub>pzc</sub> adsorben yang sebesar 3,33. Pada kondisi pH di bawah pH<sub>pzc</sub> (pH 1 dan 3), permukaan adsorben bermuatan positif sehingga menarik molekul MO yang bermuatan negatif. Efisiensi penyerapan tertinggi terjadi pada pH 3 karena kompetisi dari ion H<sup>+</sup> terhadap situs aktif sudah berkurang dibandingkan pH 1. Sebaliknya, pada kondisi pH di atas pH<sub>pzc</sub> (pH ≥ 5), permukaan adsorben berubah menjadi bermuatan negatif sehingga terjadi gaya tolak-menolak dengan molekul MO, yang menyebabkan efisiensi penyerapan menurun tajam pada pH 7 dan 9.

#### 4.3 Analisis Penggunaan Ulang Adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA

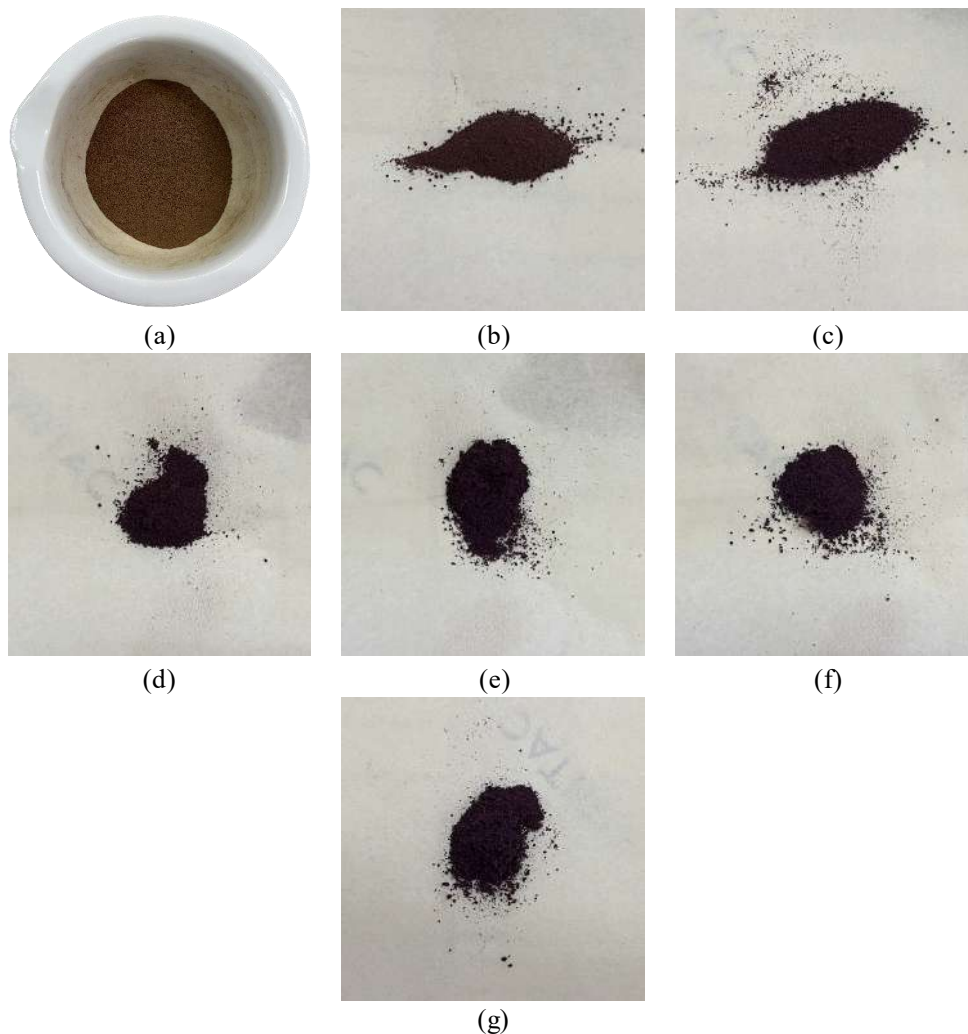
Pengujian penggunaan kembali adsorben dilakukan untuk mengevaluasi stabilitas dan potensi aplikasinya secara berulang. Pada penelitian ini, kemampuan regenerasi adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-g-PAA-SA terhadap *methyl orange* (MO) dievaluasi melalui 5 siklus adsorpsi. Kemampuan adsorben mempertahankan efisiensi adsorpsi setelah penggunaan berulang menjadi parameter penting dalam menilai kelayakan penggunaan kembali adsorben terhadap *methyl orange* (MO).



Gambar 4. 15 Grafik Hubungan Siklus Adsorben dengan Efisiensi Penyerapan dan Kapasitas Adsorpsi

Proses adsorpsi dilakukan sebanyak lima siklus. Analisis dijalankan selama 60 menit pada konsentrasi *methyl orange* 60 ppm, kondisi pH larutan 3, agitasi 150 rpm, dengan suhu 25°C, dan dosis adsorben 0,12 gram/L. Hasil pengujian penggunaan kembali (*reusability*) tanpa proses desorpsi yang ditunjukkan pada Gambar 4.15 menunjukkan bahwa adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-g-PAA-SA memiliki kinerja yang relatif stabil dari siklus pertama (R1) hingga siklus kelima (R5). Efisiensi penyerapan menurun dari 79,79% pada R1 menjadi 75,44% pada R5, sementara kapasitas adsorpsi mengalami penurunan dari 398,92 mg/g menjadi 377,19 mg/g. Penurunan ini hanya sekitar 4,3% dari nilai awal, yang mengindikasikan bahwa adsorben masih mempertahankan sebagian besar kemampuan penyerapannya meskipun digunakan secara berulang tanpa regenerasi melalui desorpsi. Hasil tersebut sejalan dengan penelitian Tang *et al.* (2020) menyatakan bahwa komposit magnetik memiliki stabilitas yang baik dan dapat digunakan kembali untuk proses penghilangan *methyl orange* dari air limbah setelah dilakukan pemisahan. Selain itu, menurut Li *et al.* (2024) penurunan kapasitas yang relatif kecil ini diduga disebabkan oleh masih tertinggalnya sebagian molekul MO yang teradsorpsi pada permukaan dan pori-pori adsorben akibat tidak dilakukannya proses desorpsi, sehingga sisi aktif (*active sites*) yang tersedia untuk interaksi pada siklus berikutnya berkurang secara bertahap namun tidak signifikan.

Secara umum, momen regenerasi adsorben ditentukan berdasarkan tercapainya titik *breakthrough*, yaitu kondisi ketika kemampuan adsorben menurun akibat berkurangnya sisi aktif yang tersedia, sebelum adsorben mencapai kondisi jenuh sepenuhnya. Data pendukung dari penelitian regenerasi karbon aktif oleh Peacock *et al.* (2021) menunjukkan bahwa waktu *breakthrough* menurun dari 272 menit pada siklus pertama menjadi 58 menit setelah 10 siklus, atau setara penurunan kapasitas sebesar 21%, yang umumnya dijadikan ambang batas untuk menentukan apakah adsorben masih layak diregenerasi atau perlu diganti. Merujuk pada hasil penelitian ini, penurunan efisiensi dan kapasitas adsorpsi hingga siklus kelima yang hanya sekitar 4,3% masih jauh di bawah ambang batas tersebut, sehingga adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-g-PAA-SA belum memerlukan proses regenerasi melalui desorpsi hingga siklus kelima dan berpotensi masih dapat digunakan pada siklus-siklus berikutnya.



Gambar 4. 16 Perubahan Warna dan Bentuk Fisik Adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  Sebelum Adsorpsi Serta Setelah Proses Adsorpsi Pada Siklus 1–5, (a) Adsorben Sebelum Adsorpsi; (b) Adsorben Setelah Adsorpsi (Siklus 0); (c) Adsorben Setelah Adsorpsi (Siklus 1); (d) Adsorben Setelah Adsorpsi (Siklus 2); (e) Adsorben Setelah Adsorpsi (Siklus 3); (f) Adsorben Setelah Adsorpsi (Siklus 4); dan (g) Adsorben Setelah Adsorpsi (Siklus 5)

Pada Gambar 4.16 menunjukkan perubahan warna fisik adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  sebelum digunakan (a) dan setelah digunakan pada siklus adsorpsi MO ke-0 hingga ke-5 (b–g). Adsorben sebelum adsorpsi (a) tampak berwarna coklat keemasan, yang merupakan warna khas dari komposit berbasis kitosan-*poly(acrylic acid)*-salisilaldehida yang terlapis pada inti magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ . Setelah kontak dengan larutan MO, warna adsorben pada gambar (b) hingga (g) berubah menjadi coklat kehitaman hingga ungu kehitaman pekat.

Perubahan warna ini secara visual mengonfirmasi bahwa terjadi penyerapan molekul zat warna MO yang berwarna jingga ke permukaan adsorben, sehingga warna asli adsorben tertutupi oleh warna gabungan antara adsorben dan dye yang teradsorpsi.

#### 4.4 Isoterm Adsorpsi

Studi isoterm adsorpsi dilakukan untuk mengetahui hubungan kesetimbangan antara jumlah *methyl orange* (MO) yang teradsorpsi pada permukaan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-g-PAA-SA}$  ( $q_e$ ) dengan konsentrasi MO yang tersisa dalam larutan pada keadaan setimbang ( $C_e$ ) pada suhu tetap. Data isoterm diperoleh dengan memvariasikan konsentrasi awal larutan MO ( $C_0$ ) dari 20 hingga 120 mg/L, sedangkan parameter lain seperti massa adsorben, volume larutan, pH, dan waktu kontak dibuat konstan. Data hasil percobaan tersebut disajikan pada Tabel 4.6.

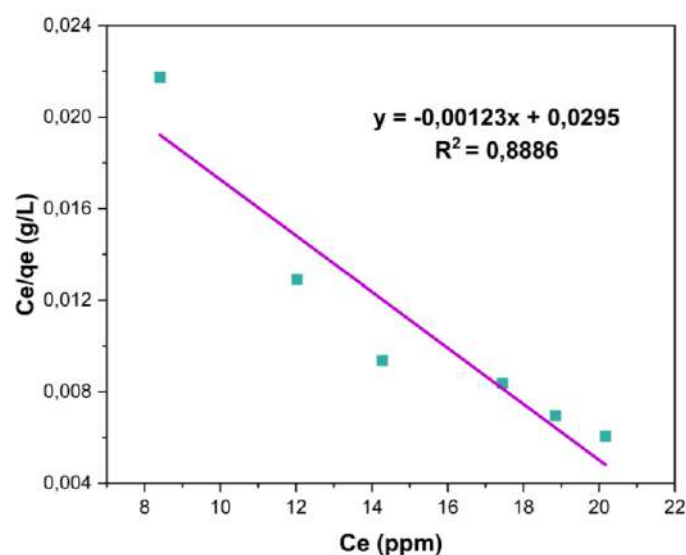
Tabel 4. 6 Data Kesetimbangan Adsorpsi MO pada Berbagai Variasi Konsentrasi Awal

| No | $C_0$ (ppm) | $C_e$ (ppm) | $q_e$ (mg/g) |
|----|-------------|-------------|--------------|
| 1  | 20          | 8.40        | 386.57       |
| 2  | 40          | 12.03       | 932.27       |
| 3  | 60          | 14.27       | 1524.26      |
| 4  | 80          | 17.45       | 2085.04      |
| 5  | 100         | 18.85       | 2705.11      |
| 6  | 120         | 20.17       | 3327.80      |

Nilai  $q_e$  pada Tabel 4.6 meningkat secara konsisten dari 386,57 mg/g ( $C_0=20$  mg/L) hingga 3327,80 mg/g ( $C_0=120$  mg/L), karena gradien konsentrasi (*driving force*) yang lebih besar dapat mempercepat difusi MO ke situs aktif adsorben. Data ini selanjutnya dianalisis dengan model isoterm *Langmuir* dan *Freundlich*.

##### 4.4.1 Model Isoterm *Langmuir*

Model *Langmuir* mengasumsikan adsorpsi monolayer pada permukaan homogen dengan energi adsorpsi yang seragam (Wang and Guo, 2020). Hasil regresi linier antara  $C_e$  dan  $C_e/q_e$  ditunjukkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4. 17 Grafik Isoterm Adsorpsi (*Langmuir*)

Tabel 4. 7 Studi Isoterm Adsorpsi (*Langmuir*)

| Mode Isoterm    | Parameter        | Nilai    |
|-----------------|------------------|----------|
| <i>Langmuir</i> | <i>Slope</i>     | -0,00123 |
|                 | <i>Intercept</i> | 0,0295   |
|                 | $q_{max}$ (mg/g) | -816,2   |
|                 | $K_L$ (L/mg)     | -0,0415  |
|                 | $R^2$            | 0,8886   |

Tabel 4. 8 Faktor Separasi *Langmuir*

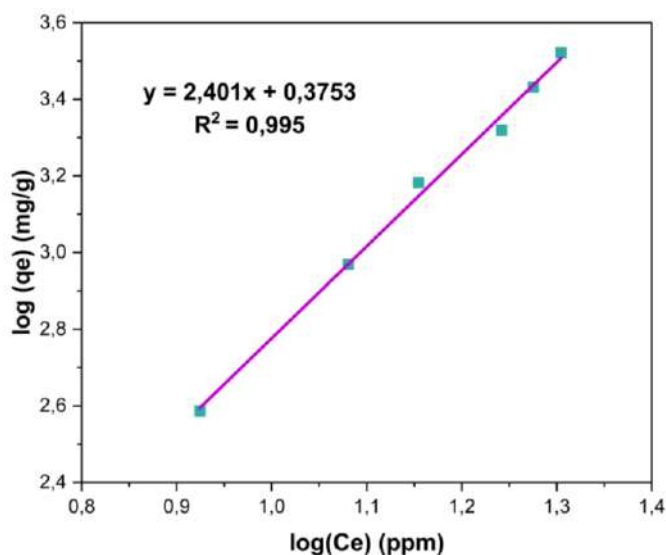
| $C_0$ (mg/L) | $RL = 1/(1 + K_L \cdot C_0)$ | Keterangan          |
|--------------|------------------------------|---------------------|
| 20           | 5.885                        | Tidak Menguntungkan |
| 40           | -1.515                       | Menguntungkan       |
| 60           | -0.671                       | Menguntungkan       |
| 80           | -0.431                       | Menguntungkan       |
| 100          | -0.317                       | Menguntungkan       |
| 120          | -0.251                       | Menguntungkan       |

Hasil perhitungan pada Tabel 4.7 memperoleh nilai  $R^2 = 0,8886$ ,  $q_{max} = -816,2$  mg/g dan  $K_L = -0,0415$  L/mg. Kedua nilai tersebut bertanda negatif sehingga tidak bermakna fisik, mengingat  $q_{max}$  dan  $K_L$  secara teoritis harus bernilai positif agar dapat diinterpretasikan sebagai kapasitas adsorpsi maksimum dan konstanta afinitas (Al-ghouti *and* Da'ana, 2020). Kemudian pada Tabel 4.8 menyajikan Faktor separasi *Langmuir* yang dihitung berdasarkan Persamaan 2.5. Nilai RL menjadi negatif pada hampir seluruh variasi  $C_0$  akibat nilai  $K_L$  yang negatif, sehingga interpretasinya tidak

konsisten dengan kriteria standar ( $RL > 1$  tidak menguntungkan,  $0 < RL < 1$  menguntungkan,  $RL = 1$  linier,  $RL = 0$  ireversibel) (Al-ghouti and Da'ana, 2020; Wang and Guo, 2020). Hal ini menjadi indikasi tambahan bahwa model *Langmuir* tidak merepresentasikan secara akurat mekanisme adsorpsi MO pada  $Fe_3O_4@SiO_2@CS-g-PAA-SA$ , sehingga model *Freundlich* menjadi fokus pembahasan selanjutnya.

#### 4.4.2 Model Isoterm *Freundlich*

Model *Freundlich* mengasumsikan adsorpsi terjadi pada permukaan heterogen dengan kemungkinan pembentukan multilayer (Al-ghouti and Da'ana, 2020; Phonlakan *et al.* 2023). Hasil regresi linier antara  $\log C_e$  dan  $\log q_e$  ditunjukkan pada Gambar 4.18.



Gambar 4. 18 Grafik Isoterm Adsorpsi (*Freundlich*)

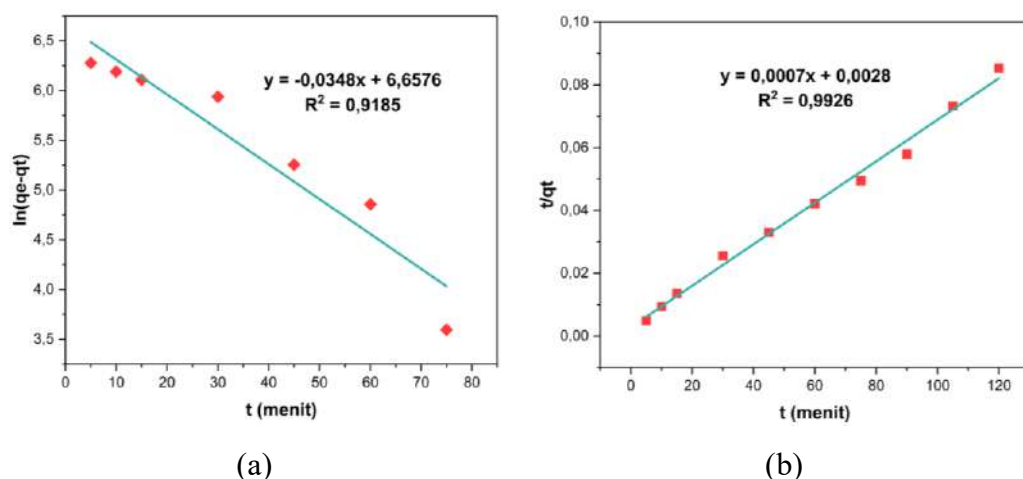
Tabel 4. 9 Studi Isoterm Adsorpsi (*Freundlich*)

| Mode Isoterm      | Parameter        | Nilai  |
|-------------------|------------------|--------|
| <i>Freundlich</i> | <i>Slope</i>     | 2,401  |
|                   | <i>Intercept</i> | 0,3753 |
|                   | n                | 0,4165 |
|                   | $K_F$ (mg/g)     | 2,373  |
|                   | $R^2$            | 0,995  |

Hasil perhitungan pada Tabel 4.9 memperoleh nilai  $R^2 = 0,995$ ,  $K_F = 2,373$  (L/mg) dengan  $slope = 1/n = 2,401$  (sehingga  $n = 0,4165$ ). Nilai  $R^2$  yang jauh lebih tinggi dibandingkan model *Langmuir* (0,8886) menunjukkan bahwa adsorpsi MO pada  $Fe_3O_4@SiO_2@CS-g-PAA-SA$  lebih sesuai digambarkan oleh model *Freundlich*, yang merepresentasikan permukaan adsorben yang heterogen dengan berbagai situs aktif berafinitas berbeda. Nilai  $1/n$  menentukan sifat adsorpsi, yakni  $0 < 1/n < 1$  *favorable*,  $1/n = 1$  ireversibel, dan  $1/n > 1$  tidak menguntungkan (*unfavorable*). Nilai  $1/n = 2,401$  ( $> 1$ ) pada penelitian ini mengindikasikan bahwa adsorpsi MO pada  $Fe_3O_4@SiO_2@CS-g-PAA-SA$  tergolong *unfavorable*, meskipun model *Freundlich* memberikan kesesuaian data yang jauh lebih baik dibandingkan *Langmuir*. Hal ini sejalan dengan karakteristik model *Freundlich* yang secara matematis tidak memiliki batas atas kapasitas adsorpsi (*no upper bound on capacity*), sehingga pola data pada Tabel 4.5 yang menunjukkan  $q_e$  terus meningkat tanpa indikasi *plateau* pada rentang  $C_0 = 20-120$  mg/L konsisten dengan nilai  $1/n > 1$  yang diperoleh (Al-ghouti and Da'ana, 2020).

#### 4.5 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi merupakan analisis mengenai laju perpindahan massa adsorbat dari fase larutan ke permukaan adsorben padat, yang memberikan informasi tentang kecepatan adsorpsi, kinerja adsorben, serta mekanisme perpindahan massa proses adsorpsi (Wang and Guo, 2020). Analisis kinetika adsorpsi *methyl orange* (MO) pada adsorben  $Fe_3O_4@SiO_2@CS-g-PAA-SA$  menggunakan model Pseudo-Orde Satu dan Pseudo-Orde Dua ditampilkan pada Gambar 4.19 dan Tabel 4.10.



Gambar 4. 19 Grafik Kinetika Adsorpsi (a) Pseudo-Orde Satu dan (b) Pseudo-Orde Dua

Tabel 4. 10 Studi Kinetika Adsorpsi

| Model Kinetika   | Parameter          | Nilai   |
|------------------|--------------------|---------|
| Pseudo-Orde Satu | <i>Slope</i>       | -0,0348 |
|                  | <i>Intercept</i>   | 6,6576  |
|                  | $K_1$              | 0,0348  |
|                  | $q_{e,cal}$ (mg/g) | 778,697 |
|                  | $q_{e,exp}$ (mg/g) | 1553,24 |
|                  | $R^2$              | 0,9185  |
| Pseudo-Orde Dua  | <i>Slope</i>       | 0,0007  |
|                  | <i>Intercept</i>   | 0,0028  |
|                  | $q_{e,cal}$ (mg/g) | 1514,21 |
|                  | $K_2$              | 0,00016 |
|                  | $h$                | 357,766 |
|                  | $q_{e,exp}$ (mg/g) | 1553,24 |
|                  | $R^2$              | 0,9926  |

Grafik pada Gambar 4.19 menunjukkan bahwa adsorpsi *methyl orange* (MO) oleh  $Fe_3O_4@SiO_2@CS-g-PAA-SA$  berlangsung cepat pada tahap awal dan mencapai kesetimbangan pada menit ke-90 dengan kapasitas adsorpsi eksperimental ( $q_{e,exp}$ ) sebesar 1553,24 mg/g. Laju adsorpsi yang tinggi pada awal proses disebabkan oleh banyaknya situs aktif yang masih tersedia pada permukaan adsorben sehingga molekul MO dapat dengan mudah berinteraksi dan teradsorpsi. Seiring bertambahnya waktu kontak, jumlah situs aktif yang kosong semakin berkurang karena telah ditempati oleh molekul MO, sehingga laju adsorpsi menurun secara bertahap hingga tercapai keadaan kesetimbangan ketika sebagian

besar situs aktif terisi dan tidak terjadi peningkatan adsorpsi yang signifikan (Chen et al. 2024; Tanhaei et al. 2020).

