

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kajian Pustaka

Pada penelitian ini akan dilakukan pengujian mengenai pengaruh penambahan silika dari tongkol jagung pada komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan}/\text{SiO}_2$ terhadap efisiensi adsorpsi logam berat Fe. Silika yang dihasilkan dari Batubara dan pasir kuarsa telah banyak digunakan, namun material tersebut akan semakin berkurang karena tidak dapat diperbarui. Pada penelitian sebelumnya, Fathurrahman, *et al.* (2022) telah memanfaatkan silika yang berasal dari tongkol jagung pada komposit eugenol-silika gel. Berdasarkan penelitian ini, komposit eugenol-silika gel memiliki bentuk amorf yang dilihat dari puncak yang melebar dengan nilai $2\theta = 23,06^\circ$ dengan nilai d -spacing sebesar $3,86 \text{ \AA}$. Pada analisis menggunakan SEM menunjukkan permukaan yang tidak merata dan terdapat gumpalan yang menandakan adanya bentuk butiran-butiran yang beragam pada permukaan komposit. Dari analisis ini didapatkan hasil untuk ukuran diameter komposit sebesar $122,9 \text{ nm}$; $78,44 \text{ nm}$; dan $69,26 \text{ nm}$. Pada analisis termogravimetri yang dilakukan pada suhu 600°C dengan laju pemanasan 20 K/menit diperoleh kurva TG yang menunjukkan bahwa komposit mengalami penurunan massa. Hal ini disebabkan oleh proses dehidrasi pada suhu sekitar $167,7^\circ\text{C}$ dengan jumlah massa yang hilang sekitar $5,41\%$. Sehingga total persentase pengurangan massa komposit eugenol silika-gel adalah sebesar $13,10\%$. Fathurrahman, *et al.* (2022) menyatakan bahwa struktur amorf terbentuk karena adanya puncak SiO_2 pada komposit eugenol-silika yang sesuai dengan *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS PDF No. 46-1045) di mana puncak SiO_2 pada difraktogram berada pada rentang $2\theta = 20,85^\circ - 26,65^\circ$. Material komposit dengan struktur amorf cenderung memiliki luas permukaan yang lebih tinggi. Hal ini disebabkan oleh ketidakaturan atomnya yang menciptakan lebih banyak ruang kosong atau pori pada material tersebut.

Susilawati, *et al.* (2024) dalam penelitiannya mengenai komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ yang diaplikasikan untuk meningkatkan efisiensi penghilangan metilen biru dalam pengolahan air limbah. Adapun metode yang digunakan dalam menyintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ yaitu metode kopresipitasi pada suhu perlakuan panas yang berbeda. Berdasarkan hasil analisis menggunakan difraktometer sinar-X (XRD)

menunjukkan puncak difraksi tajam yang selaras dengan pola standar Fe_3O_4 *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS PDF No. 65-3107) dan terdapat puncak lebar pada $2\theta = 22^\circ$ yang menunjukkan adanya SiO_2 amorf dalam struktur. Hasil analisis SEM-EDS pada material komposit terdapat unsur besi (Fe), Si dan O yang mengindikasikan adanya Fe_3O_4 dan SiO_2 dengan unsur dominan yaitu Fe sedangkan unsur Si rendah. Hal ini mengindikasikan bahwa Fe_3O_4 terdistribusi lebih banyak. Hasil analisis sifat magnetik material menggunakan VSM yaitu nilai magnetisasi saturasi sekitar 58,42 emu/gram komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ lebih rendah dari pada nanopartikel Fe_3O_4 yaitu sekitar 92 emu/gram. Berdasarkan hasil analisis spektrofotometer UV-Vis ditemukan bahwa efisiensi tertinggi degradasi metilen biru (MB) diamati pada suhu 900°C dalam komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$. Susilawati, *et al.* (2024) menunjukkan bahwa penambahan SiO_2 pada komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ mampu meningkatkan efektivitas adsorben dalam mengadsorpsi metilen biru (MB). Adapun tabel hasil penelitian terdahulu mengenai topik yang berkaitan dengan penelitian ini.

Tabel 2.1 Penelitian Terdahulu

No	Penelitian	Komposit	Hasil
1	Fathurrahman, <i>et al.</i> (2022), Sintesis dan Karakterisasi Komposit Eugenol-Silika Gel dari Abu Tongkol Jagung serta Analisis Antibakteri dan Daya Serap terhadap Air.	Komposit Eugenol-Silika Gel dari Abu Tongkol Jagung	Kandungan silika pada abu tongkol jagung yaitu 67,41%. Analisis XRD menunjukkan komposit eugenol-silika gel memiliki bentuk amorf. Komposit eugenol-silika gel memiliki daya serap air 68-70% lebih tinggi dari pada silika gel <i>food grade</i> .
2	Lulan, <i>et al.</i> (2023), Pemanfaatan Silika Gel Hasil Pengolahan Abu Tongkol Jagung	Komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dari tongkol jagung dan Silika gel tongkol	Analisis XRD menunjukkan komposit $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ berstruktur anatase dan silika gel tongkol jagung berstruktur amorf

