



SKRIPSI

**IMPREGNASI KITOSAN PADA UiO-66
TERMODULASI SERTA APLIKASI KOMPOSIT
SEBAGAI ADSORBEN *METHYL ORANGE*
DALAM AIR**

**BINTI ALFA NIKMATIN
NRP. 0121164000037**

**Dosen Pembimbing
Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D
Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, M.T**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**



SCRIPT

**CHITOSAN IMPREGNATION IN MODIFIED UiO-66
AND APPLICATION OF COMPOSITE AS
ADSORBEN *METHYL ORANGE* FROM AQUEOUS
SOLUTION**

**BINTI ALFA NIKMATIN
NRP. 01211640000037**

**Advisor Lecturer
Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D
Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, M.T**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF SCIENCES AND DATA ANALYTICS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**

**IMPREGNASI KITOSAN PADA UiO-66 TERMODULASI
SERTA APLIKASI KOMPOSIT SEBAGAI ADSORBEN
METHYL ORANGE DALAM AIR**

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan Progam S-1
di Departemen Kimia, Fakultas Sains,
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

Disusun Oleh:

BINTI ALFA NIKMATIN
NRP. 0121164000037

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**

LEMBAR PENGESAHAN

**IMPREGNASI KITOSAN PADA UiO-66 TERMODULASI
SERTA APLIKASI KOMPOSIT SEBAGAI ADSORBEN
METHYL ORANGE DALAM AIR**

SKRIPSI

Oleh:

BINTI ALFA NIKMATIN
NRP. 0121164000037

Surabaya
Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph.D
NIP. 19600622 198603 2 002

Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, M.T
NIP. 19560110 198503 2 001

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, S.Si., M.Si
NIP. 19740428 199802 1 001

IMPREGNASI KITOSAN PADA UiO-66 TERMODULASI SERTA APLIKASI KOMPOSIT SEBAGAI ADSORBEN METHYL ORANGE DALAM AIR

Nama : BINTI ALFA NIKMATIN
NRP : 01211640000037
Departemen : Kimia FSAD – ITS
Pembimbing : 1. Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D
2. Ir. Endang Purwanti
Setyaningsih, M. T

ABSTRAK

Sintesis UiO-66 modulator (UiO-66-M) dilakukan menggunakan metode solvotermal dengan rasio penambahan asam asetat 1 : 100 pada suhu 120°C selama 24 jam. UiO-66-M diimpregnasi dengan kitosan menggunakan variasi jumlah kitosan 2,5%; 5%; 10%; dan 20% dinotasikan sebagai CS(2,5)/UiO-66-M, CS(5)/UiO-66-M, CS(10)/UiO-66-M dan CS(20)/UiO-66-M. Komposit Kitosan/UiO-66-M dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM, TGA dan Adsorpsi desorpsi N₂. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan puncak karakteristik pada $2\theta = 7,12$ dan $8,41^\circ$ sesuai dengan UiO-66 standar. Spektra FTIR menunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang yang sesuai dengan kitosan/UiO-66 yang telah dilaporkan. Hasil SEM menunjukkan morfologi kitosan/UiO-66-M berbentuk oktahedral mirip dengan morfologi UiO-66-M. Hasil uji adsorpsi-desorpsi N₂ menunjukkan S_{BET} dari material UiO-66-M sebesar 1329,98 m²/g. Stabilitas termal dari UiO-66-M dan CS(10)/UiO-66-M mencapai suhu 410°C. Hasil uji adsorpsi MO menunjukkan bahwa CS(20)/UiO-66-M memiliki kapasitas adsorpsi maksimum sebesar 294,118 mg/g serta mengikuti model kinetika orde dua semu dan isotermal Langmuir.

Kata Kunci: UiO-66, Modulator, Kitosan, Komposit Kitosan/UiO-66modulator, *Methyl Orange*, Adsorpsi

**CHITOSAN IMPREGNATION IN MODIFIED UiO-66
AND APPLICATION OF COMPOSITE AS ADSORBEN
METHYL ORANGE FROM AQUEOUS SOLUTION**

Name : Binti Alfa Nikmatin
Student No. : 01211640000037
Department : Chemistry FSains – ITS
Advisor : 1. Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D
2. Ir. Endang Purwanti
Setyaningsih, M. T

ABSTRACT

Synthesis UiO-66 (UiO-66-M) modulator was performed using a solvothermal method with a ratio of acetic acid 1: 100 at 120 ° C for 24 hours. UiO-66-M was impregnated with chitosan using variations in the amount of chitosan 2.5%; 5%; 10%; and 20% are denoted as CS(2,5)/UiO-66-M, CS(5)/UiO-66-M, CS(10)/UiO-66-M and CS(20)/UiO-66-M . Chitosan/UiO-66-M composites were characterized using XRD, FTIR, SEM, TGA and N₂ desorption adsorption. The XRD characterization results showed characteristic peaks at $2\theta = 7.12$ and 8.41° according to the UiO-66 standard. The FTIR spectra chose the absorption band at the wave number in accordance with the approved Chitosan/UiO-66. SEM results show that morphology of Chitosan/UiO-66-M is similar to octahedral with morphology of UiO-66-M. N₂ adsorption-desorption test results showed S_{BET} from UiO-66-M material was 1329.98 m²/g. The thermal stability of UiO-66-M and CS(10)/UiO-66-M reaches a temperature of 410 °C. The MO adsorption test results show that CS(20)/UiO-66-M has the highest adsorption capacity of 294,118 mg/g as well as taking a pseudo second-order kinetics model and the Langmuir isothermal.

Keywords: UiO-66, Modulator, Chitosan, Composite Chitosan /
UiO-66-Modulator, *Methyl Orange*, Adsorption

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin, puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah Skripsi yang berjudul “**Impregnasi Kitosan Pada UiO-66 Termodulasi Serta Aplikasi Komposit Sebagai Adsorben *Methyl orange* Dalam Air**” dapat terselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Untuk itu, Penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D., dan Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, M.T, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses tugas akhir ini
2. Prof. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, S.Si., M.Si, selaku Kepala Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah skripsi ini dapat terselesaikan
3. Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, M.T, selaku dosen wali yang telah memberikan, pengarahan, semangat dan masukan selama pengerjaan tugas akhir ini
4. Dr. Djoko Hartanto, S.Si., M.Si., selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi (KME) yang telah memberikan fasilitas, pengarahan, semangat dan masukan selama pengerjaan tugas akhir ini
5. Orang tua Penulis yang selalu memberikan doa, semangat, dukungan yang tiada henti
6. Teman-teman mahasiswa Departemen Kimia FSAD-ITS, teman-teman Magnum Opus angkatan 2016 dan teman-teman Ukm Cinta Rebana ITS angkatan 2016
7. Tim Riset dibawah bimbingan Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D. Wulan, Alvin, Terry, Lussy Rizal dan Mbak Dety serta teman-teman Laboratorium KME yang selalu membantu, memberikan semangat, doa dan dukungannya

8. Pihak lain yang telah ikut mendukung mendoakan dan membantu terselesaikannya naskah Skripsi ini, yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, Penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca untuk meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga naskah ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya,

Penulis

*Karya ini kupersembahkan untuk Ibu, Ayah, adek beserta
keluarga tersayang
Dosen pembimbing, Dosen wali, dan Dosen penguji
Keluarga kecilku, Magnum Opus, Nitijen, Painem, Alipiyah
Serta seluruh teman-teman yang selalu memotivasi dan
mendukungku.*

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan	5
1.5 Manfaat	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 <i>Metal Organic Framework</i> (MOF).....	7
2.2 <i>University of Oslo-66</i> (UiO-66)	8
2.3 Kitosan.....	10
2.4 Sintesis UiO-66.....	11
2.4.1 Metode Sintesis Solvotermal.....	11
2.4.2 Metode Penambahan Modulator	11
2.5 Sintesis Komposit Kitosan/UiO-66-Modulator	12
2.6 <i>Methyl Orange</i> (MO).....	12
2.7 Adsorpsi	13
2.7.1 Isotermal Adsorpsi	15

2.7.2 Kinetika Adsorpsi	16
2.8 Karakterisasi Material	17
2.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)	17
2.8.2 Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR)	19
2.8.3 Thermal Gravimetric Analisis (TGA).....	22
2.8.4 Scanning Elektron Microscope—Energy Dispersive X-Ray SEM-EDX	23
2.8.5 Braunanear, Emmelt dan Teller (BET).....	24
2.8.6 Spektrofotometer UV-Vis.....	27
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	29
3.1 Alat dan Bahan	29
3.1.1 Alat	29
3.1.2 Bahan	29
3.2 Prosedur Percobaan	29
3.2.1 Sintesis UiO-66 dengan Penambahan Modulator Asam Asetat	29
3.2.2 Sintesis Komposit Kitosan/UiO-66	30
3.3 Uji Adsorpsi	31
3.3.1 Pembuatan Larutan Induk <i>Methyl orange</i>	31
3.3.2 Pembuatan Larutan Standar dan Kurva Kalibrasi....	31
3.3.3 Pengaruh Variasi Waktu Kontak	31
3.3.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi.....	32
3.3.5 Penentuan Kinetika Adsorpsi.....	33
3.3.6 Penentuan Isotermal Adsorpsi	34
3.4 Karakterisasi Hasil Sintesis	34
3.4.1 X-Ray Diffraction (XRD).....	34

3.4.2	<i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)</i>	35
3.4.3	<i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	35
3.4.4	<i>Thermal Gravimetric Analysis (TGA)</i>	35
3.4.5	Adsorpsi Desorpsi N ₂	36
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1	Hasil Sintesis	37
4.2	Hasil Karakterisasi XRD	40
4.3	Hasil Karakterisasi FTIR	42
4.4	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	46
4.5	Hasil Karakterisasi TGA.....	52
4.6	Hasil Karakterisasi Adsorpsi Desorpsi N ₂	55
4.7	Hasil Adsorpsi Zat Warna.....	59
4.7.1	Penentuan Waktu Kontak	60
4.7.2	Kinetika Adsorpsi	62
4.7.3	Pengaruh Variasi Konsentrasi.....	65
4.7.4	Isoterm Adsorpsi.....	66
4.7.5	Hasil Karakterisasi FTIR Setelah Adsorpsi	70
BAB V	KESIMPULAN	73
5.1	Kesimpulan	73
5.2	Saran	73
DAFTAR PUSTAKA	75
LAMPIRAN	87
BIODATA PENULIS	141

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Secondary Building Unit (SBU) (Gangu dkk., 2016).....	8
Gambar 2.2	Struktur kristal UiO-66 (Zr polyhedral ditandai warna biru, O warna merah muda, C warna abu-abu dan kekosongan ditengah diwakili warna kuning).....	9
Gambar 2.3	Struktur Kitosan (Thate, 2014).....	10
Gambar 2.4	Struktur <i>methyl orange</i> (Huang, 2017).	13
Gambar 2.5	Mekanisme jalannya sinar pada XRD	18
Gambar 2.6	Pola XRD UiO-66 pada kondisi: U-0, U-50, U-100, U-150, U-200 dan U-HCl (Qiu dkk., 2017).....	19
Gambar 2.7	Skema Instrumen FTIR.....	20
Gambar 2.8	Spektra FTIR dari UiO-66 dan UiO-66-NH ₂ (Kandiah dkk., 2010).	21
Gambar 2.9	Profil TGA Zr-bdc (30 ekivalen asam benzoat, DMF dan THF) dan Zr-bdc (tanpa asam benzoat).....	22
Gambar 2.10	Hasil SEM (a)UiO-66 dan (b) UiO-66 modulator 50 ekivalen (Qiu dkk., 2017).....	23
Gambar 2.11	ipe grafik adsorpsi isotermal berdasarkan IUPAC (Inagaki, 2016).....	25
Gambar 2.12	Tipe loop histerisis menurut IUPAC.....	26
Gambar 2.13	Isotermal adsorpsi-desorpsi UiO-66 dan UiO-66 modulator (Qiu dkk., 2017).....	27
Gambar 4.1	Sintesis solvotermal [A] sebelum proses solvotermal [B] sesudah proses solvotermal.....	38
Gambar 4.2	Material hasil sintesis [A] UiO-66-M [B] CS(2,5)/UiO-66-M [C] CS(5)/UiO-66-M [D] CS(10)/UiO-66-M [E] CS(20)/UiO-66-M.....	40