Model kinetika adsorpsi yang disajikan pada Tabel 4.10 menunjukkan bahwa model Pseudo-Orde Satu (Gambar 4.19 (a)) menghasilkan  $R = 0,9185$  dengan  $q_{e,cal} = 778,697$  mg/g, jauh berbeda dari  $q_{e,exp}$  (selisih  $\approx 50\%$ ), sehingga kurang representatif untuk menggambarkan keseluruhan proses adsorpsi. Sebaliknya, model Pseudo-Orde Dua (Gambar 4.19 (b)) menghasilkan  $R$  lebih tinggi ( $0,9926$ ) dengan  $q_{e,cal} = 1514,21$  mg/g yang sangat mendekati  $q_{e,exp}$  (selisih  $< 3\%$ ), sehingga lebih sesuai untuk menggambarkan proses adsorpsi keseluruhan. Menurut Tanhaei et al. (2020), kesesuaian dengan model Pseudo-Orde Dua secara fisik mengindikasikan adsorben memiliki situs aktif yang berlimpah dan laju adsorpsi dikendalikan oleh adsorpsi pada situs aktif (kemisorpsi). Temuan serupa dilaporkan oleh Hussein et al. (2021) menyatakan bahwa adsorben kitosan-*Schiff-base*, yang menghasilkan nilai  $R^2$  mendekati 1 dan nilai  $q_e$  hasil perhitungan yang hampir sama dengan hasil  $q_e$  eksperimen. Pada model pseudo-orde dua, nilai  $k = 0,00016$  g/(mg.menit) dan  $h = 357,766$  mg/(g.menit) menunjukkan laju adsorpsi awal yang tinggi akibat banyaknya situs aktif yang masih kosong pada tahap awal, yang kemudian melambat seiring sisi aktif terisi mendekati kesetimbangan (Chen et al. 2024; Tanhaei et al. 2020).

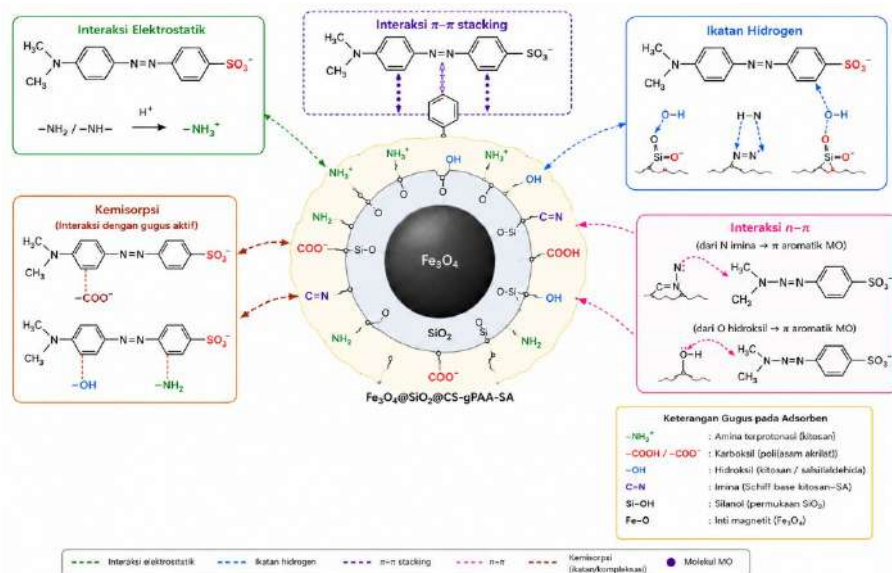
Dengan demikian, berdasarkan nilai  $R^2$  tertinggi serta kesesuaian antara  $q_{e,cal}$  dan  $q_{e,exp}$ , dapat disimpulkan bahwa kinetika adsorpsi *methyl orange* oleh adsorben  $Fe_3O_4@SiO_2@CS-gPAA-SA$  mengikuti model Pseudo-Orde Dua. Hal ini menunjukkan bahwa model tersebut paling tepat menggambarkan mekanisme adsorpsi yang terjadi pada sistem ini dan mampu menjelaskan perilaku penyerapan MO pada permukaan adsorben secara lebih akurat.

#### **4.6 Mekanisme Adsorpsi Adsorben $Fe_3O_4@SiO_2@CS-gPAA-SA$ dalam**

##### **Dekolorisasi Zat Warna *Methyl Orange***

Mekanisme adsorpsi *methyl orange* (MO) oleh adsorben  $Fe_3O_4@SiO_2@CS-gPAA-SA$  pada Gambar 4.20 menunjukkan bahwa proses dekolorisasi berlangsung melalui kombinasi beberapa mekanisme, yaitu interaksi elektrostatik, ikatan hidrogen, interaksi berbasis  $\pi-\pi$  dan  $n-\pi$  antara cincin aromatik adsorben dan

molekul MO, kemisorpsi pada gugus fungsi aktif. Mekanisme tersebut didukung oleh hasil karakterisasi FTIR, SEM-EDX, XRD, BET, VSM, pH<sub>pzc</sub>, serta analisis pengaruh pH, isoterm, dan kinetika adsorpsi.



Gambar 4. 20 Mekanisme Adsorpsi Adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  dalam Dekolorisasi Zat Warna *Methyl Orange*

Pada Gambar 4.20 menunjukkan bahwa interaksi elektrostatis merupakan salah satu mekanisme yang berperan dalam adsorpsi *methyl orange*. Nilai pH<sub>pzc</sub> sebesar 3,33 menunjukkan bahwa pada  $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$  permukaan adsorben terprotonasi dan bermuatan positif, terutama akibat gugus  $\text{-NH}_2$  kitosan yang berubah menjadi  $\text{-NH}_3^+$  serta delokalisasi elektron  $n$ - $\pi$  pada gugus imina ( $\text{C=N}$ ) hasil reaksi *Schiff-base* kitosan-salisilaldehida. Kondisi ini menciptakan gaya tarik elektrostatis kuat terhadap gugus sulfonat ( $\text{-SO}_3^-$ ) anionik pada *methyl orange* (MO) (Al-Mur dan Jamal 2026; Malek *et al.* 2020). Hal ini konsisten dengan hasil variasi pH, dimana efisiensi dan kapasitas tertinggi diperoleh pada pH 3 (54,41%; 1088,26), menurun pada pH 1 menjadi 34,74% akibat kompetisi ion  $\text{H}^+$  berlebih dengan  $\text{-SO}_3^-$ , dan terus menurun hingga 3,58% pada pH 9 akibat deprotonasi gugus amina yang menimbulkan tolakan elektrostatis dengan MO (Alyasi *et al.* 2023; Huang *et al.* 2021; Wu *et al.* 2021).

Selain interaksi elektrostatik, adsorpsi *methyl orange* (MO) juga melibatkan interaksi  $\pi$ - $\pi$ ,  $n$ - $\pi$ , dan ikatan hidrogen. Gugus aktif adsorben, seperti imina ( $-\text{C}=\text{N}-$ ), hidroksil ( $-\text{OH}$ ), dan amino ( $-\text{NH}_2$ ), dengan gugus azo ( $-\text{N}=\text{N}-$ ), dimetilamino [ $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ], sulfonat ( $-\text{SO}_3^-$ ), serta sistem aromatik pada molekul MO. Interaksi  $\pi$ - $\pi$  terjadi antara cincin aromatik salisilaldehida dan sistem aromatik terkonjugasi MO. Interaksi  $n$ - $\pi$  berasal dari delokalisasi pasangan elektron bebas pada atom nitrogen gugus imina maupun atom oksigen gugus hidroksil berpindah menuju orbital  $\pi$  pada sistem aromatik MO. Sementara itu, gugus  $-\text{OH}$  dan  $-\text{NH}_2$  membentuk ikatan hidrogen dengan gugus sulfonat dan azo pada molekul MO sehingga ikatan ini memperkuat pengikatan adsorbat pada permukaan adsorben (Malek *et al.* 2020; Mayangsari *et al.* 2026).

Keberadaan gugus-gugus fungsi yang mendukung seluruh mekanisme tersebut dikonfirmasi melalui analisis FTIR. Pita serapan pada sekitar  $1630\text{ cm}^{-1}$  mengonfirmasi keberhasilan pembentukan gugus imina ( $\text{C}=\text{N}$ ) khas *Schiff-base*, yang menjadi indikator keberhasilan modifikasi fungsional matriks kitosan. di mana gugus aktif amina ( $-\text{NH}_2$ ) dan hidroksil ( $-\text{OH}$ ) berperan utama dalam pengikatan MO melalui interaksi elektrostatik dengan gugus sulfonat ( $-\text{SO}_3^-$ ) (Al-Mur dan Jamal 2026; Foroughnia *et al.* 2021). Selain itu, pita serapan lebar pada area  $3400\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi regangan gugus  $\text{O}-\text{H}$  dan  $\text{N}-\text{H}$  mengindikasikan adanya situs yang berpotensi membentuk ikatan hidrogen dengan molekul MO (Al-Mur dan Jamal 2026; R. Khan *et al.* 2026; Mayangsari *et al.* 2026; Shahzadi *et al.* 2026).

Perbandingan spektrum FTIR sebelum dan sesudah kontak dengan MO (Gambar 4.3a dan 4.3b) mengonfirmasi dugaan tersebut. Pita imina  $\text{C}=\text{N}$  bergeser dari  $1630,51\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1598,69\text{ cm}^{-1}$  disertai penurunan intensitas yang mengindikasikan keterlibatan langsung gugus tersebut dalam interaksi elektrostatik dengan gugus sulfonat ( $-\text{SO}_3^-$ ) MO (Khan *et al.* 2026). Pita  $\text{O}-\text{H}/\text{N}-\text{H}$  turut bergeser dari  $3404,70\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3217,16\text{ cm}^{-1}$ , menandakan terbentuknya ikatan hidrogen antara adsorben dan molekul MO (Al-Mur and Jamal 2026; R. Khan *et al.* 2026; Mayangsari *et al.* 2026; Shahzadi *et al.* 2026). Selain itu, tiga pita baru muncul pada spektrum, yaitu  $1545,18\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi  $\text{C}=\text{C}$  aromatik dan  $\text{N}=\text{N}$  azo, ciri khas struktur azo MO),  $1386,08\text{ cm}^{-1}$  (tumpang tindih deformasi  $-\text{CH}_2-$  dan

vibrasi asimetri  $\text{SO}_3^-$ ), serta  $1158,04\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi simetri  $\text{SO}_3^-$ ). Kemunculan pita-pita ini menegaskan bahwa adsorpsi MO berlangsung melalui kombinasi interaksi elektrostatik, ikatan hidrogen,  $\pi-\pi$ , dan  $n-\pi$  (Haque *et al.* 2021; R. Khan *et al.* 2026; Mayangsari *et al.* 2026; Yousuf *et al.* 2026; Al-Mur dan Jamal 2026; Kaur *et al.* 2023; Shahzadi *et al.* 2026). Sementara itu, pita Si–O–Si dan Fe–O tetap teramati secara konsisten meski sedikit bergeser, sehingga struktur inti-shell adsorben tidak mengalami kerusakan selama proses adsorpsi berlangsung (Dzulhijjah *et al.* 2025; Habte *et al.* 2025; Hidayat *et al.* 2023; Raja *et al.* 2025; Turkestani 2025).

Analisis SEM menunjukkan bahwa permukaan adsorben tidak beraturan, berpori, kasar, dan teraglomerasi dengan ukuran partikel rata-rata  $92,56\text{ nm}$ . yang mengindikasikan tersedianya situs permukaan yang luas untuk interaksi dengan molekul MO (Malek *et al.* 2020; Reghioia *et al.* 2021). Sementara itu, inti  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  dari nanosilika sekam padi memiliki karakteristik mesopori dengan luas permukaan spesifik yang tinggi, sehingga memiliki peran penting dalam meningkatkan akses molekul adsorbat menuju situs aktif di bagian dalam partikel adsorben (Araichimani *et al.* 2022). Analisis kinetika adsorpsi menunjukkan adsorpsi MO berlangsung cepat pada tahap awal, kemudian melambat hingga mencapai kesetimbangan pada menit ke-90. Pola ini sejalan dengan model kemisorpsi pada situs aktif permukaan. Analisis XRD memperkuat temuan tersebut melalui pergeseran puncak kitosan dari  $2\theta = 20,12^\circ$  menjadi  $18,98^\circ$  yang mengindikasikan adanya situs aktif tambahan akibat *grafting poly(acrylic acid)* (Kumari *et al.* 2021). Selain itu, puncak spinel kubik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ( $2\theta = 30,18^\circ; 35,56^\circ; 43,22^\circ; 54,49^\circ; 57,21^\circ; 62,81^\circ$ ) tetap terdeteksi menunjukkan bahwa inti  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berfungsi sebagai komponen struktural/magnetik untuk pemisahan adsorben (Dardeer *et al.* 2024; Rajan *et al.* 2020; Sakhawy *et al.* 2023; Wang *et al.* 2022).

Hasil analisis BET memperkuat gambaran mekanisme adsorpsi MO yang telah diuraikan. Luas permukaan BET adsorben mencapai  $15,373\text{ m}^2/\text{g}$  melampaui kitosan murni tanpa modifikasi ( $4,076\text{ m}^2/\text{g}$ ), nilai ini mengindikasikan bahwa proses modifikasi telah membuka lebih banyak situs aktif pada permukaan adsorben (Al-Mur and Jamal 2026). Karakter isoterm tipe IV disertai histeresis H3 turut menunjukkan struktur mesopori berbentuk celah antar lembaran yang sesuai dengan struktur berlapis kitosan, sehingga struktur ini memudahkan transfer massa

MO menuju situs aktif adsorben (Thommes *et al.* 2015). Meskipun demikian, diameter pori adsorben (3,618 nm) tergolong jauh lebih kecil dibandingkan ukuran molekul MO yang berkisar 6–8 nm (Wu *et al.* 2021), sehingga adsorpsi MO diduga berlangsung lebih banyak pada permukaan luar dan mulut pori melalui gugus fungsi aktif seperti  $-\text{NH}_3^+$ ,  $\text{C}=\text{N}$ , dan  $-\text{OH}$ , dibandingkan melalui mekanisme pengisian pori secara kapiler.

Pengaruh dosis adsorben dan konsentrasi awal MO memperkuat gambaran mekanisme tersebut. Peningkatan dosis adsorben dapat meningkatkan efisiensi penyerapan karena bertambahnya jumlah situs aktif bermuatan positif ( $-\text{NH}_3^+$  dan  $\text{C}=\text{N}$ ) (Alyasi *et al.* 2023; Huang *et al.* 2021). Namun, kapasitas menurun pada dosis tinggi akibat aglomerasi partikel (Beydaghdari *et al.* 2023). Disisi lain, peningkatan konsentrasi awal MO secara konsisten meningkatkan kapasitas tanpa menunjukkan tanda kejenuhan (Hambisa *et al.* 2023). Hal tersebut mengindikasikan bahwa situs aktif elektrostatis, ikatan hidrogen, dan pori yang sangat berlimpah dibanding adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  atau kitosan magnetik sejenis (Li *et al.* 2024; Hemmati *et al.* 2026).

Data isoterm dan kinetika memberikan konfirmasi kuantitatif. Kesesuaian data model isoterm *Freundlich* ( $R^2 = 0,995$ ) yang lebih tinggi dibanding model *Langmuir* ( $R^2 = 0,8886$ ) menunjukkan permukaan heterogen dengan beragam situs aktif berafinitas berbeda (Al-ghouti and Da'ana 2020; Wang and Guo 2020). Sementara itu, kesesuaian dengan data kinetika dengan model Pseudo-Orde Dua ( $R^2 = 0,9926$ ) mengindikasikan bahwa adsorpsi MO berlangsung melalui mekanisme kemisorpsi pada situs aktif adsorben, dengan laju adsorpsi yang tinggi pada tahap awal kemudian menurun hingga mencapai kesetimbangan (Chen *et al.* 2024; Tanhaei *et al.* 2020). Bukti visual berupa perubahan warna adsorben dari cokelat keemasan menjadi cokelat kehitaman hingga ungu kehitaman setelah kontak dengan MO (Gambar 4.14) menegaskan bahwa MO telah terikat pada permukaan adsorben. Hasil uji penggunaan ulang yang hanya menurun 4,3% setelah lima siklus tanpa desorpsi mengindikasikan ikatan elektrostatis dan kemisorpsi yang cukup kuat (Tang *et al.* 2020; Li *et al.* 2024).

Secara keseluruhan, mekanisme adsorpsi MO oleh  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  merupakan kombinasi beberapa mekanisme yang saling melengkapi,

yakni interaksi elektrostatik antara  $\text{-NH}_3^+$  dan  $\text{C=N}$  pada adsorben dengan  $\text{-SO}_3^-$  pada MO sebagai mekanisme utama pada  $\text{pH} < \text{pHpzc}$  (3,33), didukung oleh ikatan hidrogen ( $\text{O-H/N-H}$  dengan azo dan cincin aromatik MO), interaksi  $\text{n-}\pi/\pi\text{-}\pi$  ( $\text{C=N}$  dan cincin *Schiff-base* dengan benzena dan azo MO). Dominasi model Pseudo-Orde Dua dan *Freundlich* menegaskan bahwa proses didominasi kemisorpsi pada permukaan heterogen multisitus dengan kontribusi fisorpsi sebagai pendukung, sementara  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berperan sebagai inti magnetik untuk pemisahan dan regenerasi adsorben tanpa berperan langsung dalam pengikatan kimiawi MO.

#### **4.7 Analisis Statistik Pengaruh Variasi Terhadap Kinerja Dekolorisasi Zat Warna *Methyl Orange***

Analisis statistik dilakukan untuk mengevaluasi pengaruh variasi konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH terhadap kinerja dekolorisasi *methyl orange* (MO). Pengujian ini diperlukan untuk memastikan bahwa perbedaan efisiensi dekolorisasi yang diperoleh pada setiap variasi perlakuan terjadi akibat pengaruh faktor yang diuji dan bukan karena variasi acak data. Sebelum dilakukan uji hipotesis menggunakan *One-Way* ANOVA, data terlebih dahulu diuji normalitasnya dengan metode *Shapiro-Wilk* dan homogenitas variansnya menggunakan *Levene's Test*. Kedua pengujian tersebut merupakan prasyarat dalam analisis parametrik untuk memastikan validitas hasil ANOVA dalam menentukan signifikansi pengaruh perlakuan terhadap kinerja dekolorisasi MO (Ahadi *et al.* 2023; Utami and Hadiprayitno, 2024).

##### **4.7.1 Uji Normalitas**

Hasil uji normalitas dengan metode *Shapiro-Wilk* pada Tabel 4.11 menunjukkan bahwa seluruh kelompok variasi, yaitu konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH, menunjukkan nilai signifikansi (Sig.) yang seluruhnya lebih besar dari 0,05 ( $\text{p-value} > 0,05$ ). Mengacu pada kriteria pengujian, data dengan nilai  $\text{Sig.} > 0,05$  dinyatakan terdistribusi normal sehingga  $H_0$  diterima, yang berarti seluruh data hasil pengukuran kinerja dekolorisasi MO pada kelima variasi tersebut memenuhi asumsi distribusi normal. Metode *Shapiro-Wilk* digunakan dalam penelitian ini karena memiliki

tingkat akurasi yang baik dalam menguji normalitas data dengan ukuran sampel kecil ( $\leq 50$  sampel) (Ahadi *et al.* 2023; Shaima dan Jacob 2025; Utami and Hadiprayitno 2024). Terpenuhinya asumsi normalitas pada seluruh variasi menjadi prasyarat penting agar data dapat dilanjutkan ke pengujian homogenitas varians dan analisis parametrik *One-Way* ANOVA.

Tabel 4. 11 Hasil Uji Normalitas

| Variasi                     |       | Sig.  | $\alpha$ | Keterangan  |                           |
|-----------------------------|-------|-------|----------|-------------|---------------------------|
| Konsentrasi Awal (ppm)      | 20    | 0,762 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 40    | 0,702 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 60    | 0,463 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 80    | 0,363 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 100   | 0,463 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 120   | 0,463 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
| Dosis Adsorben (gram)       | 0,003 | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 0,005 | 1,000 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 0,007 | 0,843 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 0,009 | 0,843 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 0,012 | 0,463 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
| Waktu Kontak (menit)        | 5     | 0,463 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 10    | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 15    | 0,463 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 30    | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 45    | 0,726 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 60    | 1,000 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 75    | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 90    | 0,780 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 105   | 1,000 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 120   | 0,780 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
| Suhu ( $^{\circ}\text{C}$ ) | 25    | 0,298 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 30    | 0,220 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 35    | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 45    | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
| pH                          | 1     | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|                             | 3     | 0,780 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |

| Variasi |   | Sig.  | $\alpha$ | Keterangan  |                           |
|---------|---|-------|----------|-------------|---------------------------|
|         | 5 | 0,298 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|         | 7 | 0,780 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |
|         | 9 | 0,637 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data terdistribusi normal |

#### 4.7.2 Uji Homogenitas

Hasil uji homogenitas menggunakan *Levene's Test* pada Tabel 4.12 menunjukkan bahwa kelima variasi, yaitu konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH, seluruhnya memiliki nilai signifikansi lebih besar dari 0,05 ( $p\text{-value} > 0,05$ ). Hasil ini menunjukkan bahwa varians data pada setiap kelompok perlakuan dalam masing-masing variasi bersifat homogen, sehingga  $H_0$  diterima dan perbedaan rata-rata kinerja dekolonisasi yang akan dianalisis lebih lanjut benar-benar mencerminkan pengaruh perlakuan variasi konsentrasi, dosis, waktu, suhu, dan pH. Uji homogenitas dalam penelitian ini dilakukan menggunakan metode *Levene's Test* karena mampu menguji kesamaan varians pada dua atau lebih kelompok perlakuan serta relatif tidak dipengaruhi oleh ketidakpastian asumsi normalitas data. Karakteristik tersebut menjadikan *Levene's Test* sebagai metode yang fleksibel dan andal untuk digunakan sebagai uji prasyarat sebelum analisis ANOVA. Selain itu, studi simulasi yang telah dilakukan menunjukkan bahwa *Levene's Test* memiliki daya uji dan stabilitas yang baik dalam mempertahankan tingkat kesalahan Tipe I (Dewi *et al.* 2025; Ojeda 2024; Utami and Hadiprayitno 2024). Dengan terpenuhinya asumsi normalitas dan homogenitas pada seluruh variasi, data hasil penelitian ini telah memenuhi prasyarat untuk dianalisis lebih lanjut menggunakan uji *One-Way* ANOVA.

Tabel 4. 12 Hasil Uji Homogenitas

| Variasi                | Sig.  | $\alpha$ | Keterangan  |              |
|------------------------|-------|----------|-------------|--------------|
| Konsentrasi Awal (ppm) | 0,057 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data homogen |
| Dosis Adsorben (gram)  | 0,391 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data homogen |
| Waktu Kontak (menit)   | 0,868 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data homogen |
| Suhu (°C)              | 0,092 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data homogen |
| pH                     | 0,527 | 0,05     | Sig. > 0,05 | Data homogen |

#### 4.7.3 Uji Hipotesis dengan *One-Way* ANOVA

Hasil uji *One-Way* ANOVA pada Tabel 4.13 menunjukkan bahwa kelima variasi yang diujikan, yaitu konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH, secara keseluruhan memperoleh nilai signifikansi sebesar 0,000 (Sig. < 0,05), sehingga  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima untuk setiap variasi. Hasil ini menunjukkan bahwa kelima variasi yang diberikan berpengaruh secara signifikan terhadap kinerja dekolorisasi zat warna MO.