	Termodifikasi TiO ₂ untuk Mengurangi Kadar Nitrat dalam Limbah Cair Tahu	jagung non modifikasi	kapasitas adsorpsi komposit SiO ₂ /TiO ₂ terbesar 245,94 mg/g dan persentase penurunan nitrat dalam limbah cair tahu sebesar 99,94%.
3	Insan, <i>et al.</i> (2022), Pengaruh Silika Sekam Padi Pada Sintesis Komposit Fe ₃ O ₄ /Kitosan/SiO ₂ Dan Uji Adsorpsi Logam Cu(II)	Komposit Fe ₃ O ₄ /Kitosan dari rajungan /SiO ₂ dari sekam padi	Efisiensi adsorpsi tertinggi terhadap ion Cu(II) mencapai 77,60% saat 1 gram SiO ₂ ditambahkan. Komposit Fe ₃ O ₄ /Kitosan tanpa penambahan SiO ₂ memiliki efisiensi adsorpsi sebesar 63,87 %
4	Putra, <i>et al.</i> (2022) Sintesis Silika-Kitosan Untuk Menurunkan Kadar Ion Besi (Fe) Dalam Air Permukaan	Komposit Kitosan/SiO ₂ dari sekam padi	Adsorpsi Fe optimum terjadi pada pH 5, waktu kontak 50 menit, dan suhu 28°C. Efisiensi tertinggi dicapai pada rasio silika-kitosan 2:1 memiliki efisiensi adsorpsi sebesar 64,838%.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Insan, *et al.* (2022) bahwa komposit Fe₃O₄/Kitosan/SiO₂ menunjukkan efisiensi tinggi dalam menyerap ion Cu(II) yang mencapai 77,60% dengan penambahan 1 gram silika. Angka ini secara signifikan lebih tinggi dibanding komposit tanpa silika yang hanya memiliki efisiensi 63,87%. Pada penelitian sebelumnya, penggunaan silika yang bersumber dari batubara dan pasir kuarsa yang tidak dapat diperbarui. Oleh karena itu, pada penelitian ini menggunakan material lain yaitu limbah tongkol jagung yang lebih mudah didapatkan, ramah lingkungan serta relatif murah sebagai bahan utama pembuatan silika. Penelitian ini dilakukan penambahan silika dari tongkol jagung pada komposit Fe₃O₄/Kitosan/SiO₂ yang diaplikasikan untuk mengadsorpsi logam besi (Fe).

2.2 Landasan Teori

2.2.1 Silika (SiO_2) dari Tongkol Jagung

Jagung merupakan salah satu tanaman pangan penghasil karbohidrat yang penting. Jagung memiliki inti tengah yang keras dan tebal yang berfungsi sebagai tempat menempelnya bulir jagung yang disebut dengan tongkol jagung. Adapun tongkol jagung terdiri dari 40 – 45% selulosa, 30 – 35% hemiselulosa dan 10 – 20% lignin, sedangkan abu tongkol jagung mengandung silika lebih dari 60% (Athira, *et al.*, 2021; Mujedu, *et al.*, 2014). Kandungan lignin pada tongkol jagung membentuk matriks pelindung yang kaku dan padat yang secara efektif menghambat enzim dan mikroorganisme pendegradasi terhadap selulosa, sehingga menjadi penyebab utama tongkol jagung memerlukan waktu yang sangat lama untuk terurai di alam (Kanani, *et al.*, 2018).

Klasifikasi Tanaman Jagung menurut Riwandi, *et al.* (2014) sebagai berikut:

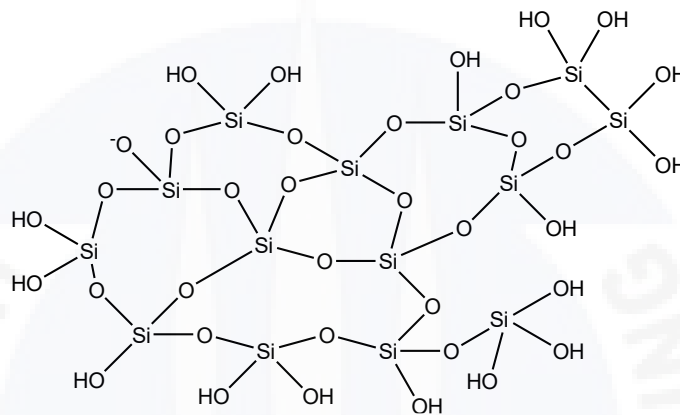
Kingdom : Plantae
Divisio : Spermatophyta
Classis : Angiosperm
Ordo : Poales
Familia : Poaceae
Genus : *Zea*
Spesies : *Zea mays L.*



Gambar 2.1 Tongkol Jagung

Silika tongkol jagung diperoleh melalui proses pembakaran yang biasanya menghasilkan silika berupa amorf (Xiong, *et al.*, 2024; Shim, *et al.*, 2015). Dalam kondisi tertentu jika dibandingkan dengan silika kristalin, silika amorf dianggap lebih reaktif. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur 400 °C.

Gugus silanol (Si-OH) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif. Selain itu, silika amorf memiliki susunan atom dan molekul yang membentuk pola acak dan tidak beraturan sehingga menyebabkan silika amorf memiliki struktur spherikal yang rumit. Oleh karena itu, silika amorf dapat dibuat menjadi berbagai silika salah satunya adalah silika gel. Silika gel mempunyai banyak kegunaan, antara lain sebagai adsorben atau sebagai fasa diam dalam kromatografi. Hadirnya gugus silanol pada permukaan silika amorf tongkol jagung yang memungkinkan dapat mengikat ion logam secara lebih selektif dengan mekanisme tertentu (Hardyanti, *et al.*, 2017).