Gambar 4.3	Difraktogram padatan hasil sintesis.....	41
Gambar 4.4	Spektra FTIR Material UiO-66, UiO-66-M, Kitosan/UiO-66-M.....	43
Gambar 4.5	Morfologi permukaan UiO-66.....	46
Gambar 4.6	Morfologi permukaan UiO-66-M.....	47
Gambar 4.7	Morfologi permukaan CS(10)/UiO-66-M	49
Gambar 4.8	EDX Kristal UiO-66-M.....	50
Gambar 4.9	EDX Kristal CS(10)/UiO-66-M	51
Gambar 4.10	EDX peta sebaran atom penyusun komposit CS(10)/UiO-66-M.....	51
Gambar 4.11	Kurva hasil analisis termal padatan (a) UiO- 66-M (b) CS(10)/UiO-66-M	53
Gambar 4.12	Kurva isotherm adsorpsi-desorpsi N ₂ material hasil sintesis	56
Gambar 4.13a	Distribusi ukuran pori.....	58
Gambar 4.13b	Distribusi ukuran pori.....	59
Gambar 4.14	Kurva kalibrasi <i>methyl orange</i>	60
Gambar 4.15	Grafik variasi waktu kontak pada adsorpsi zat warna <i>methyl range</i>	61
Gambar 4.16	Plot Kinetika Orde Satu Semu.....	62
Gambar 4.17	Plot Kinetika Orde Dua Semu.....	63
Gambar 4.18	Plot variasi konsentrasi adsorpsi <i>methyl orange</i>	65
Gambar 4.19	Isotermal Langmuir adsorpsi <i>methyl orange</i>	67
Gambar 4.20	Isotermal Freundlich adsorpsi <i>methyl orange</i>	67
Gambar 4.21	Kapasitas adsorpsi material hasil sintesis.....	69
Gambar 4.22	Spektra FTIR adsorben sebelum dan sete- lah adsorpsi.....	71

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbedaan jenis Adsorpsi (Bansal dan Meenakshi, 2005).....	14
Tabel 4.1	Variasi massa kitosan, volume asam asetat 2%, Notasi material dan massa hasil sintesis	39
Tabel 4.2	Pola difraktogram padatan hasil sintesis	41
Tabel 4.3	Pita serapan material hasil sintesis dan gugus fungsi.....	45
Tabel 4.4	Komposisi berat UiO-66 dan Cs(10)/UiO-66-M....	52
Tabel 4.5	Rentang suhu dekomposisi dan persentase pengurangan massa pada masing-masing sampel...55	
Tabel 4.6	Luas permukaan spesifik (S_{BET}), volume pori dan diameter pori dari material hasil sintesis.....	57
Tabel 4.7	Data absorbansi larutan standar <i>methyl orange</i>	59
Tabel 4.8	Parameter Model Kinetika Orde Satu Semu dan Orde Dua Semu	64
Tabel 4.9	Data isotermal adsorpsi	68
Tabel 4.10	Kapasitas adsorpsi maksimum <i>methyl orange</i> dari berbagai adsorben.....	70

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring meningkatnya populasi penduduk di dunia khususnya di Indonesia, memberikan pengaruh terhadap peningkatan permintaan pasar untuk industri tekstil. Proses produksi akhirnya meningkat untuk dapat memenuhi permintaan pasar, namun selama beberapa dekade terakhir menimbulkan ancaman besar terhadap lingkungan karena kandungan pewarna sintetis yang terdapat dalam limbah industri. Sekitar 10–15% pewarna terbuang ke lingkungan di seluruh dunia setelah digunakan dalam unit pewarnaan (Moussavi dan Mahmoudi, 2009). Menurut Wang dkk. 2019 penggunaan zat warna pada industri tekstil setiap tahunnya mencapai lebih dari 700.000 ton pewarna dan hampir 20% zat warna larut ke dalam air limbah industri yang dapat memberikan dampak negatif bagi lingkungan dan kesehatan. Salah satu pewarna yang sering digunakan dalam industri tekstil yaitu *methyl orange* (MO).

MO merupakan zat warna anionik dengan gugus fungsi azo, berbentuk serbuk berwarna jingga tua yang memiliki ukuran molekul 1,58 x 0,65 x, 0,26 nm (Minmin dkk., 2012). Sebagian besar pewarna anionik dari tekstil, pakaian, percetakan dan proses pewarnaan dianggap cukup berbahaya dan beracun bagi beberapa organisme. Ketika pewarna ini dibuang ke badan air, akan menyebabkan kerusakan langsung ke biota perairan. MO juga dapat menyebabkan alergi (Obei dkk 2013). Keberadaan zat warna dalam perairan juga dapat mengurangi serapan cahaya matahari sehingga dapat mengganggu proses fotosintesis tanaman air yang menyebabkan berkurangnya kadar oksigen dalam air (Gong dkk., 2005). Oleh karena itu, jumlah MO di perairan perlu dikurangi.

Ada banyak studi tentang teknik untuk mengurangi kadar pewarna dari air limbah termasuk degradasi fotokimia, degradasi biologis (Nataraj dkk., 2009), koagulasi (Baseri dkk., 2013), oksidasi kimia (Azizian dkk., 2009) dan adsorpsi (Kiran dkk., 2013). Di antara teknik-teknik ini, adsorpsi adalah salah satu

metode paling efektif untuk menghilangkan pewarna (Nethaji dkk., 2013). Adsorpsi merupakan suatu teknik yang efisien untuk menghadapi kontaminan limbah cair karena dapat menghilangkan bau serta menurunkan kadar zat warna dari larutan dengan sempurna tanpa mengubahnya menjadi senyawa yang lebih berbahaya. Banyak material seperti karbon aktif dan zeolit telah digunakan untuk adsorpsi zat warna (Yang dkk., 2016), tetapi kapasitas adsorpsi dari adsorben tersebut tidak tinggi dan selektivitasnya rendah (Zhang dkk., 2016).

Berbeda dari adsorben umum lainnya, MOF memiliki struktur unik yang menghasilkan porositas yang jauh lebih besar dan area permukaan yang tinggi, yang menunjukkan bahwa mereka mungkin memiliki potensi besar dalam banyak aplikasi, termasuk pemisahan adsorptif, perbaikan lingkungan dan pengiriman obat. MOF juga memiliki luas permukaan tinggi sekitar 1000–3000 m²/g serta memiliki keunggulan berupa mudah disintesis dengan berbagai metode tergantung pada struktur dan sifat yang diinginkan. Saat ini, MOF semakin menarik perhatian luas sebagai bahan untuk menghilangkan polutan beracun. Jenis MOF yang umum dikenal antara lain adalah *Zeolitic Imidazolate Framework* (ZIF), *Hongkong University of Science and Technology* (HKUST) dan *Zirconium Metal Organic Frameworks* (UiO) (Kuppler dkk., 2009)

UiO-66 adalah MOF yang menjanjikan karena mempunyai kestabilan yang tinggi serta tidak terdegradasi asam. UiO-66 juga dapat dimodifikasi dengan berbagai cara, selama awal sintesis dan paska-sintesis (Peterson dkk., 2013). Salah satu modifikasi yang dapat diaplikasikan dalam sintesis UiO-66 yaitu dengan penambahan modulator. Beberapa modulator yang digunakan adalah asam karboksilat seperti asam asetat, asam format, asam benzoat, asam trifluoroasetik. Iflakah dan Ediaty (2015) menyatakan bahwa penggunaan asam asetat sebagai modulator mampu meningkatkan kelarutan BDC dan logam, serta meningkatkan kristanilitas. Selain itu ion logam tidak akan menggumpal membentuk kristal yang besar (ukuran partikel

mengecil). Penambahan modulator pada sintesis UiO-66 dimana ligan monodentat (modulator) dengan gugus fungsi yang sama dengan ligan multidentat yang ada pada UiO-66 ditambahkan selama proses sintesis. Dalam proses ini, terjadi kompetisi antara ligan monodentat dengan ligan multidentat pada MOF untuk berikatan secara koordinasi dengan logam selama proses kristalisasi, sehingga penambahan modulator selama proses sintesis mampu mengontrol porositas dan ukuran kristal menjadi lebih kristalin.

Untuk meningkatkan sisi aktif dari UiO-66 diperlukan adanya modifikasi. Salah satu material yang banyak digunakan sebagai modifikasi untuk penambahan sisi aktif yaitu kitosan. Kitosan merupakan polisakarida berbentuk linear yang terdiri dari monomer N-asetil glukosamin dan D-glukosamin yang terbentuk dari proses deasetilasi kitin. Kitosan menarik perhatian karena kandungan nitrogennya yang tinggi dan memiliki sifat yang baik, seperti biokompatibilitas, biodegradabilitas, toksisitas yang rendah serta kemampuan adsorptif yang baik (Kumirska dkk., 2010). Kitosan memiliki gugus amina ($-NH_2$) sebagai sisi aktif, $-NH_2$ akan menangkap H^+ dari lingkungannya sehingga gugus aminanya terprotonasi menjadi $-NH_3^+$. Muatan positif $-NH_3^+$ ini dapat dimanfaatkan untuk mengadsorpsi zat warna anionik (Sugita dkk., 2009).

Modifikasi kitosan terhadap MOF (ZIF-8) sebelumnya telah dilakukan oleh (Yao dkk., 2013) dengan metode in-situ dan diuji kinerjanya untuk adsorpsi CO_2 . Pada penelitian tersebut menunjukkan bahwa modifikasi kitosan menghasilkan kinerja adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan ZIF-8 standart tanpa kitosan. Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini dilakukan sintesis UiO-66 dengan modulator asam asetat yang diimpreg dengan kitosan. Modifikasi ini bertujuan untuk menambah sisi aktif pada UiO-66 karena terdapat gugus NH_2 sehingga dapat meningkatkan kinerja adsorpsinya sebagai adsorben zat warna MO dalam air. Pada penelitian ini dilakukan variasi penambahan massa kitosan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur

kristanilitas, morfologi kristal, luas permukaan serta kinerja adsorpsinya.

1.2 Rumusan Masalah

Telah banyak penelitian yang dilakukan untuk meningkatkan sisi aktif pada material berpori, salah satunya yaitu dengan modifikasi kitosan. Seperti yang telah dilakukan Xie dkk. (2013) yang memanfaatkan kitosan untuk memodifikasi zeolit untuk mengurangi polutan dalam air. Hasilnya menunjukkan bahwa komposit efektif untuk mengurangi berbagai polutan dalam air. Material berpori UiO-66 telah banyak digunakan sebagai material adsorben. Sintesis UiO-66 dapat dilakukan dengan beberapa metode salah satunya yaitu metode solvotermal dengan penambahan modulator untuk meningkatkan luas permukaan dan kristanilitasnya. Namun penambahan modulator masih belum dapat mengoptimalkan adsorpsi terhadap zat warna *metyl orange* karena sisi aktif adsorben yang masih kurang. Untuk meningkatkan sisi aktif dari UiO-66 dapat dilakukan cara yaitu dengan modifikasi menggunakan kitosan. Seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Wang dkk., (2016) bahwa sintesis komposit MOF-Kitosan dapat digunakan sebagai adsorben untuk menghilangkan logam berat. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis Kitosan/UiO-66 dengan modulator asam asetat menggunakan metode impregnasi dengan variasi massa kitosan, yang diharapkan dapat menghasilkan komposit kitosan/UiO-66-M dengan kinerja adsorpsi yang baik sebagai adsorben zat warna MO dalam air.