Uji *One-Way* ANOVA bertujuan untuk menguji perbedaan rata-rata antar kelompok perlakuan dan menentukan apakah perbedaan yang terjadi bersifat signifikan secara statistik (Nainggolan *et al.* 2025). Secara keseluruhan, hasil analisis statistik menunjukkan bahwa data hasil penelitian memenuhi asumsi normalitas dan homogenitas, sehingga uji *One-Way* ANOVA dapat dilakukan secara valid. Hasil uji hipotesis menunjukkan bahwa kelima variasi operasi, yaitu konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH, masing-masing berpengaruh signifikan terhadap kinerja dekolorisasi zat warna MO (Sig. = 0,000 < 0,05;  $H_1$  diterima) (Septiadi dan Ramadhani 2020; Utami dan Hadiprayitno 2024). Adapun hipotesis dalam penelitian sebagai berikut:

1. Pengaruh Konsentrasi Awal *Methyl Orange*

$H_0$  = Tidak ada pengaruh konsentrasi terhadap awal *methyl orange* terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

$H_1$  = Ada pengaruh konsentrasi terhadap awal *methyl orange* terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

2. Pengaruh Dosis Adsorben

$H_0$  = Tidak ada pengaruh dosis adsorben terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

$H_1$  = Ada pengaruh dosis adsorben terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

3. Pengaruh Waktu Kontak

$H_0$  = Tidak ada pengaruh waktu kontak terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

H1 = Ada pengaruh waktu kontak terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

4. Pengaruh Suhu

H0 = Tidak ada pengaruh suhu terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

H1 = Ada pengaruh suhu terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

5. Pengaruh pH

H0 = Tidak ada pengaruh pH terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

H1 = Ada pengaruh pH terhadap dekolorisasi zat warna *methyl orange*.

Tabel 4. 13 Hasil Uji *One-Way* ANOVA

| Variasi                | Sig.  | $\alpha$ | Keterangan  |                         |
|------------------------|-------|----------|-------------|-------------------------|
| Konsentrasi Awal (ppm) | 0,000 | 0,05     | Sig. < 0,05 | H <sub>1</sub> diterima |
| Dosis Adsorben (gram)  | 0,000 | 0,05     | Sig. < 0,05 | H <sub>1</sub> diterima |
| Waktu Kontak (menit)   | 0,000 | 0,05     | Sig. < 0,05 | H <sub>1</sub> diterima |
| Suhu (°C)              | 0,000 | 0,05     | Sig. < 0,05 | H <sub>1</sub> diterima |
| pH                     | 0,000 | 0,05     | Sig. < 0,05 | H <sub>1</sub> diterima |

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Rangkaian penelitian mengenai adsorpsi zat warna *methyl orange* menggunakan adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-g-PAA-SA}$ , dapat dirumuskan beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Karakteristik kitosan dan adsorben kitosan termodifikasi ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-g-PAA-SA}$ ) berhasil diidentifikasi melalui FTIR, XRD, SEM-EDX, dan pH<sub>pzc</sub> dengan hasil sebagai berikut:

- a. FTIR

Kitosan memiliki derajat deasetilasi 85,13% (memenuhi SNI 7949:2022). FTIR mengonfirmasi keberhasilan *grafting poly(acrylic acid)*, pembentukan *Schiff-base* (C=N), pelapisan silika (Si–O–Si), dan inti magnetit (Fe–O). Pasca adsorpsi, pita Si–O–Si dan Fe–O tetap stabil (struktur inti-shell terjaga), sementara pergeseran pita O–H/N–H dan C=N serta munculnya pita azo-sulfonat membuktikan MO berhasil teradsorpsi.

- b. XRD

Pergeseran puncak kitosan ( $20,12^\circ \rightarrow 18,98^\circ$ ) menunjukkan keberhasilan *grafting*. Puncak-puncak pada  $2\theta = 30,18^\circ - 62,81^\circ$  mengonfirmasi struktur spinel kubik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , didukung *hump* amorf  $\text{SiO}_2$ . Ukuran kristalit meningkat dari 1,95 nm (kitosan) menjadi 41,85 nm (adsorben).

- c. SEM-EDX

Hasil SEM-EDX menunjukkan morfologi adsorben yang tidak beraturan, berpori, kasar, dan teraglomerasi dengan ukuran partikel rata-rata 92,56 nm, serta komposisi elemen C, Os, Na, Si, S, Fe, Al, dan Cl yang mengkonfirmasi keberadaan seluruh komponen penyusun adsorben.

- d. BET

Analisis BET mengonfirmasi karakter mesopori adsorben (isoterm tipe IV, dan histeresis H3) dengan luas permukaan BET 15,373 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,077 cm<sup>3</sup>/g, dan radius pori 18,090 Å (1,809 nm).

e. Analisis Sifat Kemagnetan Adsorben

Hasil pengamatan visual, adsorben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA menunjukkan kemampuan pemisahan yang baik menggunakan magnet eksternal. Hasil tersebut mengindikasikan bahwa keberadaan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada komposit tetap memberikan sifat magnetik sehingga adsorben dapat dipisahkan dari larutan dengan mudah setelah proses adsorpsi.

f. pH<sub>pzc</sub>

Nilai pH<sub>pzc</sub> sebesar 3,33 menunjukkan permukaan adsorben bermuatan positif di bawah pH tersebut, sehingga cocok mengadsorpsi zat warna anionik seperti MO.

2. Seluruh variasi parameter (konsentrasi awal, dosis adsorben, waktu kontak, suhu, dan pH) terbukti berpengaruh signifikan terhadap efektivitas dekolonisasi MO (Sig. = 0,000 < 0,05). Peningkatan konsentrasi awal MO (20–120 ppm) mampu meningkatkan efisiensi dari 57,99% menjadi 83,19% serta kapasitas dari 386,57 menjadi 3.327,80 mg/g tanpa menunjukkan kejenuhan. Peningkatan dosis adsorben justru meningkatkan efisiensi (71,83%→82,24%) namun menurunkan kapasitas (1.436,69→411,18 mg/g) akibat aglomerasi partikel. Adapun kondisi optimum diperoleh pada waktu kontak 90 menit (efisiensi 77,64%; kapasitas 1.552,74 mg/g), suhu 30°C (efisiensi 68,01%; kapasitas 1.360,21 mg/g), dan pH 3 (efisiensi 54,41%; kapasitas 1.088,26 mg/g), dengan efisiensi yang menurun tajam pada kondisi pH netral hingga basa.
3. Isoterm adsorpsi MO lebih sesuai mengikuti model *Freundlich* ( $R^2 = 0,995$ ) dibanding *Langmuir* ( $R^2 = 0,8886$ ,  $q_{max}$  &  $KL$  negatif/tidak bermakna), menunjukkan adsorpsi terjadi pada permukaan heterogen. Kinetika adsorpsi mengikuti model Pseudo-Orde Dua ( $R^2 = 0,9926$ ;  $q_{e,cal} = 1.514,21$  mendekati  $q_{e,exp} = 1.553,24$  mg/g) dibanding Pseudo-Orde Satu ( $R^2 = 0,9185$ ), mengindikasikan mekanisme kemisorpsi dengan kesetimbangan tercapai pada menit ke-90.

4. Mekanisme adsorpsi MO berlangsung melalui interaksi elektrostatik antara  $\text{NH}_3^+/\text{C}=\text{N}$  adsorben dengan  $\text{SO}_3^-$  MO, ikatan hidrogen, interaksi  $\pi-\pi$  (antar cincin aromatik *Schiff-base* adsorben dengan cincin aromatik MO) dan  $n-\pi$  (antara pasangan elektron bebas pada atom N/O adsorben dengan sistem aromatik MO), sementara  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berfungsi sebagai komponen pemisah magnetik. Mekanisme ini dikonfirmasi oleh pergeseran pita FTIR O–H/N–H dan C=N serta munculnya pita azo-sulfonat baru, dengan struktur inti-shell (Si–O–Si dan Fe–O) yang tetap terjaga.
5. Adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  menunjukkan efektivitas penggunaan ulang yang baik. Pengujian lima siklus tanpa desorpsi menunjukkan efisiensi hanya menurun dari 79,79% menjadi 75,44% ( $\approx 4,3\%$ ), mengindikasikan stabilitas struktural dan kemampuan adsorpsi yang baik untuk pemakaian berulang.

## 5.2 Saran

Hasil penelitian dan analisis yang telah dilakukan memberikan beberapa saran untuk mendukung pengembangan penelitian selanjutnya, yaitu sebagai berikut:

1. Melakukan uji desorpsi menggunakan eluen (misalnya NaOH atau etanol) untuk mengevaluasi efisiensi regenerasi yang sesungguhnya dan memperpanjang siklus pemakaian adsorben, dibandingkan pengujian *reusabilitas* tanpa desorpsi yang dilakukan pada penelitian ini.
2. Memperluas rentang konsentrasi awal MO pada studi isoterm hingga mendekati kondisi jenuh, serta mempertimbangkan model isoterm lain seperti *Sips*, *Temkin*, atau *Redlich-Peterson*, untuk memperoleh parameter kesetimbangan adsorpsi yang lebih bermakna secara fisik.
3. Melakukan kajian lebih lanjut mengenai analisis termodinamika adsorpsi ( $\Delta G^\circ$ ,  $\Delta H^\circ$ ,  $\Delta S^\circ$ ) untuk mengonfirmasi sifat eksotermal proses adsorpsi MO yang terindikasi dari hasil pengujian pengaruh suhu pada penelitian ini.
4. Menguji kinerja adsorben pada limbah cair industri riil yang mengandung *methyl orange* maupun zat warna azo lain, untuk mengevaluasi efektivitasnya pada matriks limbah yang lebih kompleks dengan keberadaan ion atau senyawa pengganggu.

5. Melakukan studi lanjutan dalam skala lebih besar (misalnya sistem kolom kontinu) serta analisis keekonomian untuk mengkaji kelayakan aplikasi adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  secara industri, disertai uji toksisitas effluent untuk memastikan keamanan lingkungan dari hasil pengolahannya.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abbes, Maroua et al. 2024. "Remediation of Water Contamination Using a Synergetic System of Biochar and Photocatalyst : Complete Mineralization in Simulated Real Condition." *Euro-Mediterranean Journal for Environmental Integration* (0123456789). <https://doi.org/10.1007/s41207-024-00514-2>.
- Abdelkrim, Soumia et al. 2026. "International Journal of Biological Macromolecules Comparative Study of Dye Adsorption on Alginate and Functionalized Montmorillonite Hydrogel Beads." *International Journal of Biological Macromolecules* 337(P1): 149480. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.149480>.
- Abuzar et al. 2023. "Potential Industrial and Nutritional Applications of Shrimp By-Products: A Review." *International Journal of Food Properties* 26(2): 3407–32. <https://doi.org/10.1080/10942912.2023.2283378>.
- Ahadi, Giatma Dwijuna, Neni Nur, and Laili Ersela. 2023. "The Simulation Study of Normality Test Using Kolmogorov-Smirnov, Anderson-Darling, and Shapiro-Wilk." 6(1).
- Ahriani, Sri Zelviani, Hernawati, and Fitriyanti. 2021. "Analisis Nilai Absorbansi Untuk Menentukan Kadar Flavonoid Daun Jarak Merah (*Jatropha Gossypifolia* L.) Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis." 8: 56–64.
- Ajala, O J et al. 2022. "Results in Engineering A Review of Emerging Micro-Pollutants in Hospital Wastewater : Environmental Fate and Remediation Options Advanced Oxidation Processes." *Results in Engineering* 16(July): 100671. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2022.100671>.
- Akl, Magda A et al. 2023. "Flax Fiber Based Semicarbazide Biosorbent for Removal of Cr ( VI ) and Alizarin Red S Dye from Wastewater." *Scientific Reports* (Vi): 1–25. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-34523-y>.
- Al-ghouti, Mohammad A, and Dana A Da. 2020. "Guidelines for the Use and Interpretation of Adsorption Isotherm Models : A Review." *Journal of Hazardous Materials* 393(February): 122383.

<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122383>.

- Al-Mur, Bandar, and Mamdoh Jamal. 2026. "Eco-Friendly Dye Removal Using Chitosan : Characterization and Kinetic Modeling of Methylene Blue and Methyl Orange Adsorption." : 1–37.
- Alamri, Abdullah Ali et al. 2025. "Synthesis of Schiff Bases Based on Chitosan , Thermal Stability and Evaluation of Antimicrobial and Antitumor Activities." : 1–14.
- Alharthi, Salman S et al. 2022. "Journal of King Saud University – Science Biological Activities of Chitosan-Salicylaldehyde Schiff Base Assisted Silver Nanoparticles." *Journal of King Saud University - Science* 34(6): 102177. <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2022.102177>.
- Ali, Dalia Amer, and Rinad Galal Ali. 2024. "Green Synthesis of Carbonized Chitosan- Fe 3 O 4 -SiO 2 Nano-Composite for Adsorption of Heavy Metals from Aqueous Solutions." : 1–23.
- Alyasi, Haya, Hamish Mackey, and Gordon McKay. 2023. "Adsorption of Methyl Orange from Water Using Chitosan Bead-like Materials."
- Amrillah, Nafira Alfi Zaini et al. 2025. "Isothermic Adsorption Study Of Nitrate Ion Adsorption In Bioethanol Waste Using Quaternary Ammonium Polymer." 15: 1–9.
- Andreica, Bianca-iustina et al. 2024. "Biocompatible Hydrogels Based on Quaternary Ammonium Salts of Chitosan with High Antimicrobial Activity as Biocidal Agents for Disinfection." *Carbohydrate Polymers* 342(June): 122389. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122389>.
- Andriani, Yuli, Tubagus Aldi Lazuardi, and Angga Dwi Cahya. 2025. "Review Literature : Pengolahan Bahan Pakan Asal Crustacea Sebagai Kitin Dan Kitosan Literature Review : Processing of Feed Ingredients Derived from Crustaceans into Chitin and Chitosan." 5.
- Anggriani, Ulfa Meila, Abu Hasan, and Indah Purnamasari. 2021. "Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif Dalam Penurunan Konsentrasi Logam Tembaga ( Cu ) Dan Timbal ( Pb ) Kinetic Adsorption Of Activated Carbon In Decreasing Concentrations Of Copper ( Cu ) And Lead ( Pb ) Metals." 12(02): 29–37.
- Araichimani, P et al. 2022. "Synthesis of Fe 3 O 4 -Decorated SiO 2 Nanostructure

- Using Rice Husk as a Source by Microwave Combustion for the Development of a Magnetically Recoverable Adsorbent.” *Ceramics International* 48(7): 10339–45. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.02.001>.
- Aungthitipan, Poramed, Athicha Janthakhot, and Pornmongkol Tansomrot. 2025. “South African Journal of Chemical Engineering Mesoporous Biochar Composite Derived from Hardwood and Post-Recycled Plastic Waste in Thailand : A Case Study of Nickel Removal in Acidic Solution.” *South African Journal of Chemical Engineering* 53(February): 242–55. <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2025.05.002>.
- Azilah, Adelia Belva et al. 2024. “Uji Efektivitas Silika Gel Dari Sekam Padi Dan Ampas Kopi Sebagai Adsorben.” (September): 748–55.
- Barbosa, Hellen Franciane Gonçalves, and Éder Tadeu Gomes Cavaleiro. 2018. “The Influence of Reaction Parameters on Complexation of Zn(II) Complexes with Biopolymeric Schiff Bases Prepared from Chitosan and Salicylaldehyde.” (ii): #pagerange#. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.10.113>.
- Barus, Alfredo Daniel Alexander Tuhervan, Alegi Hilmy Bahij, Kevin Benget Parulian Nadeak, and Mohamad Syarif Farhan. 2025. “Conversion Improvement of Propylene to Acrylic Acid Process.” 2(2): 216–22.
- Bavel, Nicolas Bavel et al. 2023. “A Simple Method for Synthesis of Chitosan Nanoparticles with Ionic Gelation and Homogenization.” : 1–14.
- Benettayeb, Asmaa et al. 2023. “Chitosan Nanoparticles as Potential Nano-Sorbent for Removal of Toxic Environmental Pollutants.” : 1–25.
- Beydaghdari, Mohammadreza, Fahimeh Hooriabad Saboor, Aziz Babapoor, and Vikram V Karve. 2023. “Recent Advances in MOF-Based Adsorbents for Dye Removal from the Aquatic Environment.”
- Bożejewicz, Daria. 2025. “Chitosan-Based Adsorbents Used To Remove Organic And Inorganic Contaminants From Aqueous Solutions.”
- Çelikçi, Nuran, Cengiz Ayhan, and Zıba Mehmet. 2025. “Chitosan-Based Schiff Base Compounds : Synthesis , Chemical Characterization and Antibacterial Properties.” : 10063–73.
- Chen, Guiling et al. 2024. “Enhanced Adsorption of Methyl Orange from Aqueous

- Phase Using Chitosan–Palmer Amaranth Biochar Composite Microspheres.”
- Dambuza, Anathi, Pennie P Mokolokolo, Mamookho E Makhatha, and Motshabi A Sibeko. 2025. “Chitosan-Based Materials as Effective Materials to Remove Pollutants.” : 1–23.
- Daoush, Walid M. 2017. “Co-Precipitation and Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles for Potential Biomedical Applications.” 5(3): 12–16.
- Dardeer, Hemat M, Ahmed S Ibrahim, Ahmed N Gad, and Abdel Aal M Gaber. 2024. “Bifunctional of - Fe 3 O 4 @ Chitosan Nanocomposite as a Clarifying Agent and Cationic Flocculant on Different Sugar Solutions as a Comprehensive Semi Industrial Application.” *Scientific Reports*: 1–11. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-52111-6>.
- Dewi, Anissa Puspa et al. 2025. “Analisis Citra Scanning Electron Microscopy Dan Energy Dispersive X-Ray ( SEM-EDX ) Pada Komposit Konduktif Berbasis PET-Grafit Abstrak.” 4(1): 242–49.
- Dewi, Sevita Sari, Rizka Ermina, Veilla Anggoro Kasih, and Fera Hefiana. 2023. “Analisis Penerapan Metode One Way Anova Menggunakan Alat Statistik SPSS.” 2(2): 121–32.
- Dudchenko, Nataliia, Shweta Pawar, Ilana Perelshtein, and Dror Fixler. 2022. “Magnetite Nanoparticles : Synthesis and Applications in Optics.”
- Dzulhijjah, Wafiq Alni, Sri Aprilia, Nasrul Arahman, and Nafiu Umar. 2025. “Case Studies in Chemical and Environmental Engineering Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk Waste Sigupai Varieties Endemic to Aceh.” 11(February).
- Egbedina, Abisola O et al. 2021. “Green Synthesis of ZnO Coated Hybrid Biochar for the Synchronous Removal of Cipro Fl Oxacin and Tetracycline in Wastewater †.” : 18483–92.
- El-Sayed, Essam et al. 2023. “Sustainable Grafted Chitosan-dialdehyde Cellulose with High Adsorption Capacity of Heavy Metal.”
- Elma, Nida Noviani et al. 2021. “Studi Isotem Dan Kinetika Adsorpsi Bahan Organik Alami ( BOA ) Pada Air Gambut Terhadap Karbon Aktif Kayu Ulin Dengan Sistem Batch.”
- Elsandika, Gabriela, Made Dirgantara, Siti Unvaresi Misonia Beladona, and Marvin

- Horale Pasaribu. 2025. "Sintesis Dan Karakterisasi Silika Sekam Padi Sebagai Material Self-Cleaning." *Jurnal Fisika Unand* 14(2): 124–30. <https://jfu.fmipa.unand.ac.id/index.php/jfu/article/view/1502>.
- Eltaweil, Abdelazeem S et al. 2021. "Fabrication of Attapulgit/Magnetic Aminated Chitosan Composite as Efficient and Reusable Adsorbent for Cr (VI) Ions." *Scientific Reports*: 1–15. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-96145-6>.
- Engku, Che et al. 2023. "Extraction and Characterization of Litopenaeus Vannamei 's Shell as Potential Sources of Chitosan Biopolymers."
- Evan, Pardoyo, and Adi Darmawan. 2022. "Pembuatan Nanosilika Yang Disintesis Dari Abu Sekam Padi Pada Variasi PH Sol Gel." : 8–13.
- Febriliani, Amanda, Yus Rama Denny, and Ganesha Antarnusa. 2025. "Analisis XRD Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Dengan Variasi Suhu Sintesis." 6(1): 14–18.
- Foroughnia, Alireza, Aliakbar Dehno, Eskandar Kolvari, and Nadiya Koukabi. 2021. "Synthesis of New Chitosan Schiff Base and Its Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposite : Evaluation of Methyl Orange Removal and Antibacterial Activity." *International Journal of Biological Macromolecules* 177: 83–91. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.02.068>.
- Fotodimas, Ioannis et al. 2024. "Sustainable Management of Shrimp Waste to Produce High-Added Value Carbonaceous Adsorbents." *Sustainability (Switzerland)* 16(23).
- Freire, Tiago M et al. 2020. "Magnetic Porous Controlled Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> – Chitosan Nanostructure : An Ecofriendly Adsorbent for Efficient Removal of Azo Dyes."
- Gong, Yahui, Xuerong Chen, and Wei Wu. 2024. "Advances in Sample Preparation Application of Fourier Transform Infrared ( FTIR ) Spectroscopy in Sample Preparation : Material Characterization and Mechanism Investigation." *Advances in Sample Preparation* 11(April): 100122. <https://doi.org/10.1016/j.sampre.2024.100122>.
- Gundara, Gugun, Asep Romi Ramadhan, and Acep Wagiman. 2023. "Pengaruh Ukuran Serbuk Sabut Kelapa Bermatrix Polyester Terhadap Uji Bending Dan Uji Scanning Electron Microscopy ( SEM )." 8(1).