Gambar 2.2 Struktur Kimia Silika Gel (Khair, *et al.*, 2023).

Reaksi yang terjadi dalam pembentukan silika dari tongkol jagung melibatkan serangkaian proses kimia dan termal, yang diawali dengan pembakaran biomassa tongkol jagung, diikuti dengan langkah-langkah ekstraksi dan presipitasi silika sebagai berikut:



Proses ini melibatkan dua tahap utama yaitu NaOH berfungsi sebagai agen ekstraksi basa kuat yang melarutkan silika padat dari abu menjadi bentuk terlarut Natrium Silikat (Na_2SiO_3), sehingga memungkinkan pemisahan dari residu yang tidak larut melalui penyaringan. Kemudian, HCl berperan sebagai agen presipitasi asam kuat yang ditambahkan untuk menurunkan pH larutan silikat yang menyebabkan Natrium Silikat terdekomposisi dan silika mengendap kembali menjadi padatan (SiO_2) yang merupakan material target. Penurunan pH oleh HCl mengubah Natrium Silikat menjadi spesi silanol (Si-OH), yang kemudian bereaksi melepaskan air dan secara bersamaan membentuk jaringan luas ikatan siloksan (Si-O-Si) (Insan, 2021).

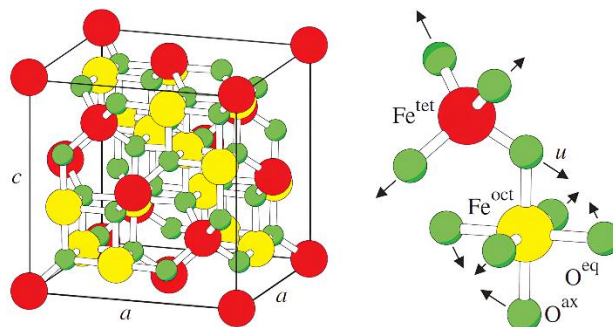
2.2.2 Magnetit (Fe_3O_4)

Magnetit (Fe_3O_4) merupakan salah satu jenis dari fasa mineral oksidasi besi, selain maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Material magnetit memiliki struktur kristal kubik-spinel yang tersusun dari ion-ion oksigen, besi(II) dan besi(III) dan termasuk ke dalam bahan ferromagnetik (dapat ditarik kuat oleh magnet). Sifat magnetik yang kuat membuat magnetit sering dijadikan sebagai penyerap yang menjanjikan bagi banyak polutan, baik organik maupun anorganik, termasuk ion logam berat (Korus, 2023).



Gambar 2.3 Magnetit (Fe_3O_4) (Febriyani dan Aini, 2023)

Di antara semua oksida besi, magnetit memiliki sifat kemagnetan yang paling kuat. Penambahan magnetit meningkatkan stabilitas termal dan kualitas mekanis dari struktur beton dan insulasi suara karena magnetit memiliki struktur kristal yang padat sehingga densitasnya lebih tinggi dibandingkan dengan agregat biasa. Selain itu, sifat magnetik yang kuat berkontribusi pada kemampuan beton untuk mengurangi dampak dari getaran atau gelombang suara (Nabiun, *et al.*, 2024). Magnetit memiliki karakteristik struktur kristal kubik yang dikenal sebagai spinel terbalik. Dalam konfigurasi ini, ion Fe^{3+} terdistribusi secara merata pada posisi tetrahedral dan oktahedral, sedangkan seluruh ion Fe^{2+} menempati posisi oktahedral dalam susunan kristal *face-centered cubic* (fcc) (Wu, *et al.*, 2015).



Gambar 2.4 Struktur Kristal Magnetit (Fe_3O_4) (Friak, *et al.*, 2007).

2.2.3 Kitosan dari Kulit Udang

Kulit udang terdiri dari tiga komponen utama yaitu 20 – 30% kitin, 30 – 40 % protein dan 30 – 50% CaCO_3 (Knidri, *et al.*, 2019; Kumirska, *et al.*, 2010). Kitin adalah polimer linear yang terdiri dari unit β (1,4)-N-asetil glukosamin yang berulang dan diklasifikasikan menjadi α -, β - dan δ -kitin. Turunan kitin yang paling penting adalah kitosan, diperoleh melalui *N*-deasetilasi kitin dalam kondisi basa. Kitosan telah banyak dimanfaatkan di berbagai bidang meliputi bidang kedokteran, farmasi, bioteknologi (Matute, *et al.*, 2013), kosmetik (Wang, *et al.*, 2014), rekayasa jaringan (Croisier dan Jérôme, 2013), serta digunakan sebagai bahan penyerap dalam pengolahan air limbah (Knidri, *et al.*, 2019).