1.3 Batasan Masalah

Sintesis UiO-66 dilakukan dengan metode solvotermal pada kondisi suhu 120 °C selama 24 jam dalam pelarut DMF serta penambahan modulator asam asetat. Pada penelitian ini dilakukan modifikasi kitosan dengan cara impregnasi. Variasi massa kitosan yang ditambahkan yaitu 2,5; 5; 10; 20% terhadap massa UiO-66. Material UiO-66 termodulasi dan komposit Kitosan/UiO-66-M digunakan sebagai adsorben pada adsorpsi zat warna MO. Studi adsorpsi meliputi waktu kontak untuk menentukan model kinetika

dan konsentrasi untuk mengetahui model isotermal adsorpsi. Variasi waktu kontak yang digunakan yaitu 2; 4; 6; 8; 10; 15; 20; 30; 40; 50 menit. Variasi konsentrasi adsorbat yang digunakan yaitu 100; 150; 200; 250; 300 dan 350 mg/L.

1.4 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan material UiO-66 termodulasi (UiO-66-M) serta komposit kitosan /UiO-66-M yang disintesis dengan metode impregnasi untuk mengetahui kapasitas, kinetika, dan isotermal adsorpsi dari material UiO-66-M dan Kitosan/UiO-66-M.

1.5 Manfaat

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap perkembangan penelitian tentang modifikasi pada material berpori serta aplikasinya untuk adsorpsi zat warna pada limbah cair.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

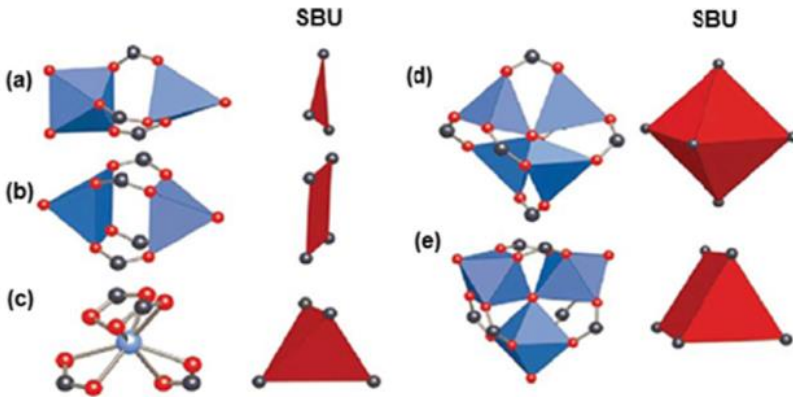
2.1 *Metal Organic Framework (MOF)*

Metal Organic Framework (MOF) merupakan suatu golongan material hibrida organik-anorganik yang dibangun dari kluster logam yang saling berhubungan melalui suatu ligan rantai organik (Choi dkk., 2008). MOF umumnya terdiri dari berbagai ion logam transisi dan ligan (Furukawa dkk., 2012). MOF memiliki struktur kerangka yang dibangun dari berbagai macam logam dengan ligan organik yang bervariasi. Variasi tersebut menghasilkan MOF yang memiliki bentuk struktur, topografi, sifat fisika dan sifat kimia berbeda - beda yang menghasilkan densitas kecil, struktur kristalin yang tinggi dan ukuran pori yang dapat diatur.

Struktur MOF dipengaruhi oleh karakteristik dari ligan penyusunnya seperti sudut, panjang ligan, bulkiness, dan kiralitas. MOF memiliki struktur yang unik dengan luas permukaan yang tinggi. Apabila dibandingkan dengan zeolit maka luas permukaan MOF jauh lebih besar. Struktur MOF secara eksperimental memiliki luas permukaan sekitar 1000–3000 m²/g. Dalam memprediksi struktur dari suatu MOF digunakan konsep *secondary building unit (SBU)*. SBU merupakan frameworks yang terbentuk dari gugus (*cluster*) anorganik yang terhubung dengan ligan organik. Beberapa bentuk SBU yang biasa ditemukan dalam struktur MOF adalah segitiga, segi empat, tetrahedral dan oktahedral (Gangu dkk., 2016). Gambar 2.1 berikut menunjukkan jenis-jenis SBU.

Material MOF umumnya memiliki volume pori yang besar yaitu pada kisaran 0,2 hingga 0,8 cm³/g, namun pada beberapa MOF ukuran porinya dapat mencapai 1,1 cm³/g (Rowell dkk., 2004). MOF biasanya stabil pada suhu 250 °C namun rekor terbaik menunjukkan bahwa kerangka MOF mampu mempertahankan diri bahkan sampai lebih tinggi dari 500 °C (Jiang dkk., 2013). Keunggulan tersebut menjadikan MOF dapat diaplikasikan dalam

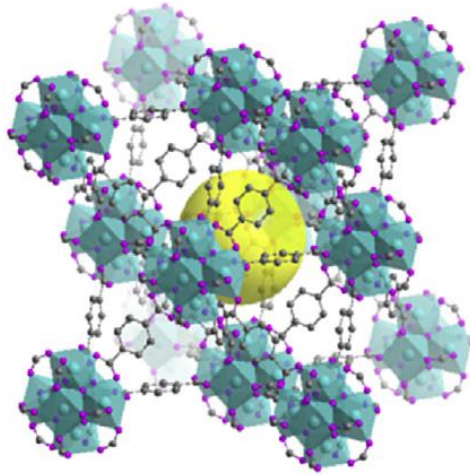
berbagai bidang, seperti katalis, material penyimpan hidrogen, material pemisah, penukar ion, pemisahan adsorptif, perbaikan lingkungan dan pengiriman obat. Beberapa contoh MOF yang sering digunakan adalah UiO-66, ZIF-8, HKUST-1, MOF-5, Cu-BTC, Fe-BTC, dan lain sebagainya.



Gambar 2.1 Secondary Building Unit (SBU) (Gangu dkk., 2016).

2.2 *University of Oslo-66 (UiO-66)*

UiO-66 (*University of Oslo-66*) adalah salah satu bagian dari sub kelas MOF yaitu Zr-MOF. Zr-MOF diklasifikasikan menjadi UiO-66; UiO-67; dan UiO-68 tergantung jenis asam dikarboksilat yang mengikat. UiO-66 tersusun dari $(Zr_6O_6(OH)_4(CO_2)_{12})$ dan *linkers* organik 1,4-benzendikarboksilat. UiO-66 memiliki sifat yang stabil, pada kondisi yang ideal struktur UiO-66 terdiri dari koordinasi antara ion zirkonium dengan delapan atom oksigen dan bergabung dengan enam kluster membentuk $Zr_6O_4(OH)_4$. Selain itu Zr dapat memberikan kekuatan ikatan yang cukup tinggi pada Zr-O dalam framework. UiO-66 memiliki struktur kristal kubik berpusat muka, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2.

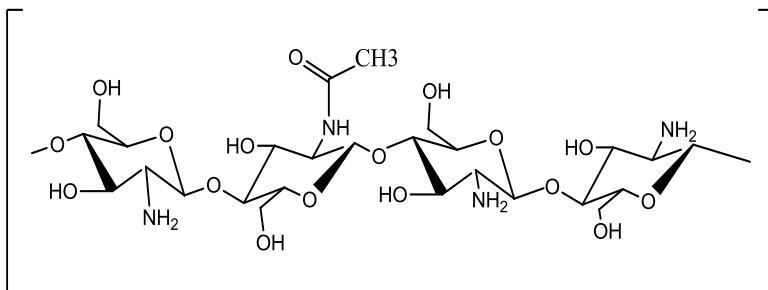


Gambar 2.2 Struktur kristal UiO-66 (Zr polyhedral ditandai warna biru, O warna merah muda, C warna abu-abu dan kekosongan ditengah diwakili warna kuning)

Setiap pusat logam zirkonium terhubung dengan 12 jembatan BDC (1,4-benzenadikarboksiat) untuk membentuk kerangka 3D, yang menjadi alasan utama kestabilan UiO-66 tinggi (Yang dkk., 2018). Stabilitas termal UiO-66 yang tinggi dapat mencapai 500 °C (Nurherdiana dan Ediati, 2015). Struktur kristal UiO-66 dapat tetap stabil dalam pelarut seperti dimetilformamida (DMF), metanol, atau aseton yang menandakan strukturnya resisten terhadap asam dan alkali tertentu (Piscopo dkk., 2015). UiO-66 dapat disintesis dalam kondisi asam dengan penambahan larutan asam klorida, asam benzoat dan asam asetat. UiO-66 telah banyak diaplikasikan sebagai pemisah gas, katalis, dan adsorben (Kim dkk., 2015).

2.3 Kitosan

Kitosan merupakan suatu biopolimer dari D-glukosamin yang dihasilkan dari proses deasetilasi kitin dengan menggunakan alkali kuat dan melalui reaksi kimia dengan tahap-tahap deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Kitosan bersifat sebagai polimer kationik yang tidak larut dalam air, dan larutan alkali dengan pH di atas 6,5. Kitosan mudah larut dalam asam organik seperti asam formiat, asam asetat, dan asam sitrat (Mekawati dkk, 2000). Kelarutannya dalam asam organik disebabkan oleh persen amino yang dimiliki oleh kitosan dan akan membentuk larutan kental yang dapat digunakan untuk membentuk gel dalam berbagai bentuk seperti partikel, membran, lapisan, serat dan spon (Jin dkk., 2004). Kitosan adalah salah satu polimer yang memiliki rantai tidak linier dengan rumus umum $(C_6H_{11}O_4)_n$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Thate, 2014).



Gambar 2.3 Struktur Kitosan (Thate, 2014).

Penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Wang, dkk (2016) menunjukkan bahwa sintesis MOF-Kitosan dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi maksimum pada ion logam Cr (VI) sebesar 93,6 mg/g pada temperatur 40°C. Hasil kapasitas adsorpsi tersebut lebih tinggi daripada adsorpsi ion logam Cr (VI) menggunakan MOF-867 sebesar 53,4 mg/g (Jamshidifard dkk., 2019).

2.4 Sintesis UiO-66

Pertama kali UiO-66 disintesis pada tahun 2008 di Departemen Kimia, University of Oslo oleh Jasmina Hafizovic Cavka menggunakan metode solvotermal. Prekursor yang digunakan adalah logam $ZrCl_4$ dan H_2BDC sebagai ligan organiknya. Beberapa pelarut yang biasa digunakan untuk sintesis UiO-66 yaitu DMF (*N-N'*-dimethylformamide), benzene dan aseton. Sintesis dilakukan dengan memanaskan reaktan dan pelarut dalam autoclave pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ (diatas titik didih DMF sebagai pelarut) selama 24 jam. Penggunaan pelarut DMF menghasilkan kristal UiO-66 dengan kristanilitas yang tinggi.

2.4.1 Metode Sintesis Solvotermal

Metode sintesis solvotermal merupakan suatu proses sintesis dengan menggunakan pelarut selain air, yang dilakukan dalam bejana tertutup. Sintesis solvotermal dilakukan pada suhu yang lebih tinggi dari titik didih pelarut. Reaksi solvotermal dapat dilakukan pada rentang suhu tertentu, tergantung kebutuhan reaksi (Dey dkk., 2014). Pada sintesis solvotermal banyak prekursor yang berubah diikuti pembentukan morfologi nano yang tidak dapat dicapai oleh metode konvensional. Proses kristalisasi pada reaksi solvotermal dipengaruhi oleh lamanya waktu pemanasan dan suhu yang digunakan (Jamshidifard dkk, 2019) (Rahmawati dkk., 2014).