- Gutierrez, Vieira Frederico et al. 2024. "Heliyon The Effect of Temperature on the Synthesis of Magnetite Nanoparticles by the Coprecipitation Method." 10(December 2023): 1–11.
- Habte, Girma Assefa, Tafere Aga Bullo, and Yasin Ahmed. 2025. "Statistical Optimization Characterizations and Eco- Friendly Synthesis of Silica from Sugarcane Bagasse." : 1–17.
- Hakam, Muhammad, Firnanti Praditama, and Ely Kurniati. 2023. "Kitosan Dari Cangkang Kerang Darah Increasing Degree Of Deacetylation In The Synthesis Of Chitosan From The Shells Of Blood Clams." 17(2): 97–104.
- Hambisa, Agesa Abdisa, Melkamu Regasa, HAile Gurmessa Ejigu, and Chala Boru Senbeto. 2023. "Adsorption Studies of Methyl Orange Dye Removal from Aqueous Solution Using Anchote Peel - Based Agricultural Waste Adsorbent." *Applied Water Science* 13(1): 1–11. <https://doi.org/10.1007/s13201-022-01832-y>.
- Haque, Manjurul, Amdadul Haque, Khaled Mosharaf, and Polash Kisku Marcus. 2021. "Decolorization, Degradation and Detoxification of Carcinogenic Sulfonated Azo Dye Methyl Orange by Newly Developed Biofilm Consortia." *Saudi Journal of Biological Sciences* 28(1): 793–804. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2020.11.012>.
- Hasan, Kamrul, Reshma G. Joseph, Shashikant P. Patole, and Raed A. Al-Qawasmeh. 2023. "Development of Magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Chitosan Immobilized Cu(II) Schiff Base Catalyst: An Efficient and Reusable Catalyst for Microwave Assisted One-Pot Synthesis of Propargylamines via A<sub>3</sub> Coupling."
- Hazarika, Krishna Priya, and J P Borah. 2024. "Study of Biopolymer Encapsulated Eu Doped Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles for Magnetic Hyperthermia Application." *Scientific Reports*: 1–13. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-60040-7>.
- Hemmati, Vahid, Gholamreza Karimi, and Dariush Mowla. 2026. "High-Efficiency Removal of Methyl Orange from Wastewaters Using Polyimide/Chitosan-MoS<sub>2</sub>-UiO-66 Nanofiber Adsorbents." : 1–14.
- Herbei, Elena Emanuela et al. 2025. "Tailored Magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> -Based Core – Shell Nanoparticles Coated with TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub> via Co-Precipitation:

- Structure – Property Correlation for Medical Imaging Applications.” : 1–19.
- Hidayah, Himyatul, Siti Mudrikah, Tanti Amelia, and Helsen. 2024. “Perbandingan Metode Analisis Instrumen HPLC Dan Spektrofotometer UV-VIS.” 10(13): 377–86.
- Hidayat, Rian et al. 2023. “Ekstraksi Dan Karakterisasi Silika Dari Abu Limbah Ampas Tebu Minuman Sari Tebu Di Bangka.” 1(November): 72–77.
- Hisham, F, M H Maziati Akmal, F B Ahmad, and Kartini Ahmad. 2021. “Facile Extraction of Chitin and Chitosan from Shrimp Shell.” *Materials Today: Proceedings* (xxxx). <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.329>.
- Hu, Dalin et al. 2020. “International Journal of Biological Macromolecules Adsorption of Pb ( II ) from Aqueous Solution by Polyacrylic Acid Grafted Magnetic Chitosan Nanocomposite.” *International Journal of Biological Macromolecules* 154: 1537–47. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.11.038>.
- Huang, Chaoqiang et al. 2021a. “Adsorption Performance of Chitosan Schiff Base towards Anionic Dyes : Electrostatic Interaction Effects.” 780(June): 1–6.
- Hussein, Furqan Mohammad, Hamida Edan Salman, and Asim A Balakit. 2021. “A Cross-Linked Chitosan-Schiff Base : New Material for the Removal of Methyl Orange from Aqueous Solution.” *Desalination and Water Treatment* 234: 288–98. <https://doi.org/10.5004/dwt.2021.27647>.
- Ibrahim, Mostafa Ahmed et al. 2024. “Fabrication of Cellulose Nanocrystals / Carboxymethyl Cellulose / Zeolite Membranes for Methylene Blue Dye Removal : Understanding Factors , Adsorption Kinetics , and Thermodynamic Isotherms.” (February): 1–18.
- Iman, Arif Al, and Winni Nur Auli. 2023. “Validation and Development of UV-Vis Spectrophotometer Analysis Methods for Alpha-Tocopherol Acetate.” 19(1): 87–96.
- Irwansyah, Ferli Septi, Alfi Ikhlusal Amal, Erlinda Widyasmara Diyanthi, and Eko Prabowo Hadisantoso. 2024. “ASEAN Journal of Science and Engineering How to Read and Determine the Specific Surface Area of Inorganic Materials Using the Brunauer-Emmett-Teller ( BET ) Method.” 4(1): 61–70.
- Isiuku, Beniah Obinna, Chritian Ebere Enyoh, Chidi Edbert Duru, and Francis

- Chizoruo Ibe. 2021. "Current Research in Green and Sustainable Chemistry Phosphate Ions Removal from Aqueous Phase by Batch Adsorption on Activated ( Activation before Carbonization ) Biochar Derived from Rubber Pod Husk." *Current Research in Green and Sustainable Chemistry* 4(April): 100136. <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2021.100136>.
- Ismiyarto et al. 2021. "Synthesis of Chitosan-Salicylaldehyde/Vanillin Schiff Base as Antibacterial Active Compound on Cotton Fabrics."
- Kamari, Soran, and Afsaneh Shahbazi. 2020. "High-Performance Nanofiltration Membrane Blended by Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>-CS Bionanocomposite for Efficient Simultaneous Rejection of Salts/Heavy Metals Ions/Dyes with High Permeability, Retention Increase and Fouling Decline." *Chemical Engineering Journal*: 127930. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.127930>.
- Kaur, Jaspreet et al. 2023. "Reactive Black-5, Congo Red and Methyl Orange: Chemical Degradation of Azo-Dyes by Agrobacterium Jaspreet."
- Khairkar, Shyam R, Shubham V Pansare, and Amol A Shedge. 2022. "Biological Macromolecule Chitosan Grafted Co - Polymeric Composite: Bio - Adsorption Probe on Cationic Dyes." *Polymer Bulletin* 79(11): 9441–55. <https://doi.org/10.1007/s00289-021-03954-w>.
- Khan, Farhat Ali et al. 2022. "Biological Mineralization of Methyl Orange by Pseudomonas Aeruginosa."
- Khan, Munir Ahmad et al. 2022. "Synthesis and Characterization of Acrylamide / Acrylic Acid."
- Khan, Rasool et al. 2026. "Synthesis and Characterization of 2-Hydroxy-3-Methoxyphenyl Imino Chitosan as a Novel Adsorbent for Effective Removal of Methyl Orange." : 1–16.
- Khan, Tanveer Ahmad, Kok Khiang Peh, and Hung Seng Ch'ng. 2002. "Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan : The Influence of Analytical Methods." 5(3): 205–12.
- Kholiq, Khafid, and Samuel Budi Wardhana Kusuma. 2024. "Characterization of Sodium Alginate and Chitosan Bioplastic with the Addition of Glycerol and Glutaraldehyde Khafid." 13(1).
- Kishor, Roop et al. 2021. "Journal of Water Process Engineering Degradation

- Mechanism and Toxicity Reduction of Methyl Orange Dye by a Newly Isolated Bacterium *Pseudomonas Aeruginosa* MZ520730.” *Journal of Water Process Engineering* 43(August): 102300. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.102300>.
- Kombongkila, Olivia, Heindrich Taunaumang, and Farly Tumimomor. 2024. “Analisis Struktur Film Tipis Disperse Orange-3 Hasil FTIR.” 5(1): 45–50.
- Kumari, Sangeeta et al. 2021. “Characterization of a Novel Nanocomposite Film Based on Functionalized Chitosan – Pt – Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Hybrid Nanoparticles.”
- Kurniawidi, Dian Wijaya et al. 2022. “Synthesis and Characterization of Nano Chitosan from Vannamei Shrimp Shell (*Litopenaeus Vannamei*).” 14(2): 380–87.
- Kuznetsov, Nikolai Yu, Anton L Maximov, and Irina P Beletskaya. 2024. “Synthesis of Acrylic Acid and Acrylates from CO<sub>2</sub> and Ethylene — the Thorny Path from Dream to Reality.” 93(9).
- Lavlinskaya, Maria S et al. 2024. “The Low-Waste Grafting Copolymerization Modification of Chitosan Is a Promising Approach to Obtaining Materials for Food Applications.”
- Lestari, Ani Widya et al. 2025. “Analisis Varian ( Anova ) : Konsep , Langkah-Langkah Dan Penerapanya Dalam Analisis Data Analysis of Variance ( ANOVA ) : Concept , Steps , and Its Application in Data.” 6(1): 178–82.
- Li, Heng et al. 2024. “Magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> Study on Adsorption of Methyl Orange on Nanoparticles.” *Scientific Reports*: 1–16. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-50368-x>.
- Lin, Jinyu, Xiaoman Zhang, Qi Zhou, and Wenwu Cao. 2026. “Ultrasonics Sonochemistry Multifactorial Regulation of Ultrasound-Induced Cavitation by Engineered Silica Nanoparticles.” *Ultrasonics Sonochemistry* 128(March): 107817. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2026.107817>.
- Malek, Nurul Najwa Abd et al. 2020. “International Journal of New Magnetic Schiff ’ s Base-Chitosan-Glyoxal / Fl y Ash / Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Biocomposite for the Removal of Anionic Azo Dye : An Optimized Process.” *International Journal of Biological Macromolecules* 146: 530–39. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.01.020>.

- Mayangsari, Novi Eka et al. 2026. "Study on Methyl Orange Adsorption by  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$  Decorated Chitosan Schiff Base: Insights from Kinetics , Thermodynamics and Response Surface Methodology for Optimization." *Chemical Physics Impact* 12 (January): 101077. <https://doi.org/10.1016/j.chphi.2026.101077>.
- Miri, Noviana Sariana Sarana, and Narimo. 2022. "Review : Kajian Persamaan Isoterm Langmuir Dan Freundlich Pada Adsorpsi Logam Berat Fe ( II ) Dengan Zeolit Dan Karbon Aktif Dari Biomassa." 2(Ii).
- Mondal, Ibrahim H et al. 2024. "Adsorbents from Rice Husk and Shrimp Shell for Effective Removal of Heavy Metals and Reactive Dyes in Water." *Environmental Pollution* 346(January): 123637. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2024.123637>.
- Morariu, Simona, Mihaela Avadanei, and Loredana Elena Nita. 2024. "Complexes Formation."
- Morishige, Kunimitsu. 2021. "Revisiting the Nature of Adsorption and Desorption Branches : Temperature Dependence of Adsorption Hysteresis in Ordered Mesoporous Silica."
- Mushtaq, Irfan, Maqbool Ahmad, Muhammad Saleem, and Adnan Ahmed. 2024. "Pharmaceutical Significance of Schiff Bases : An Overview." *Future Journal of Pharmaceutical Sciences*. <https://doi.org/10.1186/s43094-024-00594-5>.
- Nainggolan, Yuliana, Dian Lestari Hutapea, Wulan Fauzia Sirait, and Mauliate Sirait. 2025. "Anava Satu Jalur ( One Way – Anova )." 5: 5670–82.
- Nandiyanto, Asep Bayu Dani, Rosi Oktiani, and Risti Ragadhita. 2019. "How to Read and Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material." (1): 97–118.
- Nurfitriyana, Najma Annuria Fithri, Fitria, and Rini Yanuarti. 2022. "Analisis Interaksi Kimia Fourier Transform Infrared (FTIR) Tablet Gastroenterik Ekstrak Daun Petai (Parkia Speciosa Hassk) Dengan Polimer HPMC-K4M Dan Kitosan." 03(02): 27–33.
- Nursari, Eka, Widya Ningrum, Ersyario Edo Yunata, and Evi Suaebah. 2025. "Review: Sintesis Nanopartikel Silika Dari Beberapa Material Dengan Metode Sol-Gel." 14: 115–23.
- Nyeem, Tanvir Ahmed et al. 2025. "Extraction and Characterization of Chitosan

- from Local Fish Scales in Bangladesh.” 9(September).
- Nzereogu, P U et al. 2023. “Silica Extraction from Rice Husk : Comprehensive Review and Applications.” *Hybrid Advances* 4(October): 100111. <https://doi.org/10.1016/j.hybadv.2023.100111>.
- Ojeda, César Augusto Cardaña. 2024. “Levene ’ s Test for Verifying Homoscedasticity Between Groups in Quasi- Experiments in Social Sciences.” XXV: 5–11.
- Omer, Ahmed Mohamed et al. 2021. “Removal of Oil Spills by Novel Developed Amphiphilic Chitosan-g-citronellal Schiff Base Polymer.” *Scientific Reports*: 1–16. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-99241-9>.
- Peacock, Thayset Mariño et al. 2021. “Applied Sciences Mathematical Tool Based on Breakthrough Curves to Evaluate the Economic Advantages of Chemical Regeneration of Activated Carbon in Power Plants : A Comparative Study.”
- Phonlakan, Kunlarat et al. 2023. “Poly(Acrylic Acid-Co-2-Acrylamido-2-Methyl-1- Propanesulfonic Acid)-Grafted Chitosan Hydrogels for Effective Adsorption and Photocatalytic Degradation of Dyes.” : 31002–16.
- Pravitri, Kartika Gemma, Muhammad Nizhar Naufali, and Arbi Hidayatullah. 2025. “Testing the Effectiveness of Vannamei Shrimp Shell Chitosan Extraction with Variations of Organic Acids in the Demineralization Stage: Pengujian Efektivitas Ekstraksi Kitosan Kulit Udang Vannamei Dengan Variasi Jenis Asam Organik Dalam Tahapan Demineralis.” *JITIPARI (Jurnal Ilmiah Teknologi dan Industri Pangan UNISRI)* 10(1): 78–90.
- Purohit, Priyank et al. 2023. “Polymer Grafting and Its Chemical Reactions.” (January): 1–22.
- Puspita, Endah, Luh Ayu Melinia, and Marzuki Naibaho. 2022. “Sintesis Dan Karakterisasi Pasir Besi Sungai Musi Sumatera Selatan Menggunakan Metode Kopresipitasi.” 24(3): 160–65.
- Radha, Fuad Hama Shareef, Tahir Mohammad Kareem, and Omed Gh Abdullah. 2026. “Atmosphere-Dependent Synthesis and Crystallization Behavior of Silica Nanoparticles Derived from Rice Husk Biomass.” : 16874–86.
- Rahadi, Bambang et al. 2019. “Analisis Penurunan Konsentrasi Methyl Orange Dengan Biosorben Kulit Pisang Cavendish ( Musa Acuminata Cv .

- Cavendish ). Cavendish Banana Peel as Biosorbent Jurnal Sumberdaya Alam D.” : 29–35.
- Rahayu, Aster et al. 2022. “Review : Pengolahan Limbah Cair Industri Dengan Menggunakan Silika A Review : Industrial Liquid Waste Treatment Using Silica.” 02(01): 1–12.
- Raja, Pavan M V, and Andrew R Barron. 2026. *Physical Methods in Chemistry and Nano Science*. Davis, California: LibreTexts.
- Raja, Saur Lumban, Elisabet Maret Sipayung, and Hamonangan Nainggolan. 2025. “Utilization of Mesoporous Silica from Rice Husk to Reduce Copper Level in Water Using Adsorption Method.” 6(2): 151–55.
- Rajan, Arunima, Madhulika Sharma, and Niroj Kumar Sahu. 2020. “Assessing Magnetic and Inductive Thermal Properties of Various Surfactants Functionalised - Fe 3 O 4 Nanoparticles for Hyperthermia.” *Scientific Reports*: 1–15. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-71703-6>.
- Rapo, Eszter, and Szende Tonk. 2021. “Factors Affecting Synthetic Dye Adsorption ; Desorption Studies : A Review of Results from the Last Five Years.”
- Reghioua, Abdallah et al. 2021. “Parametric Optimization by Box – Behnken Design for Synthesis of Magnetic Chitosan-Benzil / ZnO / Fe 3 O 4 Nanocomposite and Textile Dye Removal.” *Journal of Environmental Chemical Engineering* 9(3): 105166. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105166>.
- Saeed, Anwar Ameen Hezam et al. 2022. “Removal of Cadmium from Aqueous Solution by Optimized Rice Husk Biochar Using Response Surface Methodology.” *Ain Shams Engineering Journal* 13(1): 101516. <https://doi.org/10.1016/j.asej.2021.06.002>.
- Salama, Ahmed, and Mohamed El Sakhawy. 2023. “Synthesis and Adsorption Performance of Functionalized Chitosan and Carboxyethylsilanetriol Hybrids.” *BMC Chemistry*: 1–9. <https://doi.org/10.1186/s13065-023-00943-0>.
- Salih, Shameran Jamal, Aram Salahuddin Abdul Kareem, and Sewgil Saaduldeen Anwer. 2022. “Adsorption of Anionic Dyes from Textile Wastewater Utilizing Raw Corncob.” *Heliyon* 8(December 2021).

<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e10092>.

- Santandrea, Audrey et al. 2021. "Safer and Stronger Together? Effects of the Agglomeration on Nanopowders Explosion." 69(November 2020).
- Santos, Vanessa P et al. 2020. "Seafood Waste as Attractive Source of Chitin and Chitosan Production and Their Applications."
- Saputra, Muhammad Riski. 2024. "Adsorben Berbasis Sekam Padi Untuk Penurunan Logam Kadmium (Cd) Dalam Air."
- Sari, Tuti Indah, Prahady Susmanto, and Nadira Ken Khalisa. 2022. "Karakteristik Karet Alam Tergrafting Pati ( Starch ) Dari Kulit Pisang Yang Dimodifikasi Dengan Asam Akrilat." 40(2): 93–106.
- Schwaminger, S P, D Bauer, F E Wagner, and S Berensmeier. 2017. "CrystEngComm Oxidation of Magnetite Nanoparticles : Impact on Surface and Crystal Properties †." : 246–55.
- Septiadi, A, and W.K. Ramadhani. 2020. "Penerapan Metode Anova Untuk Analisis Rata-Rata." 1(2).
- Setyorini, Dwi, Andi Arninda, Achmad Qodim, and Renova Panjaitan. 2023. "Penentuan Konstanta Isoterm Freundlich Dan Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif Terhadap Asam Asetat Determination of Isotherm Freundlich Constant and Adsorption Kinetics of Activated Carbon to Acetic Acid." 20(3): 149–55.
- Shagdarova, Balzhima, Yulia Zhuikova, and Alla Il. 2025. "Adsorbent Materials Based on Modified Chitosan for Purification of Aqueous Media from Pharmaceutical Residues , Primarily Antibiotics."
- Shahzadi, Kiran et al. 2026. "Designing Eco-Friendly PH- Responsive Azo Dyes for Sustainable Textile Fabrics." : 1–14.
- Shaima, Chekkara Muthu, and Jose Jacob. 2025. "Histogram-Based Sub-Classification of Serum Triglycerides and Hypertriglyceridemia Prevalence across Gender and Age Groups : A Cross-Sectional Study." (September 2018): 1–6.
- Da Silva Alves, Daniele C et al. 2021. "Recent Developments in Chitosan-Based Adsorbents for the Removal of Pollutants from Aqueous Environments."
- Simatupang, Lisnawaty et al. 2024. "Sustainable Porous Silica Material Extracted from Volcanic Ash of Mount Sinabung Indonesia as Corrosion Inhibitor."

- 15(January): 880–89.
- Singh, Nalini. 2021. “Synthesis and Characterization of Chitosan Prepared from Shrimp Shell.” 6(6): 296–300.
- Sirumapea, Lasmaryna, and Desi Anggraini. 2016. “Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Antibakteri Kompleks Schiff Base Dengan Tembaga ( Cu ) Synthesis and Characterization of Antibacteria Schiff Base with Copper ( Cu ) Complex.” 3.
- Strebel, Annika et al. 2024. “Anionic Azo Dyes and Their Removal from Textile Wastewater through Adsorption by Various Adsorbents : A Critical Review.” (January): 1–17.
- Suasono, Zaikhul Sulthon, Setiawardhana Setiawardhana, Agus Indra Gunawan, and Idris Winarno. 2026. “Performance Evaluation of Water Quality for Shrimp Farming Using Deep Learning Classification.” *Aquacultural Engineering* 112(October 2025): 102648. <https://doi.org/10.1016/j.aquaeng.2025.102648>.
- Susilawati et al. 2024. “Case Studies in Chemical and Environmental Engineering Fe 3 O 4 / SiO 2 Composite Derived from Rice Husk Ash to Enhance Methylene Blue Removal Efficiency in Wastewater Treatment.” 9(April): 0–7.
- Suyati, Linda, Pramastuti Adiar Rukmi, and Salsabila Salsabila. 2025. “Sintesis Dan Karakterisasi CuO Sebagai Fotokatalis Untuk Degradasi Methylene Blue Dan Methyl Orange.” 5(2).
- Tang, Qi et al. 2020. “Facile Light-Assisted Preparation of Reusable Magnetic Fe 3 O 4 @ SiO 2 @ Chitosan Composite for Adsorption of Dyes.” *Ferroelectrics* 562(1): 28–38. <https://doi.org/10.1080/00150193.2020.1760581>.
- Tanhaei, Bahareh, Ali Ayati, Evgenia Iakovleva, and Mika Sillanpää. 2020. “Efficient Carbon Interlayered Magnetic Chitosan Adsorbent for Anionic Dye Removal: Synthesis, Characterization and Adsorption Study.” *International Journal of Biological Macromolecules* 164: 3621–31. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.08.207>.
- Thommes, Matthias et al. 2015. “Physisorption of Gases , with Special Reference to the Evaluation of Surface Area and Pore Size Distribution ( IUPAC

- Technical Report ).” 87: 1051–69.
- Turkestani, Mohammed K Al. 2025. “Enhanced Magnetic and Dielectric Performance in  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{Li}_0.5\text{Cr}_0.5\text{Fe}_2\text{O}_4$  Core/Shell Nanoparticles.”
- Ulfah, Baiq Maulinda et al. 2023. “Analisis Perkembangan Penelitian Kitosan Menggunakan Metode Bibliometrik.” 5: 36–44.
- Utami, Cici Noris, and Gito Hadiprayitno. 2024. “Pengaruh Media Pembelajaran Berbasis Android Terhadap Pemahaman Konsep Siswa.” 6(2).
- Vui, Chong Kah et al. 2025. “Silica Extraction from Rice Husk: A Review on the Effect of Combustion Temperature.” *Archives of Metallurgy and Materials* 70: 1473–78.  
<https://journals.pan.pl/dlibra/publication/155496/edition/136856/content>.
- Wang, Jianlong, and Guo, Xuan. 2020. “Adsorption Isotherm Models: Classification, Physical Meaning, Application and Solving Method.” *Chemosphere* 258: 127279.  
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127279>.
- Wang, Jianlong and Guo, Xuan. 2020. “Adsorption Kinetic Models : Physical Meanings , Applications , and Solving Methods.” *Journal of Hazardous Materials* 390(January): 122156.  
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122156>.
- Wang, Kai et al. 2025. “RSC Advances Synthesis of Quaternized Magnetic Chitosan and Adsorption Performance for Methyl Orange from Aqueous Solution.” : 21121–32.
- Wang, Shifan et al. 2022. “Xanthate-Modified Magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ -Based Polyvinyl Alcohol/Chitosan Composite Material for Efficient Removal of Heavy Metal Ions from Water.”
- Waqas, Muhammad et al. 2023. “Chitosan Grafted Polyacrylic Acid Doped  $\text{MnO}_2$  Nanocomposite an Efficient Dye Degradar and Antimicrobial Agen.” *International Journal of Biological Macromolecules* 251(August): 126343.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126343>.
- Wilczynska, Aleksandra et al. 2025. “Chitosan-Coated  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Nanoparticles for Magnetic Hyperthermia Aleksandra.”
- Wu, Lijuan et al. 2021. “Study on the Adsorption Properties of Methyl Orange by

- Natural One - Dimensional Nano - Mineral Materials with Different Structures.” *Scientific Reports*: 1–11. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-90235-1>.
- Wulandari, Oktavia Rahmi et al. 2024. “Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ) Menggunakan Metode Kopresipitasi.” 6573: 21–25.
- Yagmur, Hatice karaer, and Ismet Kaya. 2021. “Synthesis and Characterization of Magnetic  $\text{ZnCl}_2$  -Activated Carbon Produced from Coconut Shell for the Adsorption of Methylene Blue.” 1232.
- Yousef, Roghayeh, and Hazim Qiblawey. 2020. “Adsorption as a Process for Produced Water Treatment : A Review.” : 1–22.
- Yousuf, Abu et al. 2026. “Integrative In-Silico Characterization of Methyl Orange and Its Degradants Using Physiochemical, Spectral, Docking and ADMET Evaluation.”
- Yu, Lina, Jie Bi, Yu Song, and Mingqing Wang. 2022. “Isotherm , Thermodynamics , and Kinetics of Methyl Orange Adsorption onto Magnetic Resin of Chitosan Microspheres.”
- Yuliasara, Fransiska, Mery Nova Sari, and Meyliana N Choriah. 2019. “Pembuatan Kitin Dan Kitosan Dari Kulit Udang Vaname.” *Prosiding Seminakel*, 102–107: 102–7. <https://prosidingseminakel.hangtuah.ac.id/index.php/jurnal/article/view/64>.
- Zainullah, Muhammad et al. 2025. “Synthesis and Characterization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  /  $\text{SiO}_2$  / AC Nanocomposite as a Heavy Metal Adsorbent.” 01010: 1–10.
- Zhang, Lixun et al. 2019. “Highly Efficient and Selective Capture of Heavy Metals by Poly ( Acrylic Acid ) Grafted Chitosan and Biochar Composite for Wastewater Treatment.” *Chemical Engineering Journal* 378(June): 122215. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122215>.
- Zhu, Linhui, Yu Liu, L Yangwenyi, and Yaoji Tang. 2022. “Synthesis of Chitosan Graft Poly (Acrylic Acid-Co-2-Acrylamide-2-Methylpropanesulfonic Acid)/Graphite Oxide Composite Hydrogel and the Study of Its Adsorption.” 30: 1–14.
- Zhuang, Yan-jun, Jian-ping Qu, and Yan-biao Kang. 2020. “Deprotonated Salicylaldehyde as Visible Light Photocatalyst.”