Adapun taksonomi dari Udang menurut Mudjiman, (1982) sebagai berikut:

Phylum : Arthropoda
Classis : Crustacea
Ordo : Decapoda
Familia : Palaemonidae
Genus : *Macrobrachium*
Spesies : *Macrobrachium Rosenbergii*



Gambar 2.5 Kulit dan Kepala Udang

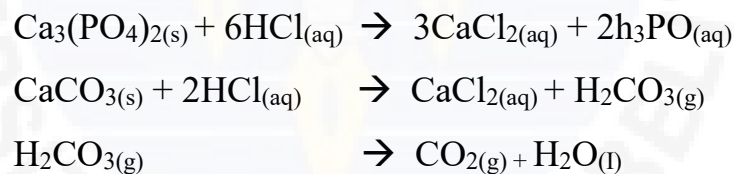
Kitosan ditransformasikan dari kitin melalui deasetilasi. Kitosan dapat diperoleh melalui perlakuan alkali terhadap kitin untuk merubah gugus asetamida ($-\text{NHCOCH}_3$) pada kitin menjadi gugus amina ($-\text{NH}_2$) terdeasetilasi. Kehadiran gugus amino yang bertindak sebagai gugus fungsi reaktif, menentukan viskositas, kelarutan dan aktivitas biologis kitosan. Kitosan bersifat polikationik di mana keberadaan gugus hidroksil dan amina sepanjang rantai polimer mengakibatkan kitosan sangat efektif mengadsorpsi kation ion logam berat (Rosema, *et al.*, 2021). Kitosan bersifat tidak beracun, mudah mengalami biodegradasi dan mudah berinteraksi dengan zat-zat organik lainnya seperti protein (Mustafiah, *et al.*, 2018).

Kitosan telah banyak diaplikasikan salah satunya sebagai adsorben logam berat. Kitosan mampu mengadsorpsi logam berat seperti kromium, besi, nikel, tembaga, seng, timbal dan seng (Wiyarsi dan Priyambodo, 2009; Victor, *et al.*, 2018). Pada penelitian yang dilakukan oleh Begum, *et al.* (2024) memanfaatkan kitosan untuk mengadsorpsi logam Cd(II), As(III) dan Pb(II) yang dimodifikasi menggunakan asam palmitat. Kitin diisolasi dari rangka luar krustasea, moluska, serangga, dan jamur tertentu, tetapi sumber utama kitin komersial adalah cangkang kepiting dan udang (Kumirska, *et al.*, 2010). Kadar kitosan pada kulit udang sebesar 30,63% (Sari dan Abdiani, 2015).

Pembuatan kitosan dari bahan baku kulit udang dilakukan dalam tiga tahap utama yaitu demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi kitin. Setiap tahapan tersebut melibatkan reaksi kimia spesifik, di mana demineralisasi bertujuan melarutkan kandungan mineral, deproteinasi melibatkan hidrolisis untuk menghilangkan kandungan protein, serta deasetilasi yang berfungsi mengubah kitin menjadi kitosan melalui hidrolisis gugus asetil.

1. Demineralisasi

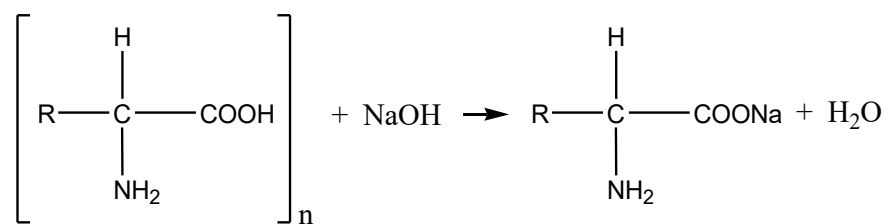
Tahap ini menggunakan larutan asam kuat (HCl) untuk melarutkan mineral, terutama kalsium karbonat (CaCO₃). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 2.6 Reaksi Demineralisasi Kitosan (Agustina, *et al.*, 2015)

2. Deproteinasi

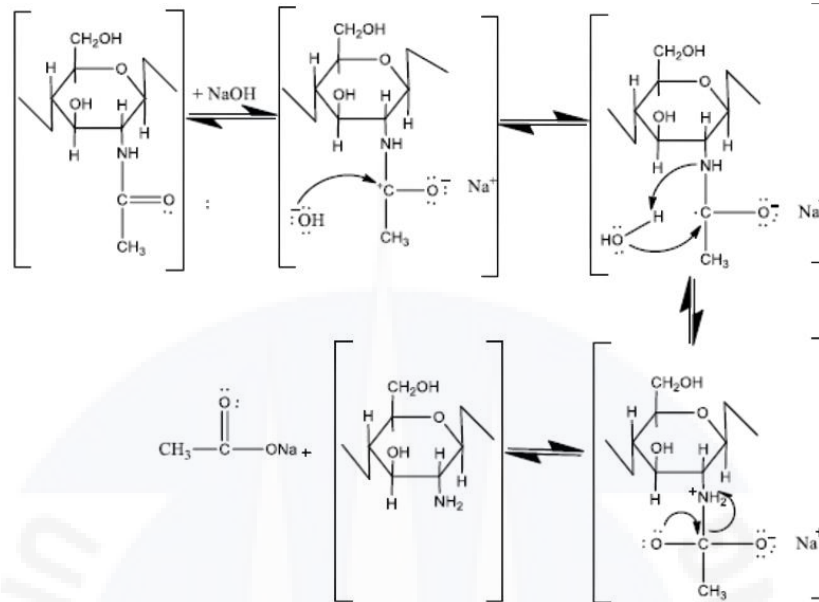
Tahap ini menggunakan larutan basa kuat (NaOH) untuk menghidrolisis ikatan peptida protein. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 2.7 Reaksi Deproteinasi Kitosan (Tobing, *et al.*, 2011)