2.4.2 Metode Penambahan Modulator

Metode solvotermal sangat mudah diaplikasikan, tetapi memiliki kelemahan yaitu produknya membentuk agregat berukuran mikro nanokristal atau intergrown crystal (Cavka dkk., 2008, Abid dkk., 2012 dan Ren dkk., 2013). Intergrown pada produk solvotermal dapat diminimalisir dengan melakukan penambahan modulator seperti yang pernah dilaporkan oleh Vermoortele (2013). Selain itu, penambahan modulator juga dapat meningkatkan luas permukaan spesifik. Secara umum, modulator yang biasa digunakan adalah asam karboksilat seperti asam asetat, asam format, asam benzoat, asam pivalik, asam trikloroasetat dan asam trifluoroasetik.

2.5 Sintesis Komposit Kitosan/UiO-66-Modulator

Sintesis komposit Kitosan/UiO-66-Modulator dilakukan dengan menggunakan metode impregnasi. Penelitian yang pernah dilakukan oleh Wang dkk (2016) yaitu sintesis Kitosan-MOF yang digunakan sebagai adsorben Logam berat menggunakan kitosan sejumlah 1,8 gram yang dilarutkan ke dalam larutan asam asetat (25 mL, 5 wt%). Kemudian ditambahkan 0,2 gram MOF. Proses pengeringan dilakukan pada suhu 60°C menggunakan oven sampai didapatkan berat konstan. Komposit hasil sintesis menunjukkan bahwa sintesis Kitosan-MOF dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi maksimum pada ion logam Cr (VI) sebesar 93,6 mg/g pada pH = 2 dan temperatur 40°C. Kapasitas adsorpsi pada logam Cu (II) adalah 50,6 mg/g pada pH 5 dan suhu 60 °C, sedangkan pada logam Ni (II) mencapai sekitar 60mg/g pada pH 5 dan suhu 20 °C. Komposit kitosan-MOF yang disintesis dengan metode impregnasi terbukti memiliki kinerja baik dalam menghilangkan ion logam berat.

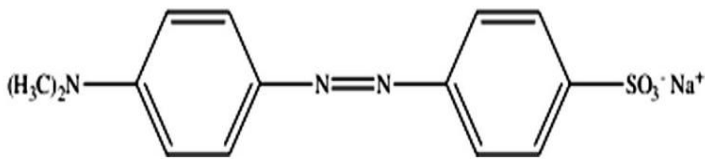
Penelitian yang pernah dilakukan oleh Dos Santos dkk., (2019) menunjukkan bahwa material CoFe₂O₄/Kitosan memiliki kinerja yang baik sebagai adsorben zat warna *indigotine blue*, dengan kapasitas adsorpsi sebesar 380,88 mg/g pada suhu 55°C. Komposit magnetik CoFe₂O₄/Kitosan cukup efisien untuk menghilangkan pewarna dari media berair dengan memberikan keuntungan seperti kinetik yang cepat, kapasitas adsorpsi yang tinggi dan sifat magnetik yang memudahkan pemisahan setelah adsorpsi. Dari penelitian terdahulu terlihat bahwa modifikasi dengan kitosan dapat meningkatkan kinerja adsorpsi.

2.6 Methyl Orange (MO)

Methyl orange merupakan salah satu zat warna anionic yang mengandung gugus azo yang sering digunakan dalam industri tekstil pada proses pewarnaan dan indikator dalam penentuan titik akhir titrasi. Senyawa azo bersifat karsinogenik dan sulit didegradasi, sehingga apabila dibuang ke sistem perairan akan merusak ekosistem di dalamnya (Widjajanti dkk., 2011). *Methyl orange* dapat menyebabkan *hypersensitivity* dan alergi (Obei dkk.,

2013). Keberadaan zat warna dalam perairan juga dapat mengurangi serapan cahaya matahari sehingga dapat mengganggu proses fotosintesis tanaman yang menyebabkan berkurangnya kadar oksigen dalam air (Gong dkk. 2005).

MO dibuat dari asam sulfanilat dan N, N-dimethylaniline. MO berbentuk serbuk berwarna jingga tua, memiliki ukuran molekul $1,58 \times 0,65 \times 0,26$ nm, berat molekul 327,33 g/mol dan rumus molekulnya $\text{CH}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ (Minmin dkk., 2012). Panjang gelombang maksimum larutan MO adalah sekitar 464 nm. MO memiliki kelarutan yang rendah dalam air dan dapat dihilangkan seperti partikel koloid. Struktur dari MO ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Struktur *methyl orange* (Huang, 2017)

2.7 Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses penggumpalan substansi terlarut dalam larutan oleh permukaan zat penyerap yang mengakibatkan masuknya bahan dan mengumpul dalam suatu zat penyerap. Adsorpsi juga disebut sebagai proses pemusatan molekul atau ion adsorbat secara fisika atau kimia di atas permukaan adsorben sebagai akibat daripada ketidakseimbangan gaya permukaan (Eckenfelder, 2000). Proses adsorpsi terdiri dari dua unsur yaitu adsorben dan adsorbat. Yang dimaksud dengan adsorben adalah zat yang berperan sebagai penyerap atau pengadsorp, sedangkan adsorbat adalah zat yang diserap oleh adsorben (Giyatmi, 2008). Adsorben pada umumnya merupakan material berpori, karena proses adsorpsi akan terjadi di pori-pori di dalam partikel tersebut. Ukuran pori dari adsorben biasanya berukuran sangat kecil, sehingga luas permukaannya besar. Semakin besar luas permukaan

dari suatu pori adsorben maka akan semakin banyak jumlah adsorbat yang akan terserap. Penyerapan terjadi karena perbedaan bobot molekul atau karena perbedaan polaritas yang menyebabkan sebagian molekul melekat pada permukaan adsorben lebih erat daripada molekul lainnya (Saragih, 2008).

Berdasarkan interaksi molekular yang terjadi antara permukaan adsorben dengan adsorbat, proses adsorpsi dibagi menjadi dua jenis. Pertama yaitu adsorpsi fisika (*physisorption*) terjadi karena adanya gaya *Van Der Waals*, yaitu gaya tarik menarik yang relatif lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben, pada adsorpsi fisik adsorbat tidak terikat kuat pada bagian permukaan adsorben sehingga adsorbat dapat bergerak dari suatu bagian permukaan ke bagian permukaan lainnya, dan pada permukaan yang ditinggalkan oleh adsorbat yang satu dapat digantikan oleh adsorbat lainnya (multilayer). Kedua yaitu adsorpsi kimia (*chemisorption*) terjadi karena terbentuknya ikatan kovalen dan ion antara molekul adsorbat dengan adsorben. Ikatan yang terbentuk merupakan ikatan yang kuat sehingga lapisan yang terbentuk adalah monolayer.

Adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia dibedakan berdasarkan kriteria antara lain, dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Bansal dan Meenakshi, 2005). Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi antara lain yaitu agitasi, karakteristik adsorben, kelarutan adsorbat (Hassler, 1974), ukuran pori adsorben, pH, temperature, waktu kontak (Low dkk, 1995).

Tabel 2.1 Jenis Adsorpsi (Bansal dan Meenakshi, 2005)

Adsorpsi fisika	Adsorpsi kimia
Entalpi adsorpsi kecil (biasanya kurang dari 20 KJ/mol)	Entalpi adsorpsi besar (biasanya antara 40-400 KJ/mol)
Terjadi adsorpsi multiayer	Kemayoritas monolayer
Terjadi pada temperatur dibawah titik didih adsorbat	Dapat terjadi pada temperatur tinggi
Tidak melibatkan energi aktivasi	Proses adsorpsi terjadi bila sistem mempunyai energi aktivasi

2.7.1 Isotermal Adsorpsi

Isotermal adsorpsi merupakan fungsi konsentrasi zat terlarut yang terserap pada zat padat terhadap konsentrasi larutan. Isotherm adsorpsi dapat digunakan untuk mengetahui perubahan konsentrasi adsorbat melalui mekanisme adsorpsinya. Persamaan yang dapat digunakan untuk menjelaskan data percobaan Isotherm dikaji oleh Freundlich, Langmuir, serta Brunauer, Emmet dan Teller (BET). Tipe Isotherm adsorpsi dapat digunakan untuk mempelajari mekanisme adsorpsi fase cair maupun padat yang pada umumnya mengikuti tipe Isotherm Freundlich dan Langmuir (Atkins, 1999).

a. Isotermal Adsorpsi Langmuir

Model isotherm Langmuir menggambarkan bahwa hanya terdapat satu lapisan adsorpsi dengan asumsi sejumlah sisi aktif yang ada pada permukaan adsorben memiliki energi yang sama, serta adsorpsi bersifat balik (Atkins, 1999). Pada model isotherm ini semua adsorbat hanya teradsorpsi pada sisi aktif dan tidak terjadi interaksi antar adsorbat, sehingga yang terbentuk adalah lapisan adsorpsi monolayer. Persamaan Langmuir dijelaskan pada persamaan 2.1:

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_m} + \frac{1}{q_m \times K_L \times C_e} \quad (2.1)$$

Keterangan :

- q_e : Jumlah adsorbat yang teradsorpsi (mg/g)
- C_e : Konsentrasi adsorbat saat kesetimbangan (mg/L)
- q_m : Kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g)
- K_L : Konstanta adsorpsi Langmuir (L/mg).

Nilai $\frac{1}{C_e}$ digunakan sebagai sumbu x dan $\frac{1}{q_e}$ sebagai sumbu y, yang kemudian di plot untuk mendapatkan nilai koefisien korelasi (R^2). Nilai (R^2) digunakan untuk menjelaskan isothermal adsorpsi pada suatu sistem. Nilai R^2 yang mendekati 1

menunjukkan bahwa sistem tersebut mengikuti Isotermal Adsorpsi Langmuir (Liu dkk., 2015).

b. Isotermal Adsorpsi Freundlich

Model isoterm adsorpsi Freundlich menggambarkan proses adsorpsi yang terjadi secara fisisorpsi pada banyak lapisan. Model ini mengasumsikan bahwa terdapat lebih dari satu lapisan permukaan (multilayer) dan situs bersifat heterogen, yaitu adanya perbedaan energi pengikat pada tiap-tiap situs (Schnoor, 1996). Persamaan adsorpsi Freundlich dituliskan pada persamaan 2.2 sebagai berikut:

$$\ln Q_e = \ln K_f + 1/n \ln C_e \quad (2.2)$$

Keterangan:

Q_e : jumlah adsorbat yang diserap pada kesetimbangan atau kapasitas adsorpsi (mg/g)

C_e : konsentrasi kesetimbangan dalam larutan (mg/L)

K_f : konstanta isoterm Freundlich (L/mg)

Nilai $\ln C_e$ diplot sebagai sumbu x dan nilai $\ln q_e$ sebagai sumbu y untuk mendapatkan nilai koefisien korelasi (R^2). Nilai R^2 digunakan untuk menjelaskan isotermal adsorpsi pada suatu sistem. Nilai R^2 yang mendekati satu menunjukkan bahwa sistem tersebut mengikuti isotermal adsorpsi Freundlich (Liu dkk., 2015).

2.7.2 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi ditentukan oleh laju adsorbat yang terserap oleh adsorben dalam selang waktu tertentu. Terdapat dua model adsorpsi yang biasa digunakan, yaitu model Lagergren orde satu semu dan model orde dua semu (Fransina dan Tanasale, 2007).

a. Model orde satu semu

Persamaan orde satu semu merupakan persamaan yang paling banyak digunakan. Persamaan tersebut dirumuskan dalam persamaan 2.3 di bawah ini:

$$\ln (q_e - q_t) = \ln q_e - K_1 t \quad (2.3)$$

K_1 adalah konstanta laju orde satu semu (min^{-1}), Q_t adalah jumlah adsorbat per gram adsorben dalam waktu t (mg/g), dan Q_e adalah jumlah adsorbat yang terserap saat tercapai keadaan setimbang atau saat mendekati keadaan setimbang (mg/g) (Hodgins, 2000).

b. Model orde dua semu

Persamaan kinetika orde dua semu menunjukkan bagaimana laju adsorpsi dari sebuah adsorbat tergantung pada kapasitas penyerapan dari adsorben bukan pada konsentrasi adsorbat (Hodgins, 2000). Kinetika adsorpsi orde dua semu didefinisikan dalam persamaan 2.4 di bawah ini :

$$\frac{t}{Q_t} = \frac{1}{k_2 Q_e^2} + \frac{t}{Q_e} \quad (2.4)$$

K_2 adalah konstanta laju orde dua semu ($\text{g mg}^{-1} \text{min}^{-1}$), Q_t adalah jumlah adsorbat per gram adsorben dalam waktu t (mg/g), dan Q_e adalah jumlah adsorbat yang terjerap saat tercapai keadaan setimbang atau saat mendekati keadaan setimbang (mg/g) (Hodgins, 2000).