**LAMPIRAN 1**

**PERHITUNGAN KEBUTUHAN BAHAN DAN LARUTAN**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

### A.1 Grafting Kitosan dengan Poly(Acrylic Acid) (CS-gPAA)

|                  |                            |
|------------------|----------------------------|
| Rasio            | = Kitosan : Asam akrilat   |
|                  | = 1 : 4                    |
| Kitosan          | = 0,5 gram                 |
| Asam akrilat     | = $\frac{4}{1} \times 0,5$ |
|                  | = 2 ml                     |
| Kalium persulfat | = 0,1 gram                 |

#### Larutan Methylene Bisacrylamide

|                         |                             |
|-------------------------|-----------------------------|
| Rasio                   | = MBA : Akuades             |
|                         | = 1 : 50                    |
| Methylene Bisacrylamide | = 0,1 gram                  |
| Akuades                 | = $\frac{50}{1} \times 0,1$ |
|                         | = 5 ml                      |

### A.2 Reaksi Schiff-base Kitosan-Grafting PAA dengan Salisilaldehida (CS-gPAA-SA)

#### Pembuatan Larutan Asam Asetat

2%

|                                                         |                                               |
|---------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| Konsentrasi asam asetat (yang dibutuhkan)               | = 2%                                          |
| Volume asam asetat (yang dibutuhkan)                    | = 3500 ml                                     |
| Volume asam asetat (yang diambil dari konsentrasi 100%) | = $\%_{(1)} \times V_1 = \%_{(2)} \times V_2$ |
|                                                         | = $100\% \times V_1 = 2\% \times 3500$        |
|                                                         | = 70 ml                                       |

#### Kebutuhan Salisilaldehida (0,4)

|                        |                                                    |
|------------------------|----------------------------------------------------|
| Mol -NH <sub>2</sub>   | = 5,46 mmol                                        |
| Rasio                  | = -CHO : -NH <sub>2</sub>                          |
|                        | = 4 : 10                                           |
| Mol -CHO               | = $\frac{4}{10} \times 5,46 \text{ mmol}$          |
|                        | = 2,184 mmol                                       |
| Mr salisilaldehida     | = 122,12 g/mol                                     |
| Massa salisilaldehida  | = mol x Mr                                         |
|                        | = $\frac{2,184}{1000} \times 122,12 \text{ g/mol}$ |
|                        | = 0,2667 g                                         |
| $\rho$ salisilaldehida | = 1,167 g/ml                                       |

$$\begin{aligned}
 \text{Volume salisilaldehida} &= \frac{m}{\rho} \\
 &= \frac{0,2667 \text{ g}}{1,167 \text{ g/ml}} \\
 &= 0,22285 \text{ ml (untuk 1 gram CS-gPAA)} \\
 &= 7,999 \sim 8 \text{ ml (untuk 35 gram CS-gPAA)}
 \end{aligned}$$

#### **Kebutuhan Etanol**

$$\begin{aligned}
 \text{Rasio} &= \text{Salisilaldehida : etanol} \\
 &= 1 : 15 \\
 \text{Volume etanol} &= \frac{15}{1} \times 8 \\
 &= 120 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

### **A.4 Ekstraksi Nanopartikel Silika dan Sekam Padi**

#### **Kebutuhan Larutan NaOH 4N**

$$\begin{aligned}
 \text{Volume NaOH (yang dibutuhkan)} &= 1000 \text{ ml} \\
 \text{Kebutuhan massa NaOH} &= \frac{V \times Mr \times N}{1000} \\
 &= \frac{1000 \times 40 \times 4}{1000} \\
 &= 160 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

#### **Kebutuhan Larutan HCl 4N**

$$\begin{aligned}
 \text{Volume HCl (yang dibutuhkan)} &= 500 \text{ ml} \\
 \text{Konsentrasi HCl 4N (dalam persen)} &= \frac{N \times Mr /_{ekivalen}}{1000 \times Bj} \\
 &= \left( \frac{N \times Mr /_{ekivalen}}{1000 \times Bj} \right) \times 100\% \\
 &= \left( \frac{4N \times 36,5 /_1}{1000 \times 1,19} \right) \times 100\% \\
 &= 12,27\% \\
 \text{Volume HCl (yang diambil dari konsentrasi 37\%)} &= 37\% \times V_1 = 12,27\% \times 500 \\
 &= 166 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

### A.5 Pelapisan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA

#### Pembuatan Larutan Asam Asetat 2%

Konsentrasi asam asetat (yang dibutuhkan) = 2%

Volume asam asetat (yang dibutuhkan) = 1000 ml

Volume asam asetat (yang diambil dari konsentrasi 100%) = %<sub>(1)</sub> x V<sub>1</sub> = %<sub>(2)</sub> x V<sub>2</sub>

$$= 100\% \times V_1 = 2\% \times 1000$$

$$= 20 \text{ ml}$$

### A.6 pHpzc

#### Pembuatan Larutan NaCl

Konsentrasi asam asetat (yang dibutuhkan) = 0,1 N

Volume asam NaCl (yang dibutuhkan) = 1000 ml

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCL (yang dibutuhkan)} &= \frac{N \times Mr \times V}{1000} \\ &= \frac{0,1 \times 58,5 \times 1000}{1000} \\ &= 5,85 \text{ gram} \end{aligned}$$

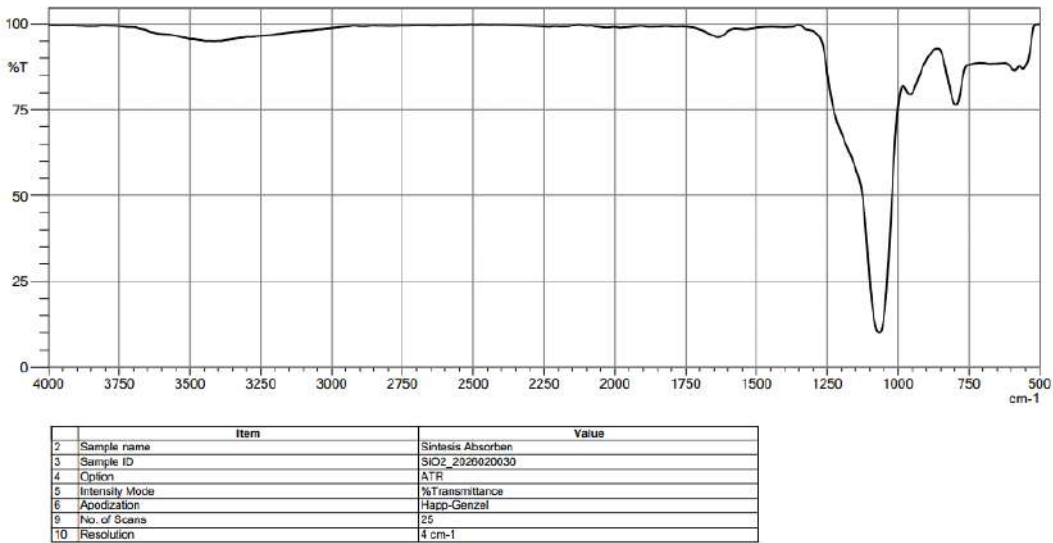
*Halaman ini sengaja dikosongkan*

**LAMPIRAN 2**  
**HASIL UJI KARAKTERISASI**

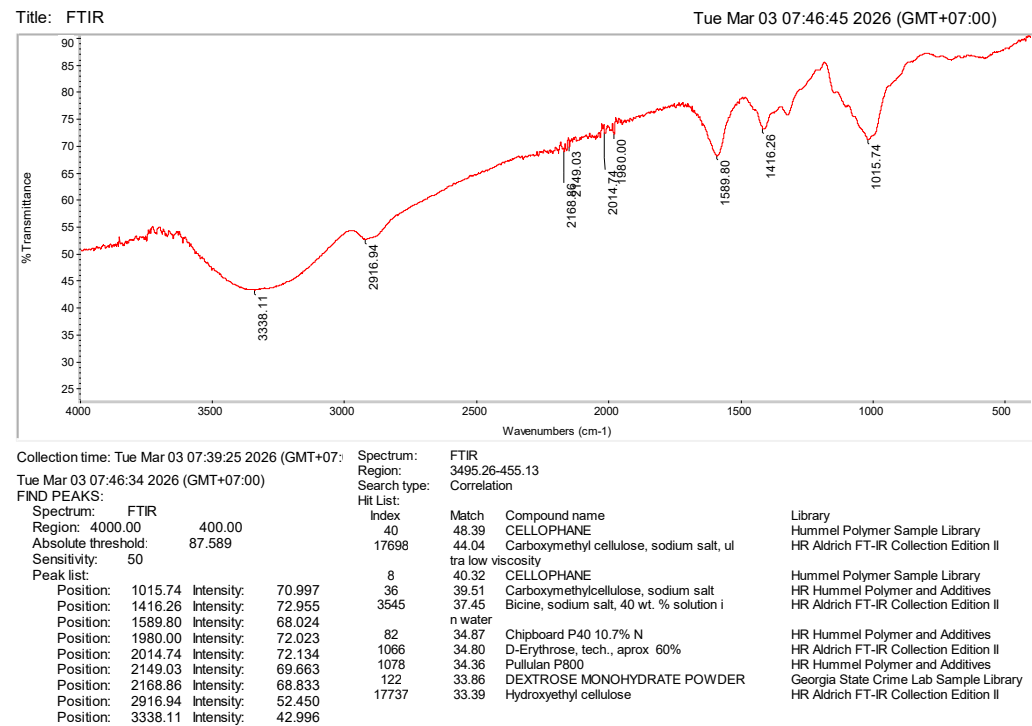
*Halaman ini sengaja dikosongkan*

B.1 Uji Karakterisasi FTIR

B.1.1 Silika



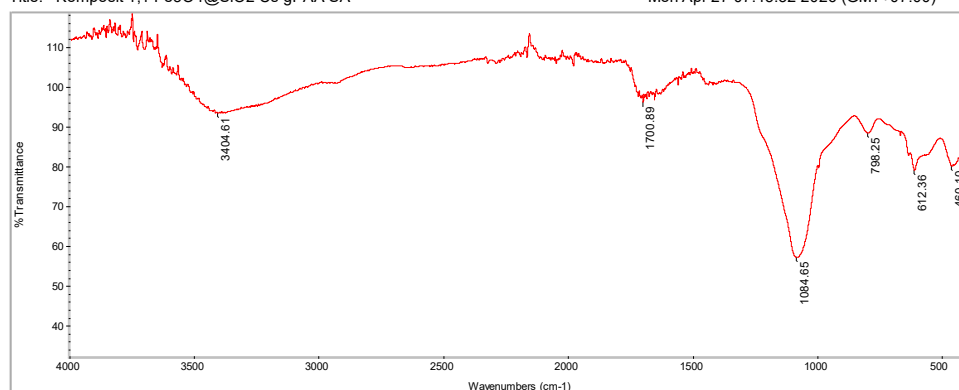
B.1.2 Kitosan



### B.1.3 Adsorben (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA)

Title: Komposit 1;1 Fe3O4@SiO2 Cs gPAA SA

Mon Apr 27 07:45:32 2026 (GMT+07:00)

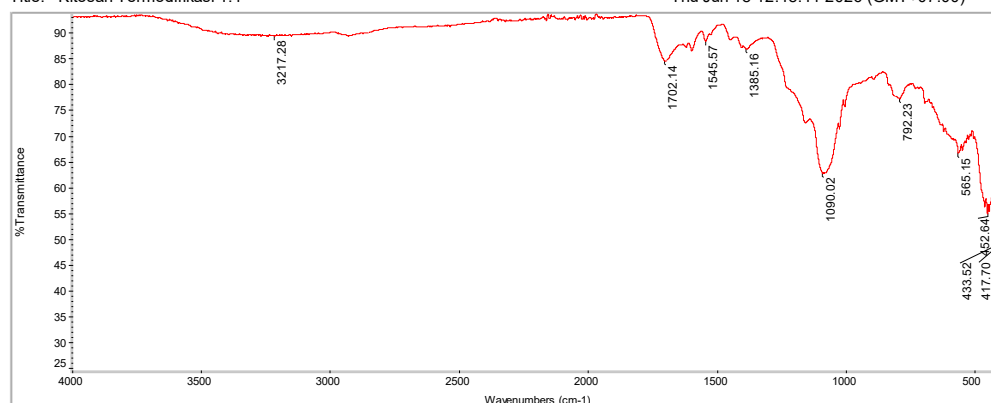


|                                                       |                   |                                              |       |                        |                                           |
|-------------------------------------------------------|-------------------|----------------------------------------------|-------|------------------------|-------------------------------------------|
| Collection time: Mon Apr 27 07:44:33 2026 (GMT+07:00) |                   | Spectrum: Komposit 1;1 Fe3O4@SiO2 Cs gPAA SA |       | Region: 3495.26-455.13 |                                           |
| Mon Apr 27 07:45:20 2026 (GMT+07:00)                  |                   | Search type: Correlation                     |       |                        |                                           |
| FIND PEAKS:                                           |                   | Hit List:                                    |       | Library                |                                           |
| Spectrum: Komposit 1;1 Fe3O4@SiO2 Cs gPAA SA          |                   | Index                                        |       | Match                  |                                           |
| Region: 4000.00 400.00                                |                   | 17742                                        |       | 52.96                  |                                           |
| Absolute threshold: 101.956                           |                   | 1761                                         |       | 52.01                  |                                           |
| Sensitivity: 50                                       |                   | 793                                          |       | 51.45                  |                                           |
| Peak list:                                            |                   | 780                                          |       | 50.12                  |                                           |
| Position: 460.10                                      | Intensity: 79.627 | 17199                                        | 50.01 | 50.01                  | Boron trifluoride dihydrate, 96%          |
| Position: 612.36                                      | Intensity: 78.838 | 17736                                        | 49.82 | 49.82                  | Hydroxybutyl methyl cellulose             |
| Position: 798.25                                      | Intensity: 88.141 | 18300                                        | 48.22 | 48.22                  | Magnesium sulfate heptahydrate, 98+% , A. |
| Position: 1084.65                                     | Intensity: 56.856 |                                              |       |                        | C.S. reagent                              |
| Position: 1700.89                                     | Intensity: 95.872 | 40                                           | 47.89 | 47.89                  | CELLOPHANE                                |
| Position: 3404.61                                     | Intensity: 93.182 | 498                                          | 47.17 | 47.17                  | Magnesium sulfate .7H2O                   |
|                                                       |                   | 17739                                        | 44.16 | 44.16                  | Hydroxypropyl cellulose                   |
|                                                       |                   |                                              |       |                        | Hummel Polymer Sample Library             |
|                                                       |                   |                                              |       |                        | HR Nicolet Sampler Library                |
|                                                       |                   |                                              |       |                        | HR Aldrich FT-IR Collection Edition II    |

### B.1.4 Adsorben (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA-MO)

Title: Kitosan Termofiksasi 1:4

Thu Jun 18 12:48:41 2026 (GMT+07:00)



|                                                       |                   |                                    |       |                        |                                        |
|-------------------------------------------------------|-------------------|------------------------------------|-------|------------------------|----------------------------------------|
| Collection time: Thu Jun 11 15:16:27 2026 (GMT+07:00) |                   | Spectrum: Kitosan Termofiksasi 1:4 |       | Region: 3495.26-455.13 |                                        |
| Thu Jun 18 12:48:08 2026 (GMT+07:00)                  |                   | Search type: Correlation           |       |                        |                                        |
| FIND PEAKS:                                           |                   | Hit List:                          |       | Library                |                                        |
| Spectrum: Kitosan Termofiksasi 1:4                    |                   | Index                              |       | Match                  |                                        |
| Region: 4000.00 400.00                                |                   | 18453                              |       | 38.44                  |                                        |
| Absolute threshold: 92.127                            |                   | 755                                |       | 37.55                  |                                        |
| Sensitivity: 50                                       |                   | 505                                |       | 35.00                  |                                        |
| Peak list:                                            |                   | 487                                |       | 33.37                  |                                        |
| Position: 410.90                                      | Intensity: 51.990 | 548                                | 31.31 | 31.31                  | Methyl polysilicate                    |
| Position: 417.70                                      | Intensity: 54.681 | 5                                  | 30.39 | 30.39                  | 2,3-DIBROMOPROPANOL, 96%               |
| Position: 433.52                                      | Intensity: 53.973 | 40                                 | 30.29 | 30.29                  | CELLOPHANE                             |
| Position: 452.64                                      | Intensity: 54.679 | 793                                | 29.74 | 29.74                  | Palaeontherium Curtum                  |
| Position: 565.15                                      | Intensity: 66.448 | 13                                 | 29.64 | 29.64                  | 1,3-BUTANEDIOL                         |
| Position: 792.23                                      | Intensity: 77.071 | 17742                              | 29.52 | 29.52                  | Hydroxypropyl methyl cellulose         |
| Position: 1090.02                                     | Intensity: 62.579 |                                    |       |                        |                                        |
| Position: 1385.16                                     | Intensity: 86.678 |                                    |       |                        |                                        |
| Position: 1545.57                                     | Intensity: 88.206 |                                    |       |                        |                                        |
| Position: 1702.14                                     | Intensity: 84.359 |                                    |       |                        |                                        |
| Position: 3217.28                                     | Intensity: 89.223 |                                    |       |                        |                                        |
|                                                       |                   |                                    |       |                        | Hummel Polymer and Additives           |
|                                                       |                   |                                    |       |                        | Aldrich Vapor Phase Sample Library     |
|                                                       |                   |                                    |       |                        | Hummel Polymer Sample Library          |
|                                                       |                   |                                    |       |                        | HR Aldrich FT-IR Collection Edition II |

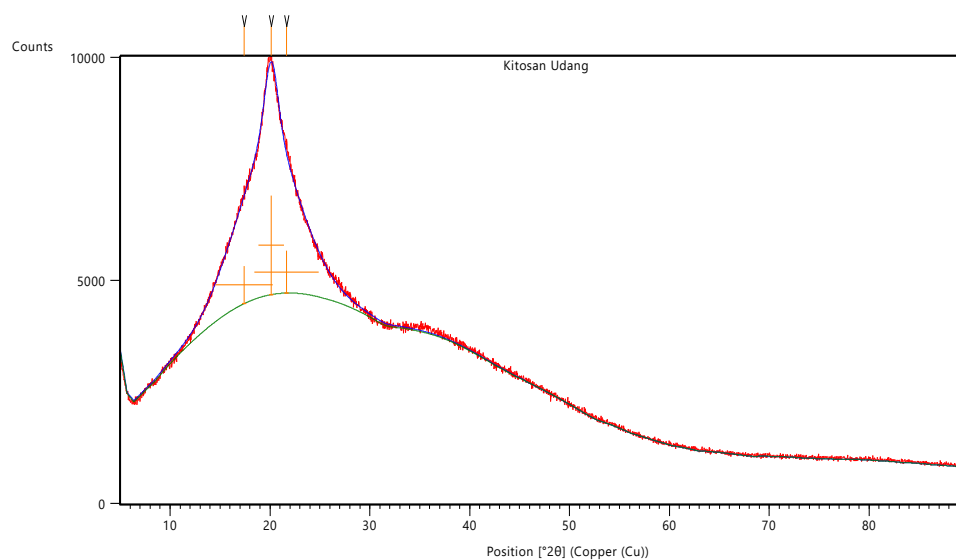
## B.2 Uji Karakterisasi XRD

### B.2.1 Kitosan

#### Anchor Scan Parameters

|                                                |                                                                   |
|------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|
| Dataset Name                                   | Kitosan Udang                                                     |
| File name                                      | D:\Eksternal\2026\No. Order 080\Kitosan Udang\Kitosan Udang.xrdml |
| Sample Identification                          | Kitosan Udang                                                     |
| Measurement Start Date/Time                    | 14/04/2026 13:19:57                                               |
| Operator                                       | Instrument                                                        |
| Raw Data Origin                                | XRD measurement (*.XRDML)                                         |
| Scan Axis                                      | Gonio                                                             |
| Start Position [ $^{\circ}2\theta$ ]           | 5,0109                                                            |
| End Position [ $^{\circ}2\theta$ ]             | 89,9749                                                           |
| Step Size [ $^{\circ}2\theta$ ]                | 0,0220                                                            |
| Scan Step Time [s]                             | 29,0700                                                           |
| Scan Type                                      | Continuous                                                        |
| PSD Mode                                       | Scanning                                                          |
| PSD Length [ $^{\circ}2\theta$ ]               | 5,54                                                              |
| Offset [ $^{\circ}2\theta$ ]                   | 0,0000                                                            |
| Divergence Slit Type                           | Fixed                                                             |
| Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]            | 0,4584                                                            |
| Specimen Length [mm]                           | 10,00                                                             |
| Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ] | 25,00                                                             |
| Anode Material                                 | Cu                                                                |
| Intended Wavelength Type                       | K- $\alpha$ 1                                                     |
| K- $\alpha$ 1 [ $\text{\AA}$ ]                 | 1,54060                                                           |
| K- $\alpha$ 2 [ $\text{\AA}$ ]                 | 1,54443                                                           |
| K- $\beta$ 1 [ $\text{\AA}$ ]                  | 1,39225                                                           |
| K- $\beta$ 2 [ $\text{\AA}$ ]                  | 1,38113                                                           |
| K- $\beta$ 3 [ $\text{\AA}$ ]                  | 1,39261                                                           |
| K-A2 / K-A1 Ratio                              | 0,50000                                                           |
| K-Alpha2 Line Shift                            | 0,00000                                                           |
| K Absorption Edge                              | 1,37868                                                           |
| Generator Settings                             | 15 mA, 40 kV                                                      |
| Diffractionmeter Type                          | 100030676                                                         |
| Diffractionmeter Number                        | 0                                                                 |
| Goniometer Radius [mm]                         | 145,00                                                            |
| Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]                  | 95,00                                                             |
| Incident Beam Monochromator                    | No                                                                |
| Spinning                                       | Yes                                                               |