3. Deasetilasi

Tahap ini menggunakan larutan NaOH konsentrasi tinggi dan panas untuk menghilangkan gugus asetil (COCH_3) dari kitin, mengubahnya menjadi gugus amina (NH_2). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 2.8 Reaksi Deasetilasi Kitosan (Arifin *et al.*, 2020)

2.2.4 Komposit

Komposit merupakan material yang sudah lama diaplikasikan pada peralatan guna mempermudah kehidupan manusia. Di Indonesia, pengaplikasian material komposit belum banyak diterapkan. Sifat material ini mencakup sejumlah karakteristik yang spesifik seperti kekuatan tinggi, ringan, tahan korosi dan kemampuan untuk menahan suhu ekstrem menjadikannya unggul dari bahan konvensional. Material komposit adalah suatu rekayasa material baru yang disusun oleh dua atau lebih bahan campuran dengan karakteristik sifat kimia dan fisika yang tidak sama sehingga menghasilkan susunan material baru dengan karakteristik berbeda dari material penyusunnya (Firmansyah, *et al.*, 2018). Proses pembuatan material ini melalui pencampuran yang tidak homogen, sehingga dapat bebas merencanakan kekuatan material komposit yang diinginkan dengan cara mengatur komposisi dari material pembentuknya.

Material komposit disusun oleh dua material yang dikategorikan menurut fungsinya, yaitu matriks atau resin sebagai pengikat dan *reinforcement* atau serat sebagai penguat (Maryanti, *et al.*, 2019). Material komposit telah banyak

diaplikasikan dan digunakan pada berbagai bidang seperti bahan anoda baru untuk baterai litium, katalis dan fotokatalis untuk mengadsorpsi zat warna dan logam berat. Pada Penelitian yang dilakukan oleh Keshtkar, *et al.* (2016) komposit (PVP/SiO₂/APTES) diaplikasikan untuk adsorpsi ion Cd(II), Pb(II) dan Ni(II) melalui metode electrospinning.

Dalam penelitian ini, pembentukan komposit Fe₃O₄/Kitosan/SiO₂ bertujuan untuk mencapai efek sinergis berupa peningkatan kapasitas adsorpsi logam besi (Fe) dan stabilitas material. Perubahan sifat utama yang terjadi adalah peningkatan luas permukaan dan porositas yang signifikan berkat penambahan SiO₂ serta pencegahan aglomerasi nanopartikel Fe₃O₄. Selain itu, sifat superparamagnetik tetap dipertahankan untuk mempermudah pemisahan material setelah proses adsorpsi. Batasan komposit dikonfirmasi melalui karakterisasi (XRD dan FTIR) yang membuktikan adanya interaksi fasa yang menghasilkan sifat baru, namun dengan tetap mempertahankan identitas kimia masing-masing komponen.

2.2.5 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan suatu fenomena penggumpalan atau penyerapan zat terlarut yang berada dalam fase cair atau gas oleh permukaan zat penyerap yang disebut adsorben, di mana terjadi interaksi fisik maupun kimia antara molekul adsorbat dengan gugus fungsi pada permukaan material tersebut (Atkins dan Paula, 2010). Proses ini berbeda secara mendasar dengan absorpsi karena mekanisme penyerapan hanya berlangsung pada lapisan permukaan atau antar muka dan tidak menembus hingga ke seluruh bagian dalam zat penyerap. Pada material komposit, efektivitas proses ini sangat bergantung pada beberapa faktor krusial yang meliputi karakteristik morfologi permukaan seperti luas spesifik dan porositas, sifat kimia zat yang diserap, konsentrasi awal larutan, suhu operasional, serta derajat keasaman atau pH lingkungan yang secara langsung mempengaruhi muatan permukaan adsorben dalam menentukan kapasitas penyerapan maksimal terhadap logam berat (Al-Ghouti dan Da'ana, 2020).

Mekanisme penyerapan yang terjadi pada permukaan adsorben dapat dijelaskan secara lebih mendalam melalui pendekatan model isoterm adsorpsi, yang pada umumnya menggunakan model isoterm Langmuir dan Freundlich untuk menggambarkan hubungan kesetimbangan antara jumlah zat yang terjerap dengan

konsentrasi sisa di dalam larutan. Model isoterm Langmuir mengasumsikan bahwa proses penyerapan terjadi secara satu lapis (monolayer) pada situs-situs aktif yang identik dan terbatas di permukaan adsorben, yang mengindikasikan bahwa tidak terjadi interaksi lebih lanjut antar molekul adsorbat setelah situs tersebut terisi (Ayawei, *et al.*, 2017). Sementara itu, model isoterm Freundlich digunakan untuk mendeskripsikan proses adsorpsi yang berlangsung secara berlapis (multilayer) pada permukaan yang bersifat heterogen, di mana kekuatan ikatan antara adsorben dan adsorbat akan berkurang seiring dengan semakin banyaknya situs aktif yang tertutupi oleh molekul zat terlarut (Wang dan Guo, 2020).