2.8 Karakterisasi Material

2.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode analisa yang penting untuk menganalisa suatu kristal. XRD digunakan untuk mengetahui nilai parameter kisi, struktur kristal dan derajat kekristalan. Derajat kekristalan adalah besaran yang menyatakan banyaknya kandungan kristal dalam suatu materi dengan membandingkan luasan kurva puncak dengan total luasan amorf dan kristal. Prinsip dasar dari XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom.

Mekanisme kerja dari XRD diilustrasikan seperti Gambar 2.5 yaitu apabila sinar-X yang berasal dari $\text{Cu K}\alpha$ dikenakan pada

suatu kristal maka sinar datang tersebut akan dipantulkan pada sudut yang sama oleh bidang kristal pada sampel yang dianalisis. Sinar yang dipantulkan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi (Atkins, 2010). Semakin banyak bidang kristal dalam sampel, semakin kuat intensitas pantulan yang dihasilkannya (Prasetyoko, 2016). XRD mengikuti Hukum Bragg yang didefinisikan sebagai berikut :

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (2.5)$$

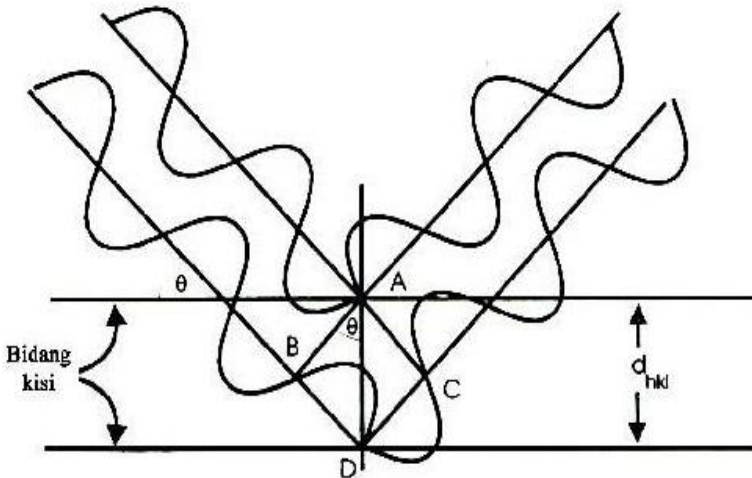
Keterangan:

n = orde bias (0, 1, 2, 3,.....)

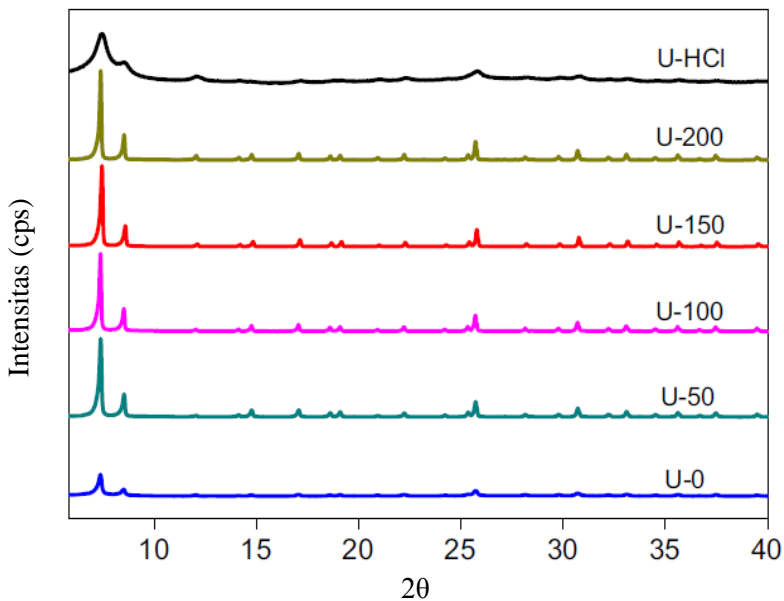
λ = panjang gelombang sinar-X (nm)

d = jarak antara dua bidang kisi (cm)

θ = sudut antara sinar datang dengan bidang normal



Gambar 2. 5 Mekanisme jalannya sinar pada XRD



Gambar 2. 6 Pola XRD UiO-66 pada kondisi: U-0, U-50, U-100, U-150, U-200 dan U-HCl (Qiu dkk., 2017)

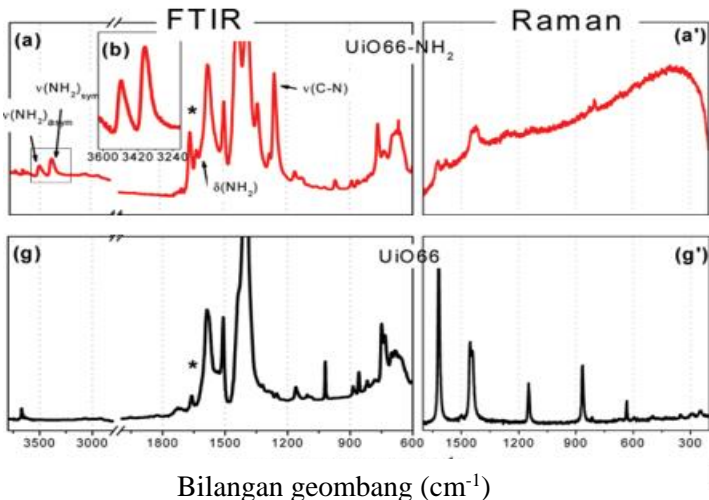
Hasil XRD UiO-66 pada penelitian yang dilakukan oleh Qiu dkk., (2017) dapat dilihat pada Gambar 2.6. UiO-66 disintesis dengan pelarut DMF dan penambahan modulator asam asetat. Hasil difraktogram menunjukkan intensitas puncak yang meningkat seiring dengan penambahan modulator dengan variasi 50; 100; 150 dan 200 ekuivalen dibandingkan tanpa penambahan modulator. UiO-66 dengan penambahan HCl menunjukkan puncak yang relatif luas dan lemah menandakan bahwa kristinitasnya rendah dan ukuran partikel kecil.

2.8.2 Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) atau spektroskopi inframerah merupakan suatu metode untuk menganalisis komposisi kimia dari senyawa - senyawa organik,

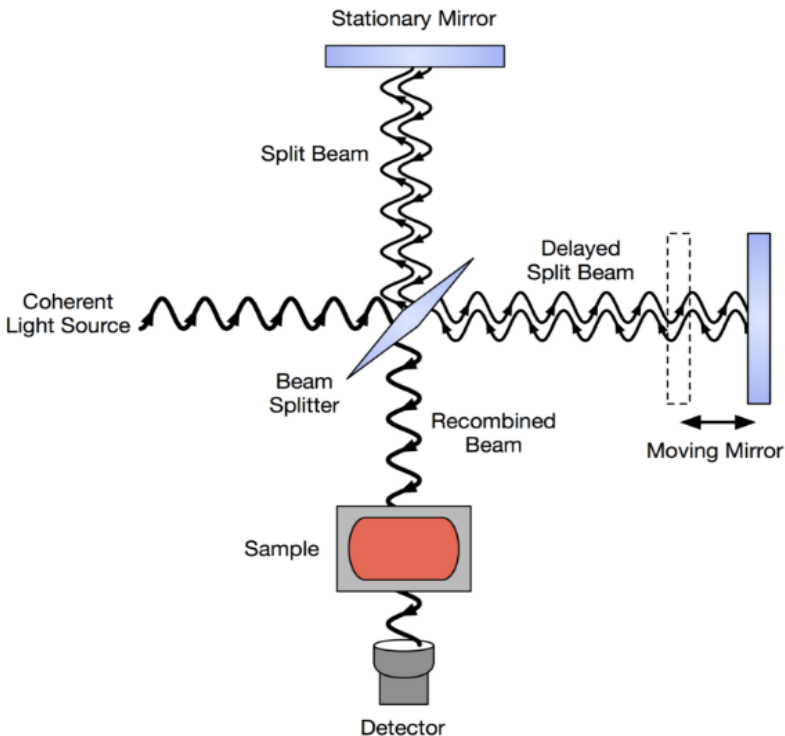
polimer, coating atau pelapisan, material semikonduktor, sampel biologi, senyawa - senyawa anorganik, dan mineral dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 4000-400 cm^{-1} pada temperatur 298 K. Teknik spektroskopi inframerah digunakan terutama untuk mengetahui gugus fungsional suatu senyawa, mengidentifikasi senyawa, menentukan struktur molekul, mengetahui kemurnian, dan mempelajari reaksi yang sedang berjalan (Fernandez, 2011). Karakterisasi dengan spektrofotometer FTIR menghasilkan data yang dapat mendukung metode karakterisasi yang lain, misalnya struktur suatu material yang telah ditentukan dengan teknik XRD (Sibilia, 1996).

Contoh karakterisasi dengan FTIR ditampilkan pada Gambar 2.7. Spektra IR material UiO-66 dan UiO-66-NH₂ dari penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Kandiah dkk., (2010) menunjukkan hasil adanya puncak pada daerah 1.554 cm^{-1} yang menandakan adanya ikatan C-O pada karboksilat. Puncak pada 3.507 cm^{-1} dan 3.384 cm^{-1} masing-masing menandakan ikatan N-H asimetris dan simetris.



Gambar 2. 7 Spektra FTIR dari UiO-66 dan UiO-66-NH₂ (Kandiah dkk., 2010).

Sistem kerja dari FTIR ini diawali dengan penembakan sinar dari sumber cahaya melewati interferometer michelson ke sampel yang dapat mengadsorpsi gelombang inframerah. Jumlah energi yang diserap oleh sampel di setiap panjang gelombang dicatat dan diukur oleh detektor menghasilkan interferogram. Hasil interferogram kemudian diolah dari data bilangan gelombang terhadap intensitas serapan sampel (absorbansi atau transmisi) menjadi spektra inframerah sehingga dapat diidentifikasi gugus fungsinya dengan menyesuaikan referensi. Skema instrumen FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.8.

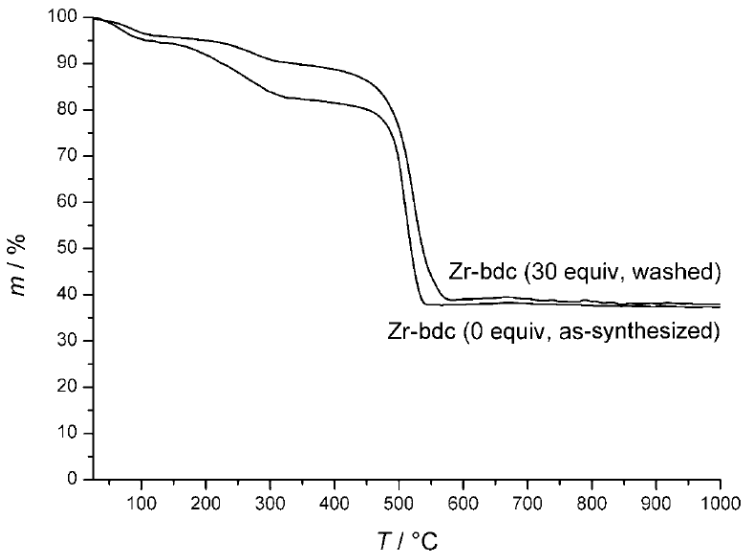


Gambar 2. 8 Skema Instrumen FTIR

2.8.3 Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

Teknik pengujian menggunakan TGA merupakan salah satu teknik untuk analisa penentuan kestabilan termal pada material dan fraksi senyawa yang mudah menguap dengan menghitung perubahan berat yang dihubungkan dengan perubahan temperatur. Variasi laju pemanasan dan perubahan berat dilakukan untuk mengetahui kandungan sampel hasil dekomposisi termal (Brown, 2004). Suhu analisis TGA berkisar antara 25-900 °C dengan suhu maksimum 1000 °C dan berat sampel yang dibutuhkan untuk analisis sebesar 1-150 mg. Kurva plot dari sinyal TGA dikonversikan ke perubahan persen berat pada sumbu Y terhadap suhu pada sumbu X.