## Graphics



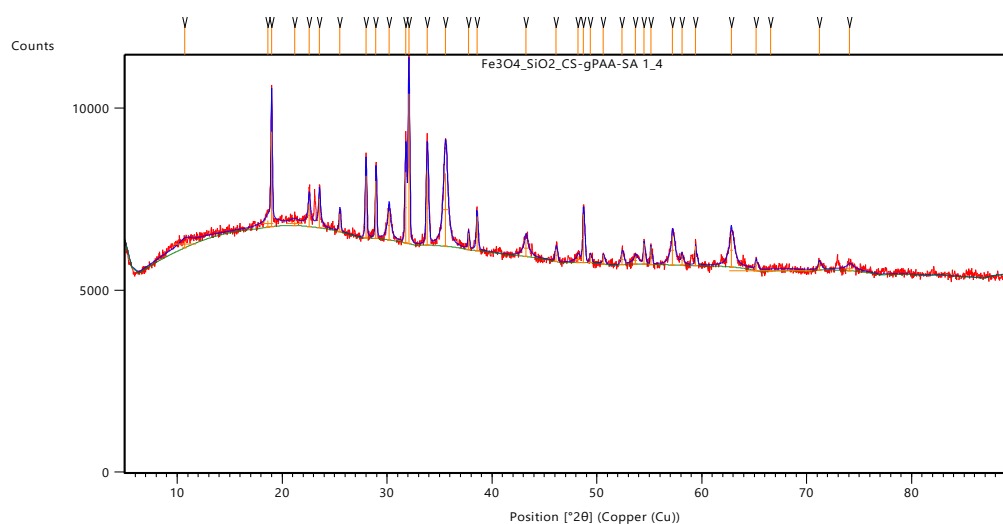
### Peak List

| Pos. [°2θ] | Height [cts] | FWHM Left [°2θ] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|------------|--------------|-----------------|---------------|---------------|
| 17,4383    | 835,57       | 5,7197          | 5,08142       | 37,68         |
| 20,1285    | 2217,45      | 2,5472          | 4,40795       | 100,00        |
| 21,6790    | 955,14       | 6,4055          | 4,09606       | 43,07         |

## B.2.2 Adsorben (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA)

### Anchor Scan Parameters

|                               |                                                                                           |
|-------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|
| Dataset Name                  | Fe3O4_SiO2_CS-gPAA-SA 1_4                                                                 |
| File name                     | D:\Eksternal\2026\No. Order 102\Fe3O4@SiO2@CS-gPAA-SA 1-4\Fe3O4_SiO2_CS-gPAA-SA 1_4.xrdml |
| Sample Identification         | Fe3O4@SiO2@CS-gPAA-SA 1:4                                                                 |
| Measurement Start Date/Time   | 24/04/2026 14:25:37                                                                       |
| Operator                      | Instrument                                                                                |
| Raw Data Origin               | XRD measurement (*.XRDML)                                                                 |
| Scan Axis                     | Gonio                                                                                     |
| Start Position [°2θ]          | 5,0109                                                                                    |
| End Position [°2θ]            | 89,9749                                                                                   |
| Step Size [°2θ]               | 0,0220                                                                                    |
| Scan Step Time [s]            | 29,0700                                                                                   |
| Scan Type                     | Continuous                                                                                |
| PSD Mode                      | Scanning                                                                                  |
| PSD Length [°2θ]              | 5,54                                                                                      |
| Offset [°2θ]                  | 0,0000                                                                                    |
| Divergence Slit Type          | Fixed                                                                                     |
| Divergence Slit Size [°]      | 0,4584                                                                                    |
| Specimen Length [mm]          | 10,00                                                                                     |
| Measurement Temperature [°C]  | 25,00                                                                                     |
| Anode Material                | Cu                                                                                        |
| Intended Wavelength Type      | K-α1                                                                                      |
| K-α1 [Å]                      | 1,54060                                                                                   |
| K-α2 [Å]                      | 1,54443                                                                                   |
| K-β1 [Å]                      | 1,39225                                                                                   |
| K-β2 [Å]                      | 1,38113                                                                                   |
| K-β3 [Å]                      | 1,39261                                                                                   |
| K-A2 / K-A1 Ratio             | 0,50000                                                                                   |
| K-Alpha2 Line Shift           | 0,00000                                                                                   |
| K Absorption Edge             | 1,37868                                                                                   |
| Generator Settings            | 15 mA, 40 kV                                                                              |
| Diffractometer Type           | 100030676                                                                                 |
| Diffractometer Number         | 0                                                                                         |
| Goniometer Radius [mm]        | 145,00                                                                                    |
| Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] | 95,00                                                                                     |
| Incident Beam Monochromator   | No                                                                                        |
| Spinning                      | Yes                                                                                       |



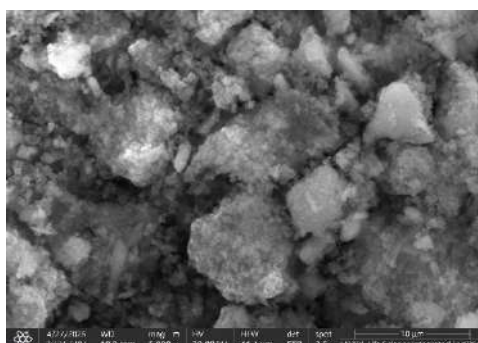
**Peak List**

| Pos. [°2θ] | Height [cts] | FWHM Left [°2θ] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|------------|--------------|-----------------|---------------|---------------|
| 10,7406    | 178,91       | 2,1521          | 8,23035       | 4,34          |
| 18,6497    | 184,70       | 1,0077          | 4,75400       | 4,48          |
| 18,9896    | 2606,31      | 0,1354          | 4,66966       | 63,17         |
| 21,1894    | 109,46       | 1,4890          | 4,18959       | 2,65          |
| 22,5772    | 626,80       | 0,2154          | 3,93509       | 15,19         |
| 23,5534    | 791,60       | 0,1717          | 3,77416       | 19,19         |
| 25,4953    | 490,75       | 0,1594          | 3,49093       | 11,90         |
| 27,9802    | 1701,58      | 0,1510          | 3,18629       | 41,24         |
| 28,9429    | 1583,02      | 0,1362          | 3,08246       | 38,37         |
| 30,1869    | 783,60       | 0,2341          | 2,95820       | 18,99         |
| 31,7820    | 1951,44      | 0,2034          | 2,81328       | 47,30         |
| 32,0716    | 4125,65      | 0,1406          | 2,78854       | 100,00        |
| 33,8286    | 2039,32      | 0,2403          | 2,64761       | 49,43         |
| 35,5605    | 2014,88      | 0,4771          | 2,52253       | 48,84         |
| 37,7559    | 454,59       | 0,1217          | 2,38075       | 11,02         |
| 38,5630    | 948,00       | 0,1404          | 2,33276       | 22,98         |
| 43,2296    | 452,12       | 0,4100          | 2,09113       | 10,96         |
| 46,1140    | 338,54       | 0,2405          | 1,96682       | 8,21          |
| 48,2038    | 172,89       | 0,3611          | 1,88632       | 4,19          |
| 48,7257    | 1321,40      | 0,1650          | 1,86733       | 32,03         |
| 49,3949    | 217,53       | 0,1404          | 1,84359       | 5,27          |

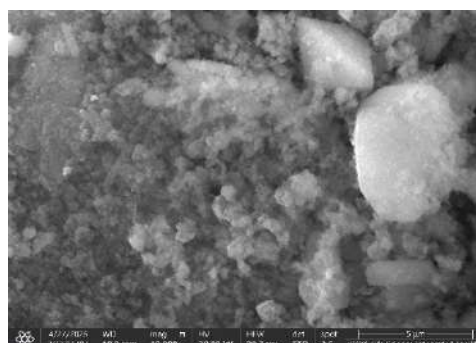
|         |        |        |         |       |
|---------|--------|--------|---------|-------|
| 50,6240 | 252,94 | 0,1473 | 1,80167 | 6,13  |
| 52,4153 | 302,78 | 0,2602 | 1,74423 | 7,34  |
| 53,6855 | 212,01 | 0,3199 | 1,70592 | 5,14  |
| 54,4930 | 565,27 | 0,1517 | 1,68254 | 13,70 |
| 55,1516 | 490,08 | 0,1240 | 1,66400 | 11,88 |
| 57,2145 | 801,13 | 0,2728 | 1,60880 | 19,42 |
| 58,1076 | 270,28 | 0,1121 | 1,58618 | 6,55  |
| 59,4087 | 540,86 | 0,1362 | 1,55451 | 13,11 |
| 62,8119 | 906,77 | 0,3117 | 1,47822 | 21,98 |
| 65,1855 | 257,52 | 0,1651 | 1,43002 | 6,24  |
| 66,5359 | 40,07  | 7,8446 | 1,40423 | 0,97  |
| 71,1995 | 222,22 | 0,2014 | 1,32327 | 5,39  |
| 74,0893 | 130,31 | 0,7317 | 1,27864 | 3,16  |

### B.3 Uji Karakterisasi SEM-EDX

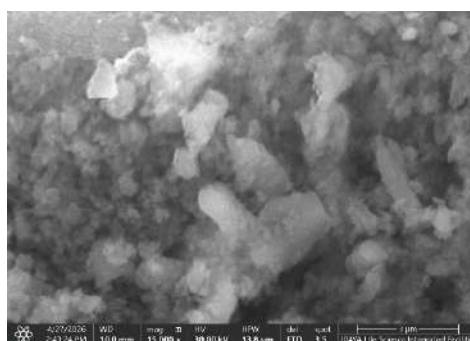
#### B.3.1 SEM Adsorben ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ )



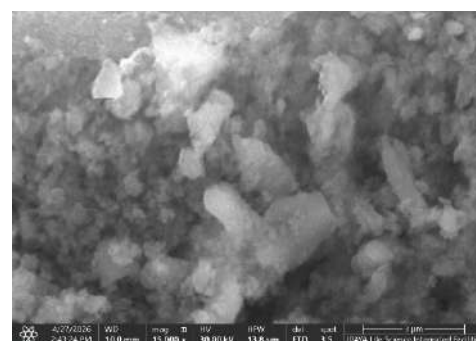
5.000x



10.000x

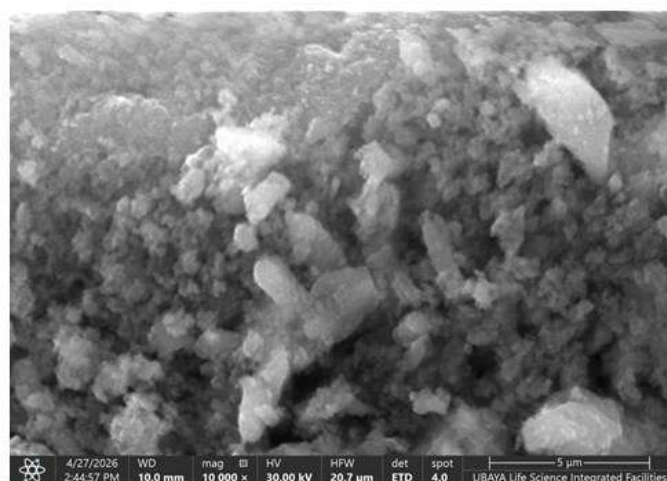


15.000x



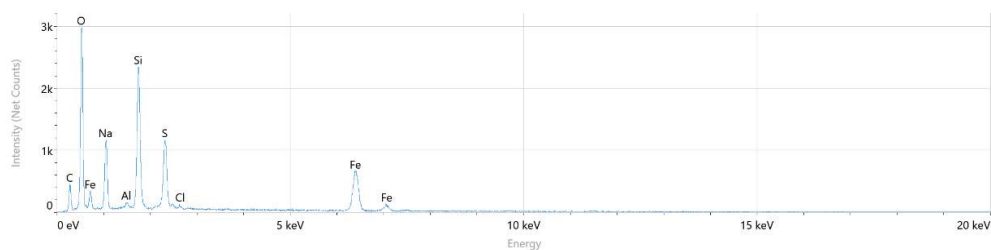
20.000x

### B.3.2 EDX Adsorben ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$ )



Total Number of Counts: 110 788  
 Acceleration Voltage: 30 kV  
 Total Acquisition Time: 13 seconds

| Element | Line | At. % | Wt. % | Net Counts | At. % Error | Wt. % Error |
|---------|------|-------|-------|------------|-------------|-------------|
| C       | K    | 29.6  | 20.9  | 2 017      | 0.8         | 0.5         |
| O       | K    | 53.8  | 50.5  | 16 272     | 0.5         | 0.5         |
| Na      | K    | 7.5   | 10.2  | 7 726      | 0.1         | 0.1         |
| Al      | K    | 0.2   | 0.3   | 529        | 0.0         | 0.0         |
| Si      | K    | 4.9   | 8.0   | 19 116     | 0.0         | 0.1         |
| S       | K    | 2.2   | 4.2   | 11 765     | 0.0         | 0.1         |
| Cl      | K    | 0.1   | 0.2   | 579        | 0.0         | 0.0         |
| Fe      | K    | 1.7   | 5.7   | 10 346     | 0.0         | 0.1         |

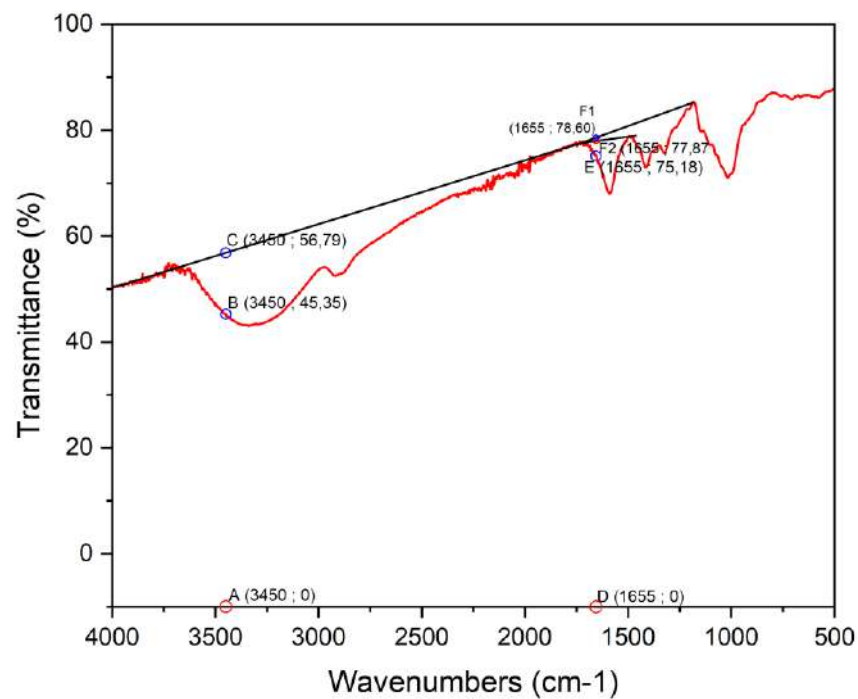


**LAMPIRAN 3**

**DATA DAN PERHITUNGAN HASIL KARAKTERISASI**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## C.1 Derajat Deasetilasi Kitosan



Diketahui :

$$AB = 45,35$$

$$AC = 56,79$$

$$DE = 75,18$$

$$DF_1 = 78,60 \text{ (baseline a)}$$

Perhitungan :

$$A_{3450} = \log_{10} \frac{AC}{AB}$$

$$A_{3450} = \log_{10} \frac{56,79}{45,35}$$

$$A_{3450} = 0,09769$$

**Baseline a**

$$A_{1650} = \log_{10} \frac{DF_1}{DE}$$

$$A_{1650} = \log_{10} \frac{78,60}{75,18}$$

$$A_{1650} = 0,019$$

$$\% \text{ derajat deasetilasi} = 100 - \left( \frac{A_{1650} \times 100}{A_{3450} \times 1,33} \right) \quad (\text{baseline a})$$

$$\% \text{ derajat deasetilasi} = 100 - \left( \frac{0,019 \times 100}{0,09769 \times 1,33} \right) \quad (\text{baseline a})$$

$$\% \text{ derajat deasetilasi} = 85,13\%$$

## C.2 Perhitungan Ukuran Kristal

### C.2.1 Kitosan (CS)

| Posisi (°2θ)     | Height  | FWHM | Ukuran Kristal (nm) |
|------------------|---------|------|---------------------|
| 17,44            | 835,57  | 5,72 | 1,41                |
| 20,13            | 2217,45 | 2,55 | 3,17                |
| 21,68            | 955,14  | 6,41 | 1,26                |
| <b>Rata-rata</b> |         |      | <b>1,95</b>         |

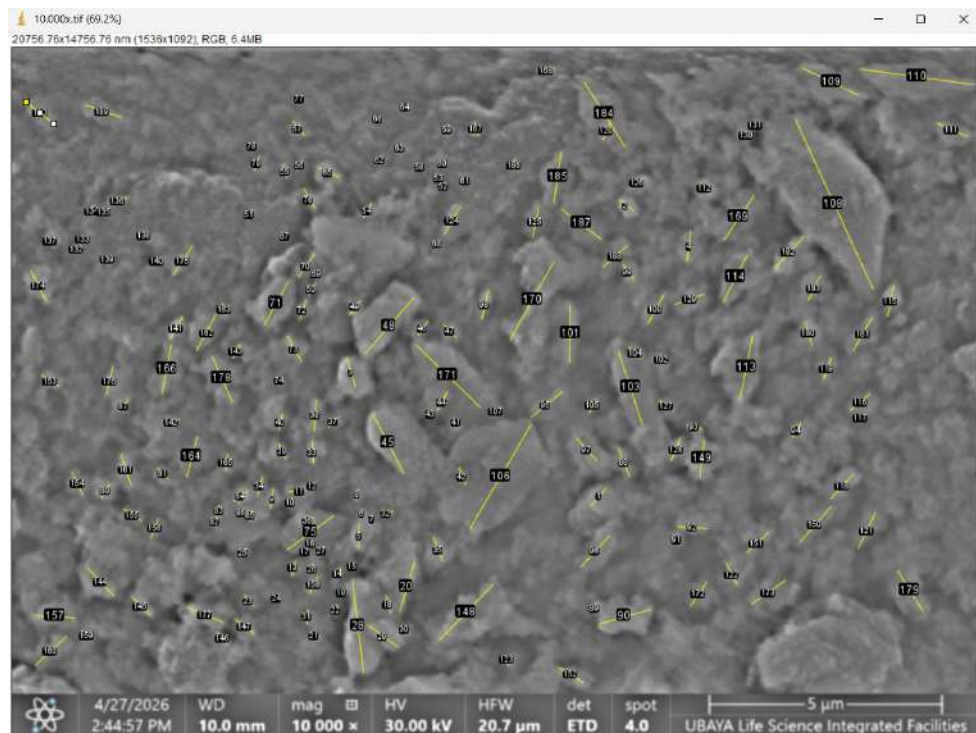
### C.2.2 Adsorben (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@CS-gPAA-SA)

| Posisi (°2θ) | Height  | FWHM  | Ukuran Kristal (nm) |
|--------------|---------|-------|---------------------|
| 10,74        | 178,91  | 3,71  | 3,71                |
| 18,65        | 184,70  | 7,99  | 7,99                |
| 18,99        | 2606,31 | 59,49 | 59,49               |
| 21,19        | 109,46  | 5,43  | 5,43                |
| 22,58        | 626,80  | 37,61 | 37,61               |
| 23,55        | 791,60  | 47,26 | 47,26               |
| 25,50        | 490,75  | 51,10 | 51,10               |
| 27,98        | 1701,58 | 54,22 | 54,22               |
| 28,94        | 1583,02 | 60,24 | 60,24               |
| 30,19        | 783,60  | 35,15 | 35,15               |
| 31,78        | 1951,44 | 40,61 | 40,61               |
| 32,07        | 4125,65 | 58,79 | 58,79               |
| 33,83        | 2039,32 | 34,55 | 34,55               |
| 35,56        | 2014,88 | 17,49 | 17,49               |
| 37,76        | 454,59  | 68,99 | 68,99               |
| 38,56        | 948,00  | 59,95 | 59,95               |
| 43,23        | 452,12  | 20,84 | 20,84               |
| 46,11        | 338,54  | 35,90 | 35,90               |
| 48,20        | 172,89  | 24,10 | 24,10               |
| 48,73        | 1321,40 | 52,85 | 52,85               |
| 49,39        | 217,53  | 62,28 | 62,28               |
| 50,62        | 252,94  | 59,66 | 59,66               |
| 52,42        | 302,78  | 34,03 | 34,03               |
| 53,69        | 212,01  | 27,83 | 27,83               |
| 54,49        | 565,27  | 58,90 | 58,90               |
| 55,15        | 490,08  | 72,28 | 72,28               |
| 57,21        | 801,13  | 33,17 | 33,17               |
| 58,11        | 270,28  | 81,07 | 81,07               |
| 59,41        | 540,86  | 67,15 | 67,15               |
| 62,81        | 906,77  | 29,86 | 29,86               |
| 65,19        | 257,52  | 57,11 | 57,11               |
| 66,54        | 40,07   | 1,21  | 1,21                |

| Posisi (°2θ) | Height | FWHM  | Ukuran Kristal (nm) |
|--------------|--------|-------|---------------------|
| 71,20        | 222,22 | 48,51 | 48,51               |
| 74,09        | 130,31 | 13,60 | 13,60               |
| Rata-Rata    |        |       | 41,85               |