2.2.6 Logam Besi (Fe)

Logam besi (Fe) merupakan unsur transisi yang secara alami melimpah di kerak bumi, namun konsentrasinya dalam perairan seringkali meningkat drastis akibat aktivitas antropogenik seperti buangan limbah industri pelapisan logam, kegiatan pertambangan, dan rembesan air lindi. Di dalam lingkungan akuatik, besi umumnya ditemukan dalam dua bentuk ion utama, yaitu besi (II) atau ferro (Fe^{2+}) yang memiliki kelarutan tinggi, dan besi (III) atau feri (Fe^{3+}) yang cenderung membentuk partikel koloid atau endapan hidroksida, di mana kestabilan kedua spesies ini sangat dikontrol oleh parameter fisikokimia seperti nilai pH dan potensial redoks larutan (Furcas, *et al.*, 2024).

Keberadaan logam besi dalam konsentrasi yang melebihi batas aman, dapat menimbulkan berbagai dampak negatif yang signifikan mulai dari penurunan kualitas estetika air yang menjadi berwarna keruh kecokelatan dan menimbulkan rasa logam dan bau pada air, hingga potensi risiko kesehatan yang serius bagi manusia. Akumulasi besi yang berlebihan dalam tubuh melalui konsumsi air yang tercemar dapat memicu timbulnya stres oksidatif melalui reaksi Fenton, yang berpotensi menyebabkan kerusakan jaringan organ kronis seperti sirosis hati, gangguan fungsi jantung, dan komplikasi pada sistem ekskresi (Mancardi, *et al.*, 2021). Mengingat sifat toksisitasnya pada tingkat konsentrasi tinggi, pengembangan metode penyisihan yang efisien seperti penggunaan adsorben berbasis komposit menjadi krusial untuk memastikan kadar besi dalam lingkungan tetap berada di bawah ambang batas yang ditetapkan (Purwaningrum, *et al.*, 2023).

2.2.7 Analisis FTIR

Fourier transform Infrared Spectroscopy (FTIR) merupakan instrumen pengukuran yang banyak digunakan dalam berbagai bidang seperti kimia, biomedis dan farmasi. Sampel yang dapat diuji menggunakan instrumen ini meliputi emisi zat padat, cair maupun gas. Prinsip kerja FTIR didasarkan pada interaksi antara radiasi inframerah dengan ikatan kimia dalam suatu molekul, di mana sampel akan menyerap energi pada frekuensi tertentu yang sesuai dengan frekuensi getaran atau vibrasi atom-atomnya. Ketika sinar inframerah dilewatkan melalui sampel, energi tersebut memicu transisi tingkat energi vibrasi yang menyebabkan perubahan momen dipol pada molekul tersebut (Skoog, *et al.*, 2017). Daerah inframerah (IR) berkisar dalam panjang gelombang 0,8–100 μm dan dalam interval bilangan gelombang 4000 cm^{-1} hingga 400 cm^{-1} yang menginformasikan tentang struktur dan gugus fungsi dalam analit (Musfiroh, *et al.*, 2019).

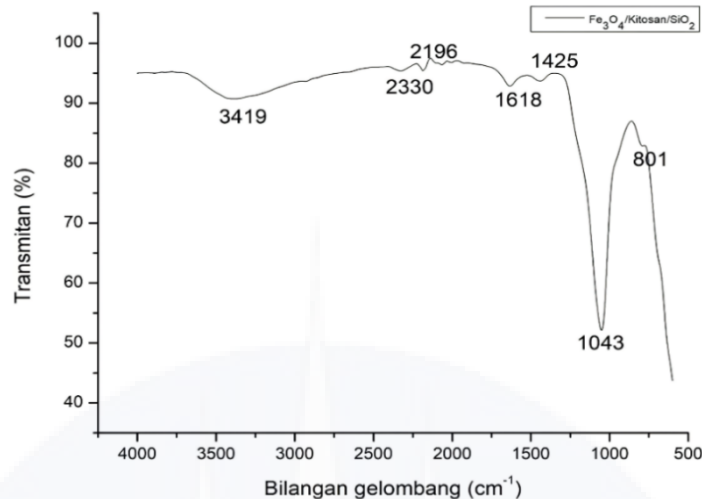
Analisis FTIR sudah lama digunakan untuk mengetahui pergeseran bilangan gelombang yang menunjukkan serapan vibrasi (ulur/tekuk) gugus fungsi pada sampel. Menurut Beasley, *et al.* (2014) ada tiga teknik persiapan sampel yang umum digunakan untuk FTIR yaitu *Transmission FTIR*, *Attenuated Total Reflection* (ATR) dan *Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform* (DRIFT). Setiap teknik mengkarakterisasi spektrum vibrasi molekul tertentu, menggunakan sifat optik yang berbeda untuk mendeteksi pita absorbansi.