Termogram Zr-bdc yang telah disintesis oleh Schaate dkk., (2011) ditampilkan pada Gambar 2.9. pada penelitian oleh ini dihasilkan stabilitas termal sampai dengan 450 °C.

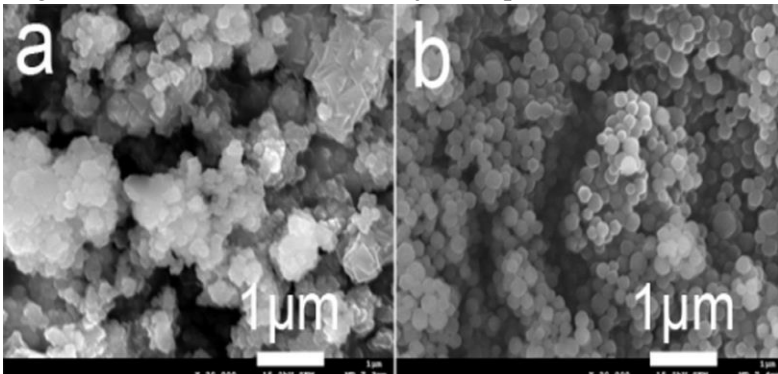


Gambar 2.9 Profil TGA Zr-bdc (30 ekivalen asam benzoat, DMF dan THF) dan Zr-bdc (tanpa asam benzoat)

2.8.4 *Scanning Elektron Microscope--Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*

Untuk mengetahui morfologi suatu senyawa padatan dapat digunakan alat *Scanning Elektron Microscope (SEM)*. SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan permukaan sampel (West, 1984). Elektron berinteraksi dengan atom – atom pada sampel sehingga sampel menghasilkan sinyal yang memberikan informasi tentang permukaan morfologi dan topografi sampel. Sinyal yang dihasilkan oleh SEM meliputi elektron sekunder (SE), back scatter elektron (BSE), dan X-ray.

EDX atau *Energy Dispersive X-Ray* merupakan pengukuran yang dihasilkan dari pancaran sinar-X selama penembakan elektron pada SEM untuk menentukan komposisi kimia suatu material dalam skala mikro dan skala nano. Adanya energi sinar-X yang dipancarkan dari area tereksitasi oleh berkas elektron, maka komposisi unsur pada sampel dapat diketahui. Jika energi yang diberikan untuk menumbuk sampel cukup besar, maka dapat menyebabkan terjadinya emisi sinar-X yang khas untuk tiap unsur dimana energi dan intensitasnya bergantung pada komposisi unsur dalam sampel (Cho dkk., 2013). Hasil SEM UiO-66 dan UiO-66 dengan modulator 50 ekivalen ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Hasil SEM (a) UiO-66 dan (b) UiO-66 modulator 50 ekivalen (Qiu dkk., 2017)

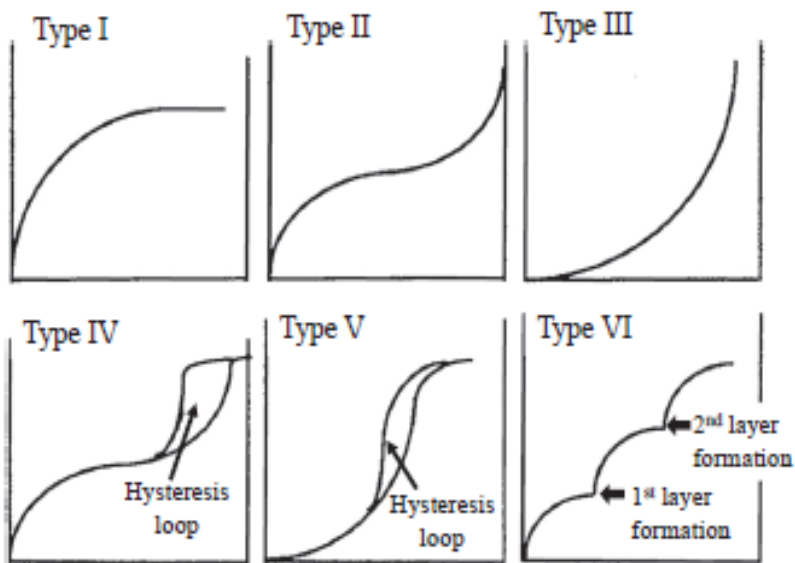
Gambar SEM dapat mencerminkan evolusi kristal dari UiO-66. Sampel UiO-66 menunjukkan struktur agregat yang terdiri dari nanocrystals. Ketika rasio molar modulator asam aseta/ Zr^{4+} berubah menjadi 50 ekuivalen, terlihat partikel submikron dengan ukuran sekitar $0,2 \mu m$ tanpa agregasi.

2.8.5 Braunanear, Emmelt dan Teller (BET)

Adsorpsi nitrogen adalah adsorpsi fisik (fisisorpsi) yang digunakan dalam metode BET untuk menentukan distribusi ukuran pori dan luas permukaan spesifik suatu material padatan (Hartanto dkk., 2011). Prinsip metode ini adalah menghitung jumlah gas yang terserap pada permukaan bahan yang akan dikarakterisasi. Gas yang digunakan pada metode ini biasanya adalah nitrogen, argon, dan helium. Menurut Inagaki, 2016 adsorpsi desorpsi nitrogen untuk struktur pori padatan dapat mengidentifikasi luas permukaan area, volume pori dan ukuran pori.

Bentuk dan ukuran pori material penting untuk diamati karena untuk menentukan proses difusi yang melewati material tersebut terutama berkaitan dengan proses adsorpsi. Luas permukaan spesifik adalah luas permukaan partikel tiap satuan masa atau volume dari material yang dapat dijelaskan menggunakan teori adsorpsi atau teori BET. Landasan utama teori BET adalah molekul dapat teradsorpsi pada permukaan zat padat hingga beberapa lapis. Isothermal adsorpsi-desorpsi didefinisikan sebagai hubungan antara jumlah yang terserap dengan tekanan kesetimbangan (atau tekanan relatif) pada suhu tertentu

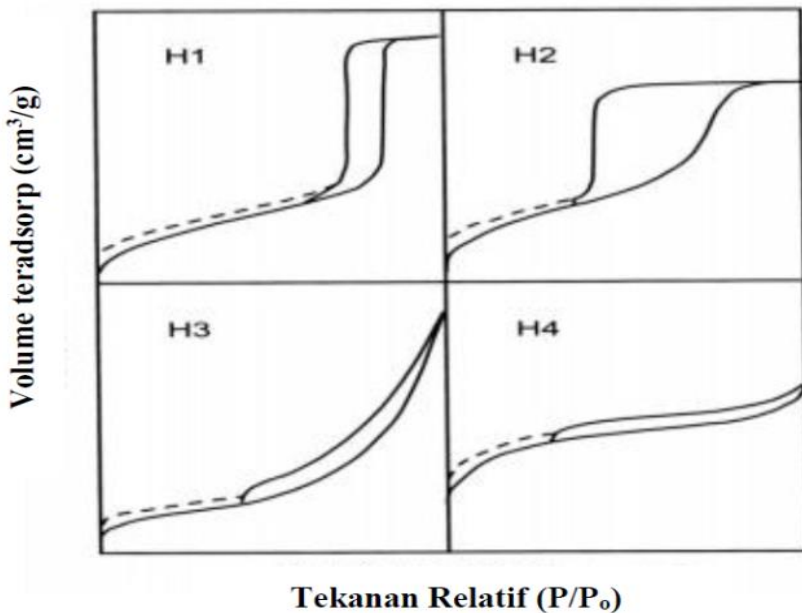
Isothermal adsorpsi-desorpsi hasil analisis secara umum diilustrasikan dalam bentuk kurva dari volume gas yang teradsorpsi (V_{ads}) (sumbu Y) terhadap P atau P/P_0 (P = tekanan kesetimbangan, P_0 = tekanan penguapan) (sumbu X). Menurut IUPAC bentuk isotherm dapat diklasifikasikan dalam enam tipe isotherm, yaitu tipe I, II, III, IV, V dan VI seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.11.



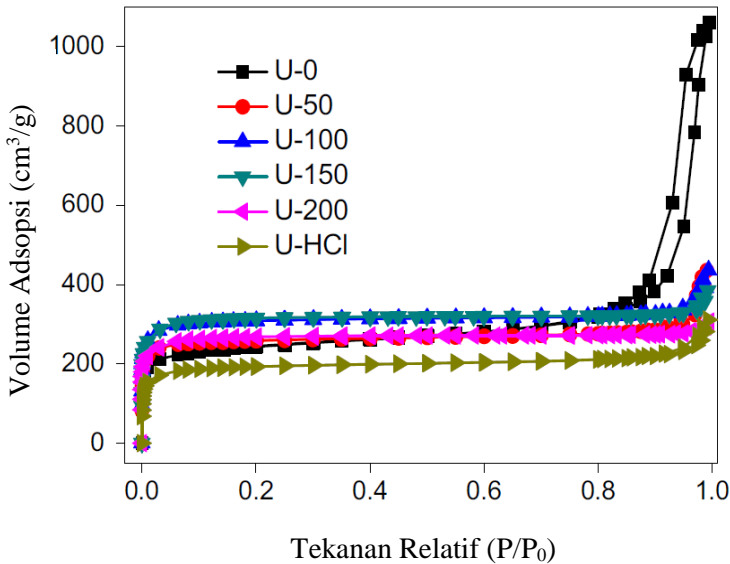
Gambar 2.11 Tipe grafik adsorpsi isothermal berdasarkan IUPAC (Inagaki, 2016)

Tipe I merupakan tipe Langmuir. Tipe ini mengindikasikan padatan mikropori dan adsorpsi monolayer. Tipe II menunjukkan monolayer adsorpsi yang diikuti multilayer adsorpsi pada P/P_0 tinggi. dan tipe III menggambarkan interaksi adsorpsi antara adsorbat-adsorben secara kuat dan lemah. Isotherm tipe IV dan tipe V karakteristik untuk adsorben mesopori dengan adsorpsi monolayer dan multilayer yang disertai dengan adanya kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler menyebabkan terjadinya histerisis. Tipe VI merupakan adsorpsi isothermal untuk padatan berpori yang mempunyai permukaan seragam (Inagaki, 2016).

Berdasarkan klasifikasi IUPAC tipe histerisis digolongkan menjadi tipe H1-H4 seperti ditunjukkan pada Gambar 2.12. Histerisis tipe H1 ditandai dengan pita adsorpsi dan desorpsi yang vertikal dan paralel menunjukkan pori yang relatif seragam. Histerisis tipe H2 cenderung memiliki grafik adsorpsi cenderung miring dan desorpsi vertikal yang menunjukkan distribusi pori yang berukuran kecil dan besar yang memungkinkan saluran yang berhubungan. Histerisis tipe H3 ditandai dengan histerisis dalam rentang P/P_0 lebar. Histerisis tipe H4 cenderung landai terjadi pada P/P_0 yang besar (Thommes dkk., 2015).