### C.3 Hasil Pendekatan Perhitungan Ukuran Partikel

Perhitungan ukuran partikel adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$  berdasarkan hasil uji SEM-EDX dilakukan dengan software ImageJ, sehingga diperoleh data sebagai berikut.:

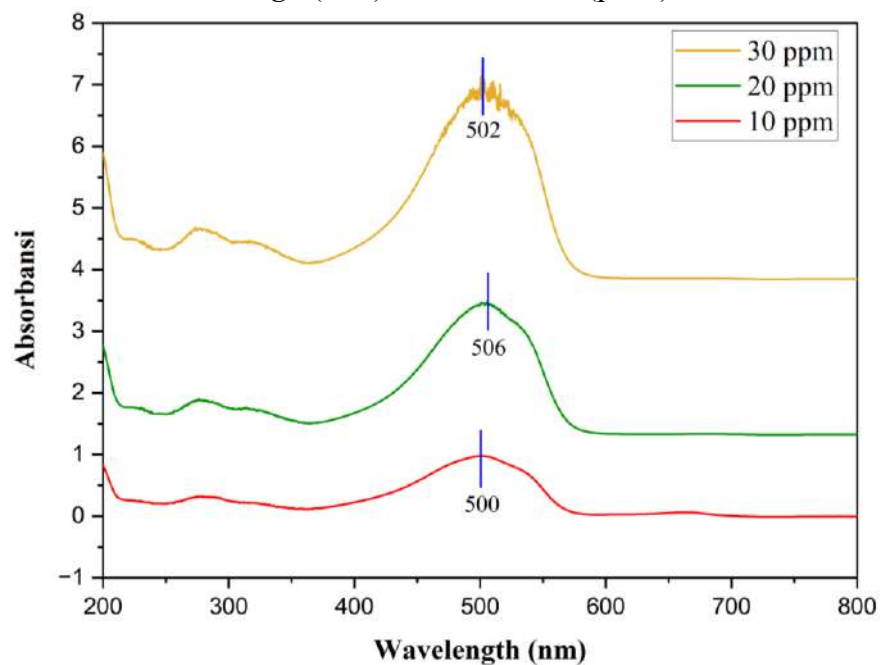


| Total Partikel | Rata-rata Ukuran Partikel | Standard Deviasi | Ukuran Terkecil (nm) | Ukuran Terbesar (nm) |
|----------------|---------------------------|------------------|----------------------|----------------------|
| 190            | 92,56                     | 10323,03         | 40,35                | 262,41               |

## C.4 Grafik Hasil Scan UV-Vis Panjang Gelombang Absorbansi

### C.4.1 Larutan *Methyl orange* (MO) Kondisi Asam (pH 3)

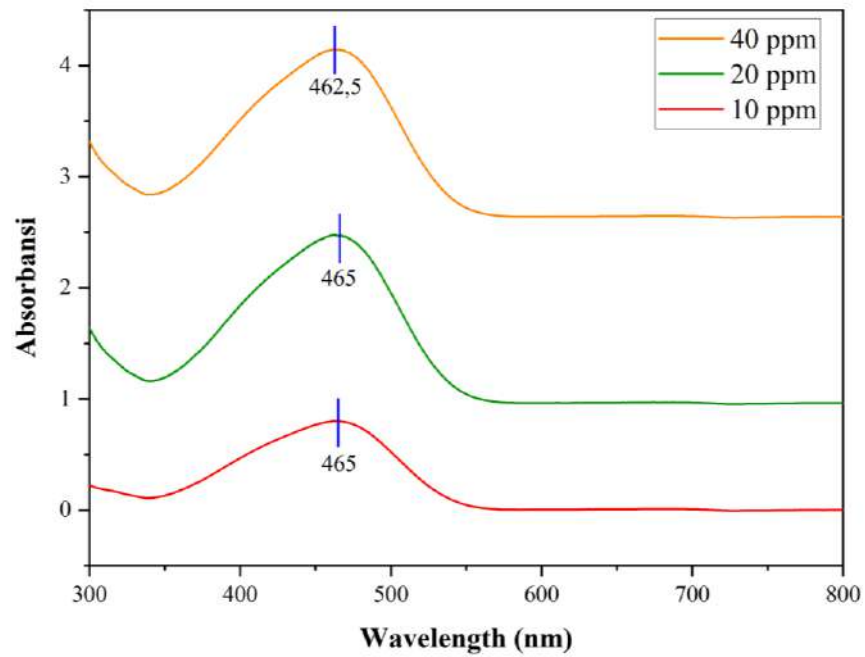
Grafik Hasil Scan UV-Vis Panjang Gelombang Absorbansi Larutan *Methyl orange* (MO) Kondisi Asam (pH 3)



| Konsentrasi Larutan              | Peak |
|----------------------------------|------|
| 10 ppm                           | 500  |
| 20 ppm                           | 506  |
| 30 ppm                           | 502  |
| Panjang gelombang yang digunakan | 505  |

#### C.4.1 Larutan *Methyl Orange* (MO) Kondisi Asam (pH 10)

Grafik Hasil Scan UV-Vis Panjang Gelombang Absorbansi Larutan *Methyl orange* (MO) Kondisi Asam (pH 10)

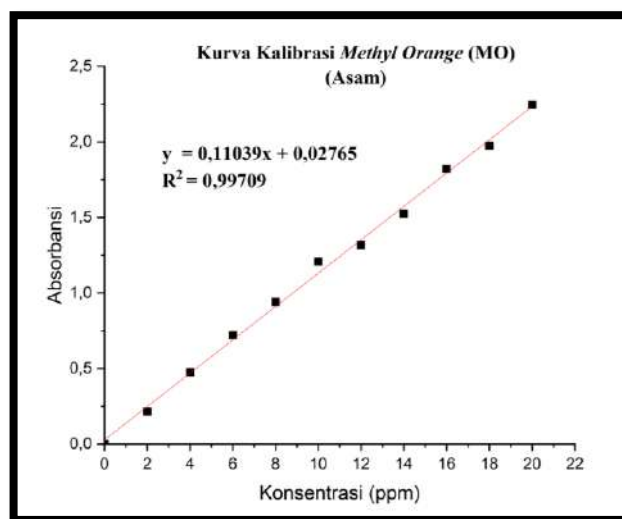


| Konsentrasi Larutan              | Peak  |
|----------------------------------|-------|
| 10 ppm                           | 465   |
| 20 ppm                           | 465   |
| 40 ppm                           | 462,5 |
| Panjang gelombang yang digunakan | 465   |

## C.5 Absorbansi Kurva Kalibrasi *Methyl Orange* (MO)

### C.5.1 *Methyl Orange* (MO) Kondisi Asam (pH 3)

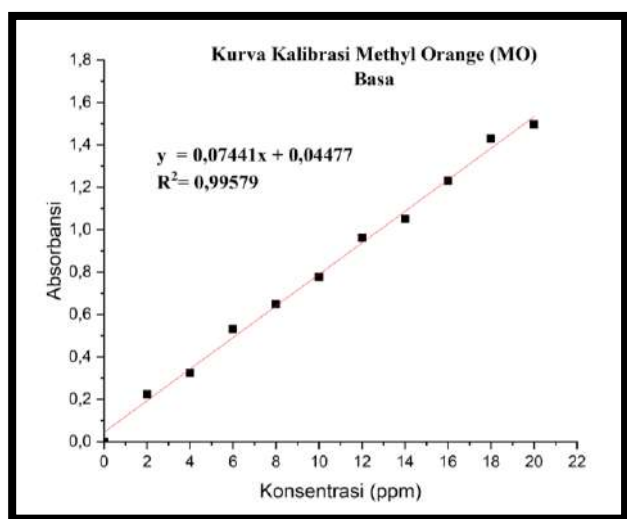
| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |        |        | Rata-rata Absorbansi |
|-------------------|------------|--------|--------|----------------------|
|                   | 1          | 2      | 3      |                      |
| 0                 | 0          | 0      | 0      | 0                    |
| 2                 | 0,216      | 0,2164 | 0,2158 | 0,2161               |
| 4                 | 0,4759     | 0,4762 | 0,4761 | 0,4761               |
| 6                 | 0,7205     | 0,7203 | 0,7205 | 0,7204               |
| 8                 | 0,9408     | 0,9402 | 0,9409 | 0,9406               |
| 10                | 1,2088     | 1,2085 | 1,2087 | 1,2087               |
| 12                | 1,3176     | 1,3186 | 1,3183 | 1,3182               |
| 14                | 1,5237     | 1,5241 | 1,5245 | 1,5241               |
| 16                | 1,8225     | 1,8227 | 1,8225 | 1,8226               |
| 18                | 1,974      | 1,975  | 1,9778 | 1,9756               |
| 20                | 2,2446     | 2,2449 | 2,2442 | 2,2446               |



### C.5.2 *Methyl orange* (MO) Kondisi Basa (pH 10)

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |        |        | Rata-rata Absorbansi |
|-------------------|------------|--------|--------|----------------------|
|                   | 1          | 2      | 3      |                      |
| 0                 | 0          | 0      | 0      | 0                    |
| 2                 | 0,2246     | 0,2241 | 0,2242 | 0,2243               |
| 4                 | 0,3252     | 0,3254 | 0,3253 | 0,3253               |
| 6                 | 0,5317     | 0,532  | 0,5317 | 0,5318               |
| 8                 | 0,6495     | 0,6491 | 0,6487 | 0,6491               |
| 10                | 0,7766     | 0,7771 | 0,7769 | 0,7769               |
| 12                | 0,9627     | 0,9628 | 0,9629 | 0,9628               |
| 14                | 1,0512     | 1,0516 | 1,0517 | 1,0515               |

| Konsentrasi<br>(ppm) | Absorbansi |        |        | Rata-rata<br>Absorbansi |
|----------------------|------------|--------|--------|-------------------------|
|                      | 1          | 2      | 3      |                         |
| 16                   | 1,2305     | 1,2305 | 1,2308 | 1,2306                  |
| 18                   | 1,4288     | 1,4293 | 1,4285 | 1,4289                  |
| 20                   | 1,4965     | 1,4968 | 1,4967 | 1,4967                  |



## C.6 Data Hasil Adsorpsi

| Variasi        | Kode Sampel | Variasi | Absorbansi | Rata - Rata | Konsentrasi Akhir (ppm) | Persentase Removal (%) | Kapasitas Adsorpsi (mg/g) |
|----------------|-------------|---------|------------|-------------|-------------------------|------------------------|---------------------------|
| Konsentrasi    | A1          | 20      | 0,1202     | 0,1205      | 8,4028                  | 57,99%                 | 386,57                    |
|                |             |         | 0,1205     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,1207     |             |                         |                        |                           |
|                | A2          | 40      | 0,1603     | 0,1605      | 12,0320                 | 69,92%                 | 932,27                    |
|                |             |         | 0,1605     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,1608     |             |                         |                        |                           |
|                | A3          | 60      | 0,1852     | 0,1853      | 14,2784                 | 76,20%                 | 1524,05                   |
|                |             |         | 0,1853     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,1855     |             |                         |                        |                           |
|                | A4          | 80      | 0,2201     | 0,2203      | 17,4487                 | 78,19%                 | 2085,04                   |
|                |             |         | 0,2204     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,2205     |             |                         |                        |                           |
|                | A5          | 100     | 0,2356     | 0,2358      | 18,8466                 | 81,15%                 | 2705,11                   |
|                |             |         | 0,2357     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,236      |             |                         |                        |                           |
|                | A6          | 120     | 0,2502     | 0,2504      | 20,1691                 | 83,19%                 | 3327,70                   |
|                |             |         | 0,2503     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,2506     |             |                         |                        |                           |
| Dosis Adsorben | B1          | 0.03    | 0,2141     | 0,2143      | 16,8992                 | 71,83%                 | 1436,69                   |
|                |             |         | 0,2142     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,2145     |             |                         |                        |                           |
|                | B2          | 0.05    | 0,207      | 0,2072      | 16,2591                 | 72,90%                 | 874,82                    |
|                |             |         | 0,2074     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,2072     |             |                         |                        |                           |
|                | B3          | 0.07    | 0,194      | 0,1942      | 15,0845                 | 74,86%                 | 641,65                    |
|                |             |         | 0,1942     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,1945     |             |                         |                        |                           |
|                | B4          | 0.09    | 0,1745     | 0,1745      | 13,3001                 | 77,83%                 | 518,89                    |
|                |             |         | 0,175      |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,1741     |             |                         |                        |                           |
|                | B5          | 0.12    | 0,1455     | 0,1454      | 10,6582                 | 82,24%                 | 411,18                    |
|                |             |         | 0,1454     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,1452     |             |                         |                        |                           |
| Waktu Kontak   | C1          | 5       | 0,3523     | 0,3521      | 29,3871                 | 51,02%                 | 1020,43                   |
|                |             |         | 0,3521     |             |                         |                        |                           |
|                |             |         | 0,352      |             |                         |                        |                           |
|                | C2          | 10      | 0,3361     | 0,3362      | 27,9438                 | 53,43%                 | 1068,54                   |

| Variasi | Kode Sampel | Variasi | Absorbansi | Rata - Rata | Konsentrasi Akhir (ppm) | Persentase Removal (%) | Kapasitas Adsorpsi (mg/g) |
|---------|-------------|---------|------------|-------------|-------------------------|------------------------|---------------------------|
|         |             |         | 0,3362     | 0,33625     |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,3363     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,3247     | 0,3248      | 26,9143                 | 55,14%                 | 1102,86                   |
|         |             |         | 0,3248     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,325      |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,3012     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,3011     | 0,3013      | 24,7796                 | 58,70%                 | 1174,01                   |
|         |             |         | 0,3015     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2394     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2392     | 0,2393      | 19,1667                 | 68,06%                 | 1361,11                   |
|         |             |         | 0,2393     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2181     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2183     | 0,2183      | 17,2645                 | 71,23%                 | 1424,52                   |
|         |             |         | 0,2185     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,1879     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,188      | 0,1880      | 14,5199                 | 75,80%                 | 1516,00                   |
|         |             |         | 0,1881     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,1758     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,1757     | 0,1757      | 13,4028                 | 77,66%                 | 1553,24                   |
|         |             |         | 0,1755     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2151     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2153     | 0,2153      | 16,9928                 | 71,68%                 | 1433,57                   |
|         |             |         | 0,2155     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2238     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2236     | 0,2238      | 17,7597                 | 70,40%                 | 1408,01                   |
|         |             |         | 0,2239     |             |                         |                        |                           |
| Suhu    | D1          | 25      | 0,3483     | 0,3485      | 29,0550                 | 51,58%                 | 1031,5                    |
|         |             |         | 0,3484     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,3487     |             |                         |                        |                           |
|         | D2          | 30      | 0,2394     | 0,2396      | 19,1938                 | 68,01%                 | 1360,21                   |
|         |             |         | 0,2399     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2395     |             |                         |                        |                           |
|         | D3          | 35      | 0,2776     | 0,2776      | 22,6359                 | 62,27%                 | 1245,47                   |
|         |             |         | 0,2777     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2775     |             |                         |                        |                           |
|         | D4          | 45      | 0,2841     | 0,2840      | 23,2156                 | 61,31%                 | 1226,1                    |
|         |             |         | 0,284      |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,2839     |             |                         |                        |                           |

| Variasi | Kode Sampel | Variasi | Absorbansi | Rata - Rata | Konsentrasi Akhir (ppm) | Persentase Removal (%) | Kapasitas Adsorpsi (mg/g) |
|---------|-------------|---------|------------|-------------|-------------------------|------------------------|---------------------------|
| pH      | E1          | 1       | 0,4651     | 0,4600      | 39,1576                 | 34,74%                 | 694,75                    |
|         |             |         | 0,4652     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,465      |             |                         |                        |                           |
|         | E2          | 3       | 0,3297     | 0,3297      | 27,3521                 | 54,41%                 | 1088,26                   |
|         |             |         | 0,3298     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,3295     |             |                         |                        |                           |
|         | E3          | 5       | 0,3414     | 0,3416      | 39,8880                 | 33,52%                 | 670,40                    |
|         |             |         | 0,3415     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,3418     |             |                         |                        |                           |
|         | E4          | 7       | 0,4645     | 0,4646      | 56,4292                 | 5,95%                  | 119,03                    |
|         |             |         | 0,4646     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,4648     |             |                         |                        |                           |
|         | E5          | 9       | 0,4752     | 0,4752      | 57,8495                 | 3,58%                  | 71,68                     |
|         |             |         | 0,4751     |             |                         |                        |                           |
|         |             |         | 0,4753     |             |                         |                        |                           |

Surabaya, 25 Juni 2026  
Mengetahui,  
Kepala Laboratorium Limbah

  
Vivin Setiani, S.T., M.Eng.  
NIP. 198909162015042002

## C.6 Data Isoterm dan Kinetika Adsorpsi

### C.6.1 Isoterm Adsorpsi

#### C.6.1.1 *Langmuir*

| C <sub>0</sub> (ppm) | C <sub>e</sub> (ppm) | q <sub>e</sub> (mg/g) | C <sub>e</sub> /q <sub>e</sub> (g/L) |
|----------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------------------|
| 20                   | 8,40                 | 386,57                | 0,0217                               |
| 40                   | 12,03                | 932,27                | 0,0129                               |
| 60                   | 14,28                | 1524,05               | 0,0094                               |
| 80                   | 17,45                | 2085,04               | 0,0084                               |
| 100                  | 18,85                | 2705,11               | 0,0070                               |
| 120                  | 20,17                | 3327,70               | 0,0061                               |

#### C.6.1.2 *Freundlich*

| C <sub>0</sub> (ppm) | C <sub>e</sub> (ppm) | q <sub>e</sub> (mg/g) | log C <sub>e</sub> | log q <sub>e</sub> |
|----------------------|----------------------|-----------------------|--------------------|--------------------|
| 20                   | 8,40                 | 386,57                | 0,9244             | 2,5872             |
| 40                   | 12,03                | 932,27                | 1,0803             | 2,9695             |
| 60                   | 14,28                | 1524,05               | 1,1547             | 3,1830             |
| 80                   | 17,45                | 2085,04               | 1,2418             | 3,3191             |
| 100                  | 18,85                | 2705,11               | 1,2752             | 3,4322             |
| 120                  | 20,17                | 3327,70               | 1,3047             | 3,5221             |

### C.6.2 Kinetika Adsorpsi

#### C.6.2.1 Pseudo-Orde Satu

| t (menit) | C <sub>e</sub> (ppm) | q <sub>t</sub> (mg/g) | q <sub>e</sub> -q <sub>t</sub> | ln(q <sub>e</sub> -q <sub>t</sub> ) |
|-----------|----------------------|-----------------------|--------------------------------|-------------------------------------|
| 5         | 29,387               | 1020,43               | 532,8100                       | 6,2782                              |
| 10        | 27,944               | 1068,54               | 484,7021                       | 6,1835                              |
| 15        | 26,914               | 1102,86               | 450,3824                       | 6,1101                              |
| 30        | 24,780               | 1174,01               | 379,2271                       | 5,9381                              |
| 45        | 19,167               | 1361,11               | 192,1296                       | 5,2582                              |
| 60        | 17,264               | 1424,52               | 128,7238                       | 4,8577                              |
| 75        | 14,520               | 1516,00               | 37,2383                        | 3,6173                              |
| 90        | 13,403               | 1553,24               | 0,0000                         | N/A                                 |
| 105       | 16,993               | 1433,57               | 119,6659                       | 4,7847                              |
| 120       | 17,760               | 1408,01               | 145,2295                       | 4,9783                              |

#### C.6.2.2 Pseudo-Orde Dua

| t (menit) | C <sub>e</sub> (ppm) | q <sub>t</sub> (mg/g) | t/q <sub>t</sub> |
|-----------|----------------------|-----------------------|------------------|
| 5         | 29,387               | 1020,43               | 0,0049           |
| 10        | 27,944               | 1068,54               | 0,0094           |
| 15        | 26,914               | 1102,86               | 0,0136           |
| 30        | 24,780               | 1174,01               | 0,0256           |
| 45        | 19,167               | 1361,11               | 0,0331           |
| 60        | 17,264               | 1424,52               | 0,0421           |
| 75        | 14,520               | 1516,00               | 0,0495           |
| 90        | 13,403               | 1553,24               | 0,0579           |
| 105       | 16,993               | 1433,57               | 0,0732           |
| 120       | 17,760               | 1408,01               | 0,0852           |