Gambar 2.9 Instrumen *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

FTIR menghasilkan spektrum khas yang dihasilkan dari transmisi cahaya yang melintas melalui sampel, sehingga memungkinkan analisis struktur molekul berdasarkan pada fungsi intensitas energi terhadap bilangan gelombang (cm^{-1}) (Anam, *et al.*, 2012). Spektrum FTIR memberikan profil lengkap spesimen/sampel sehingga menampilkan sidik jari molekuler yang unik yang dapat digunakan untuk memindai, menyaring, dan menyelidiki kinerja sampel untuk berbagai komponen

(Shukla, 2025). Berikut merupakan data representatif hasil spektrum FTIR $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan}/\text{SiO}_2$ disajikan berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Insan, (2021) yang ditunjukkan oleh Gambar 2.10 berikut.



Gambar 2.10 Spektra FTIR $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan}/\text{SiO}_2$ (Insan, 2021)

Hasil spektrum FTIR pada komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan}/\text{SiO}_2$ menghasilkan puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang 1043 cm^{-1} dan 1425 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk gugus C-H dan vibrasi ulur gugus C-O, serta vibrasi gugus Si-O. Pada bilangan gelombang 3419 cm^{-1} adanya vibrasi ulur gugus $-\text{NH}_2$ dari amina. Kemudian pada puncak serapan dari daerah 2330 cm^{-1} dan 2196 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur gugus $-\text{NH}$ yang menegaskan pula adanya kitosan pada komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan}/\text{SiO}_2$. Kemudian pada bilangan gelombang 801 cm^{-1} menunjukkan keberadaan ikatan tetrahedral Fe-O dari Fe_3O_4 (Insan, 2021).

2.2.8 Analisis XRD

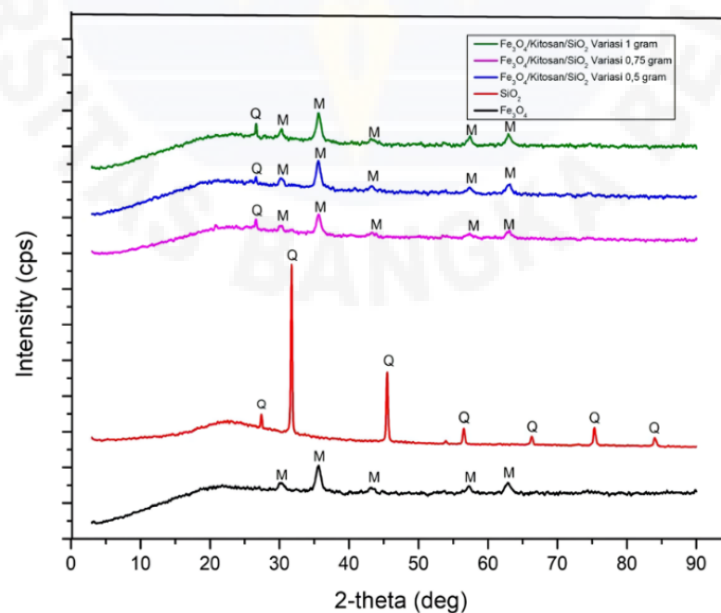
X-Ray Diffraction (XRD) merupakan instrumen yang paling banyak digunakan untuk mengkarakterisasi fasa kristalin suatu material. XRD digunakan untuk memeriksa struktur kristal pada berbagai macam bahan dengan memanfaatkan hamburan sinar-X. Sinar-X terjadi apabila suatu berkas elektron bebas berenergi kinetik tinggi menumbuk logam yang merupakan sumber sinar dengan daya tembus yang besar (Rahman dan Toifur, 2016). Prinsip kerja XRD yaitu sinar-x yang terdifraksi berturut-turut dan dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan munculnya berbagai sudut yang timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakterisasi dari sampel (Krisnawan, 2009). Data difraksi sinar-X dari sampel selanjutnya dianalisis untuk menentukan jenis struktur

kristal berdasarkan data JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standards*). (Munasir, *et al.*, 2012).



Gambar 2.11 Instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD)

Pola difraksi sinar-X dari sampel serbuk menunjukkan intensitas sinar-X terdifraksi sebagai fungsi sudut hamburan. Oleh karena itu, setiap pola posisi dan intensitas puncak difraksi merupakan sidik jari spesifik bagi struktur dan komposisi tertentu. Puncak-puncak dalam pola XRD memenuhi persyaratan Bragg dan berhubungan dengan jarak antar bidang. Semua jarak dalam struktur harus disinari oleh berkas sinar-X, yaitu sejumlah kristalit yang cukup besar dengan orientasi yang acak (Nicholas, *et al.*, 2025). Berikut data representatif hasil analisis XRD Fe_3O_4 , SiO_2 , komposit Fe_3O_4 /Kitosan/ SiO_2 dengan variasi silika 0,5 gram, 0,75 gram, dan 1 gram disajikan berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Insan, (2021) yang ditunjukkan oleh Gambar 2.12 berikut.