Gambar 2.12 Tipe *loop* histerisis menurut IUPAC



Gambar 2.13 Isothermal adsorpsi-desorpsi UiO-66 dan UiO-66 modulator (Qiu dkk., 2017).

2.8.6 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan instrumen yang memanfaatkan radiasi elektromagnetik ultra violet (UV) dekat (190-780 nm) dan cahaya tampak (380 nm-780 nm) sebagai sumber sinar. Prinsip kerja Spektrofotometer UV-VIS ialah mengukur jumlah cahaya yang diserap atau ditransmisikan oleh molekul-molekul di dalam larutan. Ketika panjang gelombang cahaya ditransmisikan melalui larutan, sebagian energi cahaya tersebut akan diserap (diabsorpsi). Besarnya kemampuan molekul-molekul zat terlarut untuk mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang tertentu dikenal dengan istilah absorbansi (Rusli, 2009). Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi dikenal sebagai hukum *Lambert Beer* yang dijelaskan oleh persamaan 2.6 dan 2.7:

$$A = -\text{Log } T = -\text{Log } \frac{I_t}{I_0} \quad (2.6)$$

$$A = a.b.c \text{ atau } A = \epsilon.b.c \quad (2.7)$$

Keterangan :

I_t : Cahaya yang telah melewati sampel

I_0 : Cahaya yang datang

T : Transmittansi

A : Absorbansi (nm)

B : Tebal kuvet (cm)

C : Konsentrasi larutan yang diukur

ϵ : Tetapan absorptivitas molar

a : Tetapan absorptivitas spesifik (jika konsentrasi larutan dalam ppm)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah botol semprot, gelas vial, botol duran, pipet ukur, gelas beker, termometer, erlenmeyer, corong, spatula, botol timbang, pipet tetes, kaca arloji, labu ukur, oven, *hotplate magnetic stirrer*, timbangan analitik, tabung sentrifugasi dan pencatat waktu. Peralatan instrumentasi yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD-Philips PW1140/90), spektrofotometer *Fourier Transform-Infra Red* (FTIR 8400S Shidamazu), *Scanning Electron Microscopy* (SEM, EDAX *advanced microanalysis solution*), Spektrofotometer UV-Vis (Genesys 10S) dan Quantachrome NovaWin *Gas Sorption Instrument, Thermal Gravimetric Analysis* (TGA, Perkin Elmer Pyris 1 Analyzer).

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Zirkonium tetraklorida ($ZrCl_4$) (Sigma-Aldrich, 99,0%), N'N dimetilformamida (DMF) (Merck, 99,8%), 1,4-benzenedikarboksilat (BDC) (Sigma-Aldrich, 99,0%), kloroform ($CHCl_3$) (Merck 99,9%), Kitosan ($C_6H_{11}NO_4$)_n, Sigma-Aldrich), Asam asetat Glacial 100% (CH_3COOH (Merck), Aqua DM, dan MO (Sigma Aldrich 85%).

3.2 Prosedur Percobaan

3.2.1 Sintesis UiO-66 dengan Penambahan Modulator Asam Asetat

Sintesis UiO-66 dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan perbandingan logam:ligan yaitu 1:1 sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Rachmawati dkk, (2014). Prosedur ini dimulai dengan menimbang padatan $ZrCl_4$ sebanyak 1,0495 g (0,0045 mol) dan padatan H_2BDC 0,7476 g (0,0045 mol). Kemudian padatan $ZrCl_4$ dilarutkan dalam 45 mL DMF dan diaduk

menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit hingga homogen, sebagai campuran A. Padatan H₂BDC dilarutkan dalam 45 mL DMF di botol duran selama 15 menit menggunakan *magnetic stirrer* sebagai campuran B. Selanjutnya, pada campuran B ditambahkan modulator asam asetat dan di aduk selama 30 menit menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen.

Campuran A dan B dicampurkan di botol duran, diaduk selama 30 menit dengan *magnetic stirrer*. Kemudian campuran dimasukan kedalam oven pada suhu 120°C selama 24 jam untuk proses solvotermal. Setelah itu, dilakukan pendinginan pada suhu kamar selama 24 jam. Setelah terbentuk 2 lapisan kemudian didekantasi. Selanjutnya, endapan dicuci dengan perendaman selama 24 jam menggunakan 45 mL DMF dan didekantasi. Endapan direndam lagi dalam 30 mL kloroform 2x setiap 24 jam kemudian didekantasi. Endapan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C selama 3 jam. Hasil yang diperoleh berupa serbuk UiO-66 modulator yang pada penelitian ini disingkat UiO-66-M, selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM-EDX, TGA dan BET. Selain itu hasil sintesis UiO-66-M juga diuji untuk adsorpsi terhadap zat warna MO.

3.2.2 Sintesis Komposit Kitosan/UiO-66

Pembuatan komposit diawali dengan membuat larutan asam asetat 2%, yaitu dengan mengencerkan 2 mL asam asetat pekat dengan aqua DM kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya padatan kitosan dilarutkan dalam larutan asam asetat 2%. Pelarutan dilakukan selama 60 menit dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah terbentuk gel kitosan, padatan UiO-66-M dimasukkan kedalam gel untuk proses impregnasi UiO-66-M dengan kitosan. Perbandingan variasi massa kitosan terhadap UiO-66-M yang dibuat sebesar 2,5%; 5,0%; 10% dan 20%. Pada proses impregnasi dilakukan pengadukan selama 60 menit hingga UiO-66M tercampur merata pada gel kitosan. Setelah tercampur merata, gel dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C. Hasil yang diperoleh diberi nama CS/UiO-66-M, kemudian digerus dan dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, TGA, BET dan SEM

EDX. Untuk kinerjanya dilakukan uji adsorpsi terhadap zat warna MO.

3.3 Uji Adsorpsi

Proses adsorpsi pada penelitian ini dilakukan pada kondisi pH 7, mengacu dari penelitian yang pernah dilakukan oleh Mardila dkk., (2014). Hasil penelitian tersebut melaporkan bahwa adsorpsi optimum MO oleh kitosan terjadi di pH 7, hal ini dikarenakan ion H^+ dan OH^- akan menstabilkan muatan negatif dari MO. Pengolahan limbah pada umumnya juga dilakukan dalam kondisi pH netral, sehingga pada penelitian ini dilakukan adsorpsi pada pH netral.

3.3.1 Pembuatan Larutan Induk MO

Pada penelitian ini zat warna MO digunakan sebagai adsorbat dengan larutan induk 500 mg/L. Proses pembuatan larutan induk MO 500 mg/L diawali dengan penimbangan serbuk MO sebesar 0,2501 gram, kemudian serbuk dilarutkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan aqua DM sampai tanda batas.

3.3.2 Pembuatan Larutan Standar dan Kurva Kalibrasi

Larutan induk MO 500 mg/L diencerkan dengan variasi 2; 4; 6; 8; 10 dan 12 mg/L untuk dijadikan sebagai larutan standart. Selanjutnya larutan standart dan larutan blanko diuji absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 300 – 600 nm dengan interval 1,0 nm. Absorbansi yang diperoleh kemudian diplot dengan konsentrasi larutan untuk mendapatkan kurva kalibrasi larutan standart. Dari kurva kalibrasi tersebut didapatkan regresi linier dengan persamaan $y = ax + b$. Persamaan kurva kalibrasi digunakan untuk menentukan nilai konsentrasi larutan MO setelah proses adsorpsi.

3.3.3 Pengaruh Variasi Waktu Kontak

Uji variasi waktu kontak dilakukan untuk mengetahui waktu optimum proses adsorpsi. Uji variasi waktu kontak dilakukan terhadap semua material hasil sintesis, UiO-66; UiO-

66-M; CS(2,5)/UiO-66-M; CS(5)/UiO-66-M; CS(10)/UiO-66-M dan CS(20)/UiO-66-M. Material hasil sintesis yang digunakan sebesar 10 mg dimasukkan dalam gelas beker selanjutnya ditambahkan 20 mL larutan MO dengan konsentrasi awal 100 mg/L. Variasi waktu yang digunakan dalam penelitian ini adalah 2; 4; 6; 8; 10; 15; 20; 30; 40 dan 50 menit. Setelah proses adsorpsi, selanjutnya larutan disentrifugasi dengan kecepatan 500 rpm selama 10 menit. Filtrat hasil adsorpsi dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum 464 nm. Data yang didapatkan diplot antara Q_t (Kapasitas adsorpsi pada saat t) dan waktu (menit). Waktu optimum yang didapatkan digunakan sebagai waktu kontak dalam adsorpsi variasi konsentrasi. Nilai Q_t dapat dihitung menggunakan persamaan 3.1 :

$$Q_t = \frac{(C_o - C_t) \times V}{W} \quad (3.1)$$

Keterangan:

- Q_t : Kapasitas adsorpsi (mg/g)
- C_t : Konsentrasi akhir adsorpsi pada saat t tertentu (mg/L)
- W : Massa adsorben (g)
- V : Volume adsorbat (L).

Hasil plot antara Q_t dan t selanjutnya digunakan untuk menentukan kinetika adsorpsi mengikuti pseudo orde pertama atau kedua.

3.3.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Uji variasi konsentrasi dilakukan dengan menggunakan larutan MO 100; 150; 200; 250; 300 dan 350 mg/L dengan massa adsorben 10 mg dalam 20 mL adsorbat. Pengujian variasi konsentrasi dilakukan pada suhu ruang dan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm. Waktu kontak yang digunakan sesuai dengan waktu optimum yang didapatkan pada uji variasi waktu kontak. Variasi konsentrasi dilakukan terhadap semua material hasil sintesis. Setelah proses adsorpsi, larutan disentrifugasi dengan kecepatan 500 rpm selama

10 menit untuk memisahkan adsorben dengan adsorbat. Konsentrasi dari larutan kemudian diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ_{maks} 464 nm. Data yang diperoleh diplot antara Q_t (kapasitas adsorpsi pada waktu t) dengan waktu (menit). Q_t dapat dihitung menggunakan persamaan 3.1. Kemudian dilakukan plot isothermal adsorpsi menggunakan Isothermal Adsorpsi Langmuir dan Isothermal Adsorpsi Freundlich untuk mengetahui proses adsorpsi yang terjadi.

3.3.5 Penentuan Kinetika Adsorpsi

Hasil adsorpsi dari variasi waktu selanjutnya digunakan untuk menentukan persamaan kinetika orde satu semu dan orde dua semu. Persamaan orde satu semu dapat dihitung menggunakan persamaan 3.2:

$$\ln(Q_e - Q_t) = \ln Q_e - K_1 t \quad (3.2)$$

Dari persamaan tersebut kemudian di plot grafik antara $\ln(Q_e - Q_t)$ sebagai sumbu y dan t (menit) sebagai sumbu x sehingga didapatkan nilai konstanta kecepatan adsorpsi orde satu semu (K_1) dan Q_e perhitungan ($Q_{e\text{cal}}$).

Persamaan untuk model orde dua semu adalah sebagai berikut (Ho, 2000):

$$\frac{t}{Q_t} = \frac{1}{K_2 Q_e^2} + \frac{t}{Q_e} \quad (3.3)$$

Dari persamaan tersebut kemudian di plot grafik antara t (menit) sebagai sumbu x dan t/Q_t sebagai sumbu y . Nilai Q_e didapatkan dari $1/\text{slope}$ persamaan linier dan K_2 didapatkan dari $\text{slope}^2/\text{intersep}$. Nilai koefisien korelasi (R^2) yang didapatkan digunakan untuk menentukan kesesuaian kinetika adsorpsi. Nilai

R^2 yang paling tinggi mendekati 1 menandakan kinetika adsorpsi yang sesuai.