## C.7 Uji Statistika

### C.7.1 Uji Normalitas

#### C.7.1.1 Konsentrasi Awal

| Tests of Normality |                     |                                 |    |      |              |    |      |
|--------------------|---------------------|---------------------------------|----|------|--------------|----|------|
|                    |                     | Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup> |    |      | Shapiro-Wilk |    |      |
|                    | Konsentrasi         | Statistic                       | df | Sig. | Statistic    | df | Sig. |
| Removal            | Konsentrasi 20 ppm  | ,224                            | 3  | .    | ,984         | 3  | ,762 |
|                    | Konsentrasi 40 ppm  | ,238                            | 3  | .    | ,976         | 3  | ,702 |
|                    | Konsentrasi 60 ppm  | ,292                            | 3  | .    | ,923         | 3  | ,463 |
|                    | Konsentrasi 80 ppm  | ,314                            | 3  | .    | ,893         | 3  | ,363 |
|                    | Konsentrasi 100 ppm | ,292                            | 3  | .    | ,923         | 3  | ,463 |
|                    | Konsentrasi 120 ppm | ,292                            | 3  | .    | ,923         | 3  | ,463 |

a. Lilliefors Significance Correction

#### C.7.1.2 Dosis Adsorben

| Tests of Normality |                      |                                 |    |      |              |    |       |
|--------------------|----------------------|---------------------------------|----|------|--------------|----|-------|
|                    |                      | Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup> |    |      | Shapiro-Wilk |    |       |
|                    | Dosis                | Statistic                       | df | Sig. | Statistic    | df | Sig.  |
| Removal            | Dosis Adsorben 0,003 | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637  |
|                    | Dosis Adsorben 0,005 | ,175                            | 3  | .    | 1,000        | 3  | 1,000 |
|                    | Dosis Adsorben 0,007 | ,204                            | 3  | .    | ,993         | 3  | ,843  |
|                    | Dosis Adsorben 0,009 | ,204                            | 3  | .    | ,993         | 3  | ,843  |
|                    | Dosis Adsorben 0,012 | ,292                            | 3  | .    | ,923         | 3  | ,463  |

a. Lilliefors Significance Correction

#### C.7.1.3 Waktu Kontak

| Tests of Normality |                    |                                 |    |      |              |    |       |
|--------------------|--------------------|---------------------------------|----|------|--------------|----|-------|
|                    |                    | Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup> |    |      | Shapiro-Wilk |    |       |
|                    | Waktu              | Statistic                       | df | Sig. | Statistic    | df | Sig.  |
| Removal            | Waktu Kontak 5 m   | ,292                            | 3  | .    | ,923         | 3  | ,463  |
|                    | Waktu Kontak 10 m  | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637  |
|                    | Waktu Kontak 15 m  | ,292                            | 3  | .    | ,923         | 3  | ,463  |
|                    | Waktu Kontak 30 m  | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637  |
|                    | Waktu Kontak 45 m  | ,232                            | 3  | .    | ,980         | 3  | ,726  |
|                    | Waktu Kontak 60 m  | ,175                            | 3  | .    | 1,000        | 3  | 1,000 |
|                    | Waktu Kontak 75 m  | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637  |
|                    | Waktu Kontak 90 m  | ,219                            | 3  | .    | ,987         | 3  | ,780  |
|                    | Waktu Kontak 105 m | ,175                            | 3  | .    | 1,000        | 3  | 1,000 |
|                    | Waktu Kontak 120 m | ,219                            | 3  | .    | ,987         | 3  | ,780  |

a. Lilliefors Significance Correction

### C.7.1.4 Suhu

| Tests of Normality |           |                                 |    |      |              |    |      |
|--------------------|-----------|---------------------------------|----|------|--------------|----|------|
|                    | Suhu      | Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup> |    |      | Shapiro-Wilk |    |      |
|                    |           | Statistic                       | df | Sig. | Statistic    | df | Sig. |
| Removal            | Suhu 25°C | ,328                            | 3  | .    | ,871         | 3  | ,298 |
|                    | Suhu 30°C | ,343                            | 3  | .    | ,842         | 3  | ,220 |
|                    | Suhu 35°C | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637 |
|                    | Suhu 45°C | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637 |

a. Lilliefors Significance Correction

### C.7.1.5 pH

| Tests of Normality |      |                                 |    |      |              |    |      |
|--------------------|------|---------------------------------|----|------|--------------|----|------|
|                    | pH   | Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup> |    |      | Shapiro-Wilk |    |      |
|                    |      | Statistic                       | df | Sig. | Statistic    | df | Sig. |
| Removal            | pH 1 | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637 |
|                    | pH 3 | ,219                            | 3  | .    | ,987         | 3  | ,780 |
|                    | pH 5 | ,328                            | 3  | .    | ,871         | 3  | ,298 |
|                    | pH 7 | ,219                            | 3  | .    | ,987         | 3  | ,780 |
|                    | pH 9 | ,253                            | 3  | .    | ,964         | 3  | ,637 |

a. Lilliefors Significance Correction

## C.7.2 Uji Homogenitas

### C.7.2.1 Konsentrasi Awal

| Tests of Homogeneity of Variances |                                      |                  |     |       |      |
|-----------------------------------|--------------------------------------|------------------|-----|-------|------|
|                                   |                                      | Levene Statistic | df1 | df2   | Sig. |
|                                   |                                      |                  |     |       |      |
| Removal                           | Based on Mean                        | 2,961            | 5   | 12    | ,057 |
|                                   | Based on Median                      | 1,565            | 5   | 12    | ,243 |
|                                   | Based on Median and with adjusted df | 1,565            | 5   | 4,025 | ,342 |
|                                   | Based on trimmed mean                | 2,860            | 5   | 12    | ,063 |

### C.7.2.2 Dosis Adsorben

| Tests of Homogeneity of Variances |                                      |                  |     |       |      |
|-----------------------------------|--------------------------------------|------------------|-----|-------|------|
|                                   |                                      | Levene Statistic | df1 | df2   | Sig. |
|                                   |                                      |                  |     |       |      |
| Removal                           | Based on Mean                        | 1,143            | 4   | 10    | ,391 |
|                                   | Based on Median                      | ,796             | 4   | 10    | ,554 |
|                                   | Based on Median and with adjusted df | ,796             | 4   | 5,497 | ,572 |
|                                   | Based on trimmed mean                | 1,122            | 4   | 10    | ,399 |

### C.7.2.3 Waktu Kontak

**Tests of Homogeneity of Variances**

|         |                                         | Levene<br>Statistic | df1 | df2    | Sig. |
|---------|-----------------------------------------|---------------------|-----|--------|------|
| Removal | Based on Mean                           | ,484                | 9   | 20     | ,868 |
|         | Based on Median                         | ,295                | 9   | 20     | ,968 |
|         | Based on Median and<br>with adjusted df | ,295                | 9   | 15,639 | ,966 |
|         | Based on trimmed mean                   | ,472                | 9   | 20     | ,877 |

### C.7.2.4 Suhu

**Tests of Homogeneity of Variances**

|         |                                         | Levene<br>Statistic | df1 | df2   | Sig. |
|---------|-----------------------------------------|---------------------|-----|-------|------|
| Removal | Based on Mean                           | 3,048               | 3   | 8     | ,092 |
|         | Based on Median                         | ,343                | 3   | 8     | ,795 |
|         | Based on Median and<br>with adjusted df | ,343                | 3   | 4,246 | ,797 |
|         | Based on trimmed mean                   | 2,617               | 3   | 8     | ,123 |

### C.7.2.5 pH

**Tests of Homogeneity of Variances**

|         |                                         | Levene<br>Statistic | df1 | df2   | Sig. |
|---------|-----------------------------------------|---------------------|-----|-------|------|
| Removal | Based on Mean                           | ,846                | 4   | 10    | ,527 |
|         | Based on Median                         | ,220                | 4   | 10    | ,921 |
|         | Based on Median and<br>with adjusted df | ,220                | 4   | 6,036 | ,918 |
|         | Based on trimmed mean                   | ,783                | 4   | 10    | ,561 |

### C.7.3 Uji *One-Way* ANOVA

#### C.7.3.1 Konsentrasi Awal

##### ANOVA

| Sum of Squares | df | Mean Square | F         | Sig.  |
|----------------|----|-------------|-----------|-------|
| Between Groups | 5  | 258,002     | 83525,977 | <,001 |
| Within Groups  | 12 | ,003        |           |       |
| Total          | 17 |             |           |       |

#### C.7.3.2 Dosis Adsorben

##### ANOVA

| Sum of Squares | df | Mean Square | F         | Sig.  |
|----------------|----|-------------|-----------|-------|
| Between Groups | 4  | 52,884      | 31354,294 | <,001 |
| Within Groups  | 10 | ,002        |           |       |
| Total          | 14 |             |           |       |

#### C.7.3.3 Waktu Kontak

##### ANOVA

| Sum of Squares | df | Mean Square | F          | Sig.  |
|----------------|----|-------------|------------|-------|
| Between Groups | 9  | 288,089     | 413524,404 | <,001 |
| Within Groups  | 20 | ,001        |            |       |
| Total          | 29 |             |            |       |

#### C.7.3.4 Suhu

##### ANOVA

| Sum of Squares | df | Mean Square | F          | Sig.  |
|----------------|----|-------------|------------|-------|
| Between Groups | 3  | 139,481     | 164095,438 | <,001 |
| Within Groups  | 8  | ,001        |            |       |
| Total          | 11 |             |            |       |

### C.7.3.5 pH

#### ANOVA

| Removal        | Sum of Squares | df | Mean Square | F          | Sig.  |
|----------------|----------------|----|-------------|------------|-------|
| Between Groups | 1454,430       | 4  | 363,608     | 657122,006 | <,001 |
| Within Groups  | ,006           | 10 | ,001        |            |       |
| Total          | 1454,436       | 14 |             |            |       |

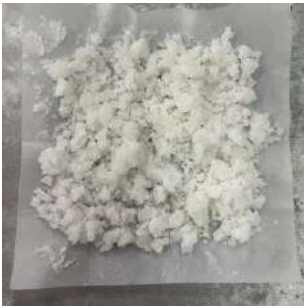
**LAMPIRAN 4**  
**DOKUMENTASI PELAKSANAAN PENELITIAN**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

| Proses <i>Grafting</i> Kitosan dengan Poli Asam Akrilat (CS-gPAA)                   |                                                                                     |                                                                                       |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
|    |    |    |
| 1. Penimbangan massa kitosan                                                        | 2. Pelarutan kitosan dengan asam asetat 1%                                          | 3. Penimbangan kalium persulfat                                                       |
|   |   |   |
| 4. Penambahan kalium persulfat dan dialiri N <sub>2</sub>                           | 5. Penimbangan <i>methylenebisacrylamide</i>                                        | 6. Pelarutan <i>methylenebisacrylamide</i> dengan akuades                             |
|  |  |  |
| 7. Penambahan asam akrilat                                                          | 8. Penambahan <i>methylenebisacrylamide</i> dan dialiri N <sub>2</sub>              | 9. Pencampuran semua bahan pada suhu 60°C selama 1 jam                                |
|  |  |  |

| Proses <i>Grafting</i> Kitosan dengan Poli Asam Akrilat (CS-gPAA)                                    |                                       |                        |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|------------------------|
| 10. Penyaringan hasil <i>grafting</i> (gel)                                                          | 11. Hasil CS-gPAA sebelum dikeringkan | 9. Pengeringan CS-gPAA |
|  <p>13. CS-gPAA</p> |                                       |                        |

| Proses Reaksi <i>Schiff-base</i> Kitosan- <i>Grafting</i> PAA dengan Salisilaldehida (CS-gPAA-SA)                        |                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                              |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  <p>1. Penimbangan massa CS-gPAA</p>   |  <p>2. Pelarutan CS-gPAA dengan asam asetat 2% selama 30 menit</p> |  <p>3. Penambahan campuran larutan salisilaldehida dan <i>ethanol</i></p> |
|  <p>4. Pengadukan selama 30 menit</p> |  <p>5. Penyaringan hasil <i>schiff-base</i></p>                   |  <p>6. Penyucian dengan <i>ethanol</i></p>                               |

| Proses Reaksi <i>Schiff-base</i> Kitosan-Grafting PAA dengan Salisilaldehida (CS-gPAA-SA) |                                                                                   |                                                                                     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
|          |  |  |
| 7. CS-gPAA-SA sebelum kering                                                              | 8. Pengeringan CS-gPAA-SA                                                         | 9. CS-gPAA-SA kering                                                                |

| Ekstraksi Nanopartikel Silika dari Sekam Padi                                       |                                                                                    |                                                                                      |
|-------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| a. Pre-treatment Nanosilika                                                         |                                                                                    |                                                                                      |
|   |  |  |
| 1. Pencucian sekam padi                                                             | 2. Pengeringan sekam padi                                                          | 3. Pengabuan sekam padi                                                              |
|  |                                                                                    |                                                                                      |
| 4. Abu sekam padi                                                                   |                                                                                    |                                                                                      |
| b. Ekstraksi Nanosilika dari abu sekam padi                                         |                                                                                    |                                                                                      |



1. Penimbangan abu sekam padi



2. Proses refluks abu sekam padi dengan NaOH 4N



3. Penetralan dengan HCl dan terjadi proses gelasi



4. Terbentuk silika



5. Penambahan akuades untuk pencucian pada suhu 80°C



6. Penyaringan endapan silika



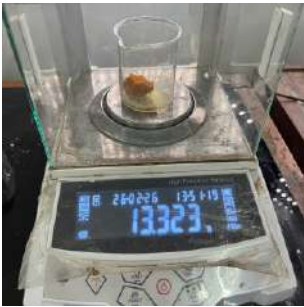
7. Pengeringan endapan silika



8. Penghalusan silika



9. Silika 500 mesh

| Pelapisan Nanopartikel Besi Oksida dengan Nanopartikel Silika<br>( $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ )                                                                                                                                  |                                                                                                                                                              |                                                                                                                                                                    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  <p>1. Penimbangan <math>\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math></p>                                                                               |  <p>2. Penimbangan <math>\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math></p> |  <p>3. Penimbangan masa silika</p>                                              |
|  <p>4. Pencampuran <math>\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math>, <math>\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math>, dan silika sekam padi</p> |  <p>5. Penambahan larutan ammonia 25%</p>                                  |  <p>6. Penyaringan endapan <math>\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2</math></p> |
|  <p>7. Pengeringan <math>\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2</math></p>                                                                                  |                                                                                                                                                              |  <p>8. <math>\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2</math></p>                     |

### Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$



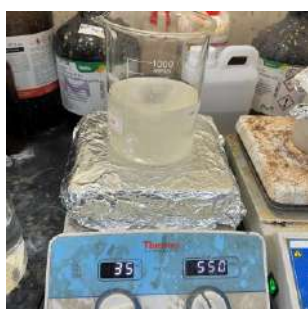
1. Penimbangan massa CS-gPAA-SA



2. Penimbangan massa  $\text{SiO}_2@\text{Fe}_3\text{O}_4$



3. Penimbangan massa  $\text{Na}_2\text{SO}_4$



4. Pelarutan CS-gPAA-SA dengan asam asetat 2% dan diaduk dengan magnetik stirrer selama 1 jam 30 menit dengan suhu ruang



5. Penambahan  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$



6. Penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan pengadukan selama 1 jam dengan suhu ruang



7. Penyaringan residu  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$



8. Pencucian residu dengan *ethanol*



9. Pengeringan  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$

### Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$



10. Adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2@\text{CS-gPAA-SA}$

### Pembuatan Limbah Artifisial Zat Warna *Methyl orange* (MO)



1. Penimbangan massa *Methyl orange* (MO)



2. Pelarutan *Methyl orange* (MO) dengan akuades

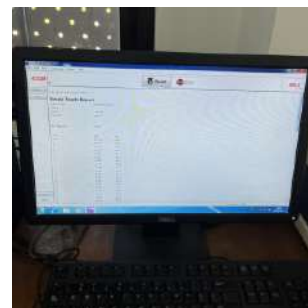
### Pembuatan Kurva Kalibrasi Limbah Artifisial Zat Warna *Methyl orange* (MO)



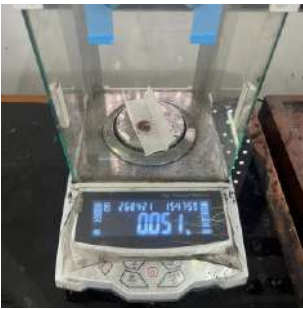
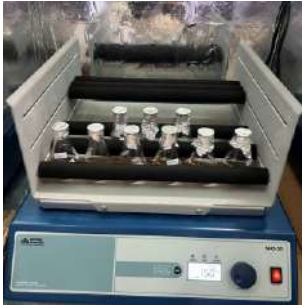
1. Preparasi MO beberapa konsentrasi



2. *Adjust* pH 3(asam) dan pH 10 (basa)



3. Pembacaan nilai absorbansi pH 3 (asam) dan pH 10 (basa)

| Pengujian pH <sub>pzc</sub>                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                                                |                                                                                                                                                    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  <p>1. Penimbangan massa adsorben</p>                                                                                            |  <p>2. Perebusan NaCl akuades untuk menghilangkan CO<sub>2</sub> terlarut</p> |  <p>3. Pembuatan larutan NaCl dengan pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7</p> |
|  <p>4. <i>Shaker</i> larutan NaCl yang telah ditambahkan adsorben dengan kecepatan 150 RPM pada suhu ruang selama 300 menit</p> |  <p>5. Pengecekan pH akhir</p>                                              |                                                                                                                                                    |

| Pengujian Adsorpsi dan Pengujian Spektrofotometer UV-VIS                                                                 |                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  <p>1. Penimbangan massa adsorben</p> |  <p>2. Pembuatan larutan <i>Methyl orange</i> (MO) sesuai dengan variasi</p> |  <p>3. Pemyesuaian pH sesuai dengan variasi</p> |

## Pengujian Adsorpsi dan Pengujian Spektrofotometer UV-VIS



4. Penuangan 100 ml larutan MO (sesuai konsentrasi) sebagai variabel kontrol



5. Pemasukan adsorben ke dalam larutan MO (sesuai konsentrasi)



6. Pemutaran menggunakan orbital shaker dengan kecepatan 150 rpm untuk variasi dosis, waktu, konsentrasi, dan pH



7. Pemutaran menggunakan magnetik stirrer dengan kecepatan 150 rpm untuk variasi suhu

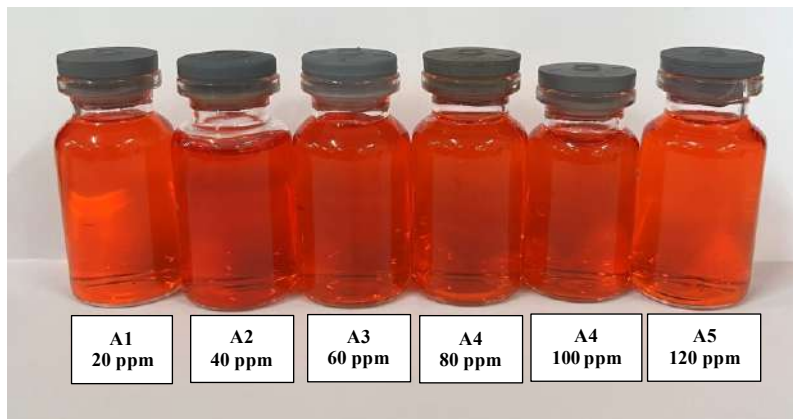


8. Pengecekan dan penyesuaian suhu pada proses adsorpsi

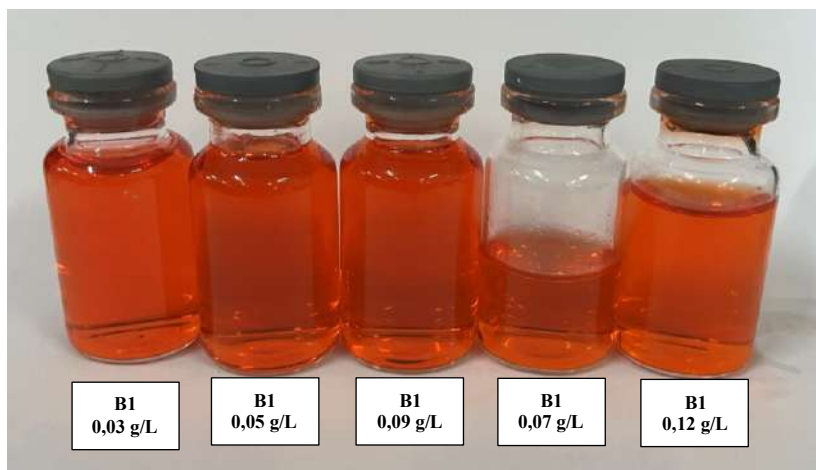


9. Penyaringan adsorben dari larutan MO (setelah adsorpsi)

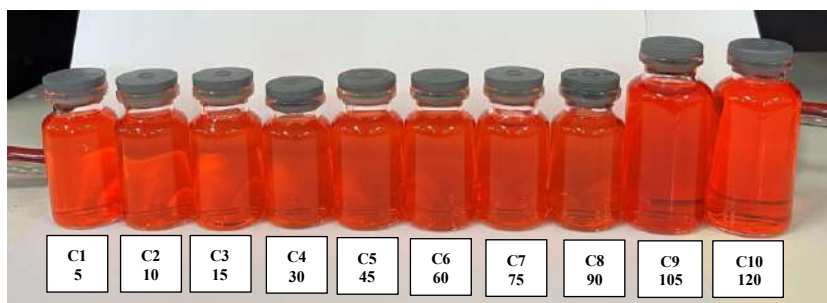
### Degradasi Warna Setelah Adsorpsi



Pengaruh Variasi Konsentrasi



Pengaruh Variasi Dosis



Pengaruh Variasi Waktu Kontak

### Degradasi Warna Setelah Adsorpsi



Pengaruh Variasi Suhu



Pengaruh Variasi pH

### Penggunaan Ulang Adsorben (*Reuse*)



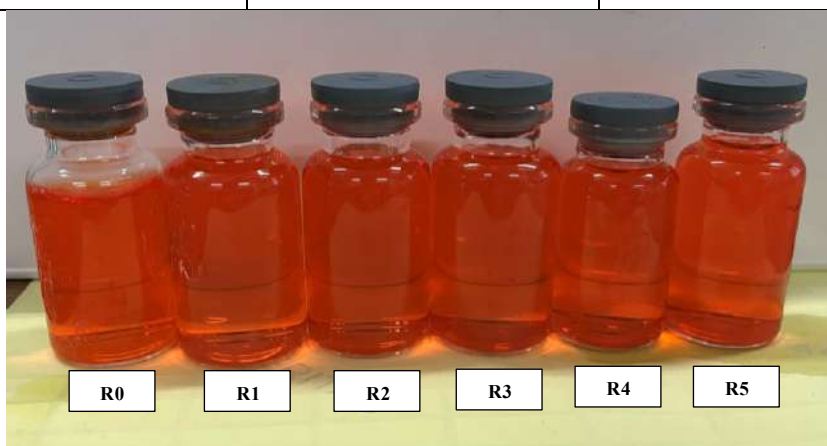
1. Penimbangan adsorben 0,120 gram



2. Adsorpsi adsorbat *methyl orange* (MO) dengan adsorben sampai 5 kali



3. Penyaringan adsorben



4. Hasil *reuse* 5 kali

### Perubahan Massa Adsorben Setelah *Reuse*



Sebelum adsorpsi



Adsorpsi ke-1 (siklus 0)



Adsorpsi ke-2 (siklus 1)



Adsorpsi ke-3 (siklus 2)



Adsorpsi ke-4 (siklus 3)



Adsorpsi ke-5 (siklus 4)



Adsorpsi ke-6 (siklus 5)

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama Indah Nur Andini, lahir di Surabaya pada tanggal 17 Juni 2003. Penulis menempuh pendidikan menengah kejuruan di SMK Negeri 5 Surabaya dan lulus pada tahun 2022. Pada tahun yang sama, penulis melanjutkan pendidikan di Program Studi Sarjana Terapan (D4) Teknik Pengolahan Limbah, Jurusan Teknik Permesinan Kapal, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya (PPNS). Selama menempuh pendidikan di PPNS, penulis aktif dalam berbagai kegiatan organisasi kemahasiswaan. Penulis tergabung dalam Organisasi Bidikmisi PPNS sebagai anggota Departemen Sosial Masyarakat pada periode 2023/2024, Himpunan Mahasiswa Teknik Pengolahan Limbah (HMTPL) sebagai Staff Sosial Masyarakat pada periode 2024, serta Paguyuban Pemandu PPNS sebagai kepala divisi *Talent Management* periode 2024-2025. Selain aktif berorganisasi, penulis juga mengikuti kegiatan *On the Job Training* (OJT) di beberapa perusahaan. Penulis melaksanakan OJT di PT Bentala Hijau Indonesia selama lima bulan sebagai tim pendukung penyusunan dokumen lingkungan dan di PT Unison Indonesia Industrial selama lima bulan pada bidang *Health, Safety, and Environment* (HSE). Penyusunan Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Terapan Teknik pada Program Studi Teknik Pengolahan Limbah, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya. Penulis terbuka terhadap kritik, saran, maupun diskusi yang membangun terkait Tugas Akhir ini. Pembaca dapat menghubungi penulis melalui surat elektronik (*email*) di [indahnurandini689@gmail.com](mailto:indahnurandini689@gmail.com).

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