Gambar 2.12 Difraktogram Fe_3O_4 , SiO_2 , Komposit Fe_3O_4 /Kitosan/ SiO_2 Dengan Variasi Silika (0,5 gram, 0,75 gram dan 1 gram) (Insan, 2021)

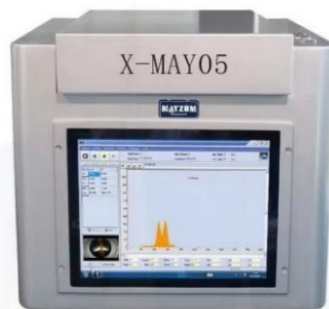
Hasil XRD memperlihatkan puncak-puncak pola difraksi komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan}/\text{SiO}_2$ pada 2θ $30,34^\circ$; $35,55^\circ$; $43,23^\circ$; $57,45^\circ$ dan $62,86^\circ$ yang sesuai dengan data difraktogram *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) Fe_3O_4 nomor 85-1436 dan sudut 2θ $26,64^\circ$ yang bersesuaian dengan *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) SiO_2 No. 01-083-287. Penambahan silika menyebabkan peningkatan puncak intensitas dari komposit sehingga kristalinitas komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan}/\text{SiO}_2$ semakin meningkat (Zamani dan Izadi, 2014). Zakaria, *et al.* (2019) dalam penelitian sebelumnya menyatakan bahwa material dengan tingkat kristalinitas tinggi cenderung memiliki luas permukaan yang lebih kecil, hal ini disebabkan oleh susunan struktural komposit yang lebih rapat.

Difraktogram silika teridentifikasi dalam bentuk kristalin, hal ini dapat dilihat bahwa puncak difraksi yang dihasilkan sempit dan tajam yang menandakan bahwa silika yang dihasilkan merupakan mineral kuarsa sesuai dengan data ICDD No. 01-083-287 pada 2θ $27,41^\circ$; $31,747^\circ$; $45,484^\circ$; $53,977^\circ$; $56,486^\circ$; $66,254^\circ$; $75,295^\circ$; $83,980^\circ$. Data XRD juga menunjukkan puncak-puncak pola difraksi kitosan tidak teridentifikasi, yang disebabkan oleh sifat *hidrofobic* Fe_3O_4 yang sulit untuk diintegrasikan dalam SiO_2 (Wang, *et al.*, 2014).

2.2.9 Analisis XRF

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui kandungan unsur dan persentasenya dalam suatu material. XRF memiliki panjang gelombang 100 Å - 0,1 Å dengan menggunakan sinar-X menjadi sumber energi radiasinya dan memiliki energi yang besar. Prinsip kerja XRF didasarkan pada interaksi antara sinar-X primer dengan elektron pada kulit atom bagian dalam. Ketika sinar-X mengenai atom, elektron dari kulit dalam terlepas dan menciptakan kekosongan pada orbital yang segera diisi oleh elektron dari kulit yang lebih luar. Proses transisi elektron ini melepaskan energi berupa sinar-X sekunder (fluoresensi) yang energinya bersifat unik dan spesifik untuk setiap unsur. Detektor kemudian mengukur energi tersebut untuk menentukan jenis dan konsentrasi unsur dalam sampel tanpa merusak material (Shackley, 2018). Sistem spektrometer XRF dapat dibagi menjadi dua kelompok yaitu *Energy Dispersive X-Ray Fluorescence* (ED-XRF) dan *Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence* (WD-XRF) (Brouwer,

2010). ED-XRD merupakan pembeda pada setiap radiasi fluoresens spesifik dari suatu unsur menurut energi foton yang dihasilkan setelah proses radiasi, sedangkan WD-XRF merupakan pemisah setiap radiasi fluoresens sinar X pada sudut refleksi tertentu menurut panjang gelombangnya (Gosseau, 2009). Alat XRF memiliki keunggulan pada analisis yang lebih simpel, cepat, akurat dan biasanya hanya membutuhkan minimal preparasi sampel. Proses analisisnya non-destruktif dan tidak merusak sampel (Atmodjo, *et al.*, 2013).



Gambar 2.13 Instrumen *X-ray Fluorescence* (XRF)

2.2.10 Analisis AAS

Atomic Adsorption Spectroscopy (AAS) merupakan sebuah instrumen yang digunakan dalam metode analisis untuk menentukan konsentrasi unsur logam dan metaloid berdasarkan penyerapan absorbansi radiasi oleh atom bebas (Fadlelmoula, *et al.*, 2022). Instrumen ini dapat menganalisa kandungan logam yaitu Fe, Zn, Ag, Cr, Ni, Cd, Cu, Ca, Mg, K, Co dan Na (Sugito, *et al.*, 2022). AAS memiliki range ukur optimum pada panjang gelombang 200-300 nm (Skoog, *et al.*, 2000).

Prinsip kerja AAS didasarkan pada penyerapan radiasi cahaya oleh atom bebas dalam keadaan dasar (*ground state*) pada panjang gelombang yang spesifik. Prosesnya dimulai dengan mengubah sampel menjadi uap atom melalui suhu tinggi, biasanya menggunakan nyala api atau tungku, yang kemudian disinari oleh lampu katoda dengan spektrum unik unsur target. Ketika cahaya tersebut melewati populasi atom, terjadi penyerapan energi yang menyebabkan elektron berpindah ke tingkat energi lebih tinggi, di mana jumlah cahaya yang diserap berbanding lurus dengan konsentrasi unsur dalam sampel sesuai Hukum Beer-Lambert (Skoog, *et al.*, 2000). Metode AAS memiliki keunggulan yaitu selektif, spesifik, batas deteksi yang rendah, dan relatif murah dalam hal biaya analisis sehingga luas diaplikasikan di berbagai bidang (Wahab, *et al.*, 2024).



Gambar 2.14 Instrumen *Atomic Adsorption Spectroscopy* (AAS)