3.3.6 Penentuan Isotermal Adsorpsi

Hasil dari adsorpsi variasi konsentrasi selanjutnya digunakan untuk menentukan persamaan isotermal adsorpsi Langmuir dan Freundlich. Persamaan isotermal Langmuir ditunjukkan pada persamaan 3.4.

$$\frac{1}{Q_e} = \frac{1}{Q_m} + \frac{1}{Q_m \times K_L \times C_e} \quad (3.4)$$

dilakukan plot grafik antara $1/C_e$ sebagai sumbu x dan $1/Q_e$ sebagai sumbu y, sehingga nilai Q_m (Kapasitas adsorpsi maksimum) dapat dihitung dari $1/\text{intersep}$ dan nilai K_L (Konstanta Langmuir) dihitung dari intersep/slope .

Persamaan isotermal Freundlich ditunjukkan pada persamaan 3.5:

$$\ln Q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e \quad (3.5)$$

Kemudian dilakukan plot grafik antara $\ln C_e$ sebagai sumbu x dan $\ln Q_e$ sebagai sumbu y, sehingga nilai K_F (Konstanta Freundlich) didapatkan dari $2,303 \log \text{intersep}$. Nilai koefisien korelasi (R^2) yang didapatkan digunakan untuk menentukan kesesuaian kinetika adsorpsi.

3.4 Karakterisasi Hasil Sintesis

3.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Material UiO-66, UiO-66-M, komposit CS/UiO-66-M dan kitosan dikarakterisasi menggunakan XRD-Philips PW1140/90 untuk mengetahui struktur kristalnya. Pengukuran dilakukan pada rentang sudut pendek yaitu $5-55^\circ$ dengan interval scan 0,0170. Sumber sinar yang digunakan untuk pengukuran berasal dari radiasi Cu pada $K\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) dengan percepatan tegangan

sebesar 40 kV dan arus 30 mA. Hasil dari karakterisasi berupa kurva antara intensitas puncak difraksi sampel dan sudut 2θ .

3.4.2 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Material hasil sintesis UiO-66, UiO-66-M dan CS(10)/UiO-66-M dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui struktur morfologi kristal, ukuran partikel serta persebaran unsurnya. Preparasi sampel dilakukan dengan peletakan sedikit sampel pada permukaan *pan* yang telah diberi *copper tipe*. Kemudian dilakukan proses *coating* untuk membuat permukaan sampel menjadi konduktif. Sampel yang telah *dicoating* kemudian dimasukkan ke dalam *chamber* untuk dideteksi oleh detektor SEM-EDX. Hasil karakterisasi yang diperoleh berupa gambar struktur morfologi dan unsur dari sampel.

3.4.3 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengidentifikasi jenis gugus fungsi yang menyusun material tersebut. Material hasil sintesis dicampurkan dengan KBr dengan perbandingan 1 : 10, kemudian digerus menggunakan mortar hingga homogen. Sampel yang telah homogen selanjutnya dimasukkan ke *press holder* untuk dicetak menjadi bentuk *pellet*. *Pellet* kemudian diletakan ke *sample holder* dan dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1} .

3.4.4 Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

Material hasil sintesis UiO-66-M dan CS(10)/UiO-66-M dikarakterisasi menggunakan TGA untuk mengetahui stabilitas termalnya. Sampel yang digunakan untuk preparasi TGA yaitu kurang lebih 10 mg, kemudian dimasukkan ke dalam *holder* untuk dipanaskan dengan laju 10 $^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ pada suhu 30 – 900 $^{\circ}\text{C}$ dengan aliran udara.

3.4.5 Adsorpsi Desorpsi N₂

Karakterisasi adsorpsi desorpsi N₂ dilakukan untuk mengetahui luas permukaan, volume pori dan diameter pori dari material hasil sintesis dengan alat *Gas Sorption Instrument*. Sebelum dilakukan analisa, preparasi sampel digesting terlebih dahulu pada suhu 130 °C selama 24 jam.

BAB IV

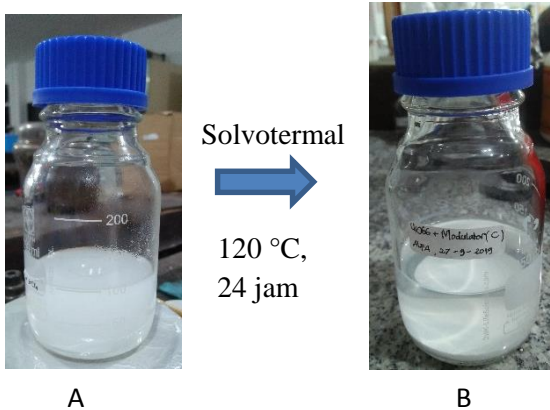
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan sintesis UiO-66 dengan dan tanpa penambahan modulator asam asetat 100 ekuivalen, menggunakan metode solvotermal pada suhu 120 °C selama 24 jam. Hasil sintesis dilakukan modifikasi kitosan yang bertujuan untuk menambahkan sisi aktif pada UiO-66 dengan cara impregnasi membentuk material komposit Kitosan/UiO-66. Penambahan kitosan dilakukan dengan variasi massa 2,5; 5; 10 dan 20% terhadap massa UiO-66 yang digunakan. Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrument XRD, FTIR, SEM-EDX, Adsorpsi-Desorpsi N₂ dan TGA, serta diuji kinerjanya sebagai adsorben zat warna MO untuk mengetahui kapasitas adsorpsi maksimum dari material tersebut.

4.1 Hasil Sintesis

Sintesis UiO-66 termodulasi pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode solvotermal seperti yang pernah dilaporkan oleh Rachmawati dkk., (2014) dan Abid dkk., (2012). Perbandingan logam : ligan yang digunakan yaitu 1 : 1, dengan suhu pemanasan 120 °C selama 24 jam. ZrCl₄ dan H₂BDC dilarutkan dalam pelarut DMF secara terpisah. Pada larutan H₂BDC ditambahkan asam asetat glasial sebanyak 100 ekuivalen atau 26 mL seperti yang pernah dilaporkan oleh Qiu dkk., (2017), asam asetat berperan sebagai modulator. Selama proses solvotermal, terjadi persaingan reaksi antara ligan BDC dengan modulator asam asetat. Seperti yang dilaporkan oleh Iflakah dan Ediati., (2015), bahwa gugus karboksilat pada ligan bertindak sebagai jembatan antar kluster karena BDC memiliki gugus asam karboksilat pada kedua ujungnya, tetapi asam asetat hanya memiliki satu gugus asam karboksilat pada ujungnya. Kedua larutan dicampurkan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai homogen dan didapatkan larutan berwarna putih susu. Penggunaan pelarut DMF ini bertujuan agar terjadi deprotonasi

ligan organik sehingga dapat berikatan dengan logam pusat. Proses solvotermal dilakukan dalam botol duran yang tertutup rapat untuk mencegah hilangnya pelarut saat proses reaksi berlangsung. Hasil proses solvotermal berupa endapan putih dan pelarut berwarna bening, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Selanjutnya didinginkan selama 24 jam, kemudian disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dengan endapannya.



Gambar 4.1 Sintesis solvotermal [A] sebelum proses solvotermal [B] sesudah proses solvotermal

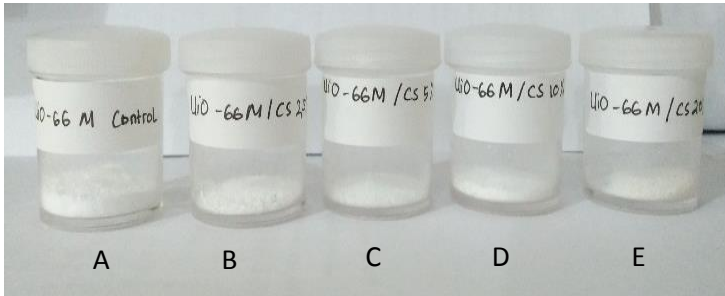
Endapan dicuci menggunakan DMF 45 mL dan direndam selama 24 jam, untuk melarutkan sisa reaktan yang tidak bereaksi (Ahmed dkk., 2017). Endapan dicuci kembali menggunakan kloroform 30 mL, 2 x 24 jam untuk melarutkan sisa BDC dan DMF yang mungkin masih tertinggal di dalam pori – pori kerangka. Endapan yang didapatkan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C selama 3 jam, sampai sisa – sisa pelarut menghilang dan menghasilkan serbuk UiO-66-M berwarna putih dengan berat konstan.

Sintesis komposit Kitosan/UiO-66-M dilakukan menggunakan metode impregnasi. Pertama-tama kitosan dilarutkan ke dalam asam asetat 2% yang diencerkan dari 2 mL

asam asetat glasial ke dalam 100 mL aquades. Perbandingan asam asetat 2% yang digunakan yaitu 100 mL untuk setiap 2 gram massa kitosan. Proses pelarutan kitosan dilakukan dengan bantuan *magnetic stirrer* selama 60 menit. Digunakan pelarut asam asetat karena pada umumnya kitosan dalam bentuk padatan tidak larut dalam larutan dengan pH basa sedangkan pada pH asam kitosan dapat dengan bebas terprotonasi sehingga dapat larut. Kitosan yang sudah terlarut akan membentuk larutan kental seperti gel, kemudian dimasukkan serbuk UiO-66-M dan diaduk sampai homogen selama 60 menit. Hasil dari proses impregnasi dikeringkan di oven selama kurang lebih 5 jam pada suhu 70°C sampai didapatkan massa konstan. Impregnasi dilakukan dengan variasi massa kitosan yang ditampilkan pada Tabel 4.1. Hasil akhir yang diperoleh berupa serbuk yang dinotasikan CS(2,5)/UiO-66-M; CS(5)/UiO-66-M; CS(10)/UiO-66-M dan CS(20)/UiO-66-M ditunjukkan pada Gambar 4.2.

Tabel 4.1 Variasi massa kitosan, volume asam asetat 2%, Notasi material dan mass hasil sintesis

Massa Kitosan (%)	Volume Asam Asetat 2% (mL)	Notasi Material	Massa Hasil Sintesis (g)
2,5	1,62	CS(2,5)/UiO-66-M	0,5079
5	2,25	CS(5)/UiO-66-M	0,5138
10	3,5	CS(10)/UiO-66-M	0,5142
20	6	CS(20)/UiO-66-M	0,5973



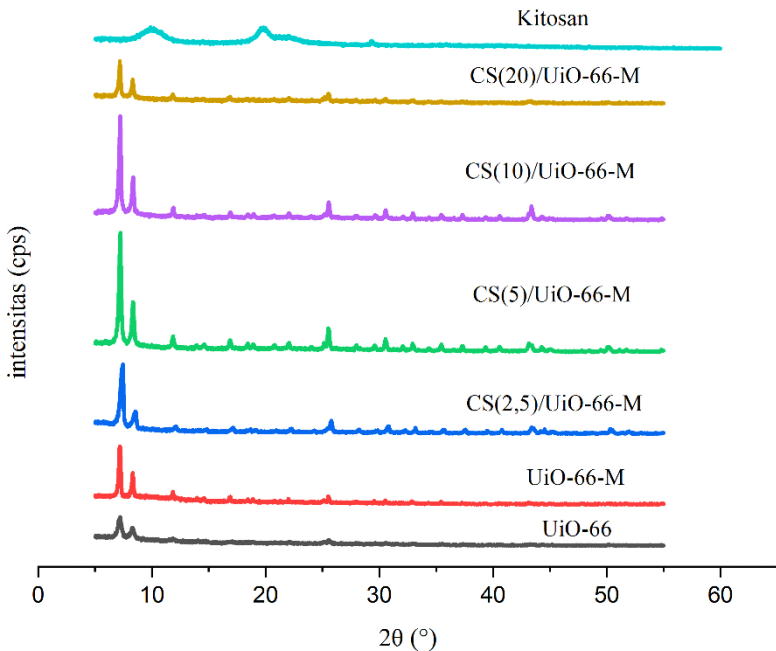
Gambar 4.2 Material hasil sintesis [A] UiO-66-M [B] CS(2,5)/UiO-66-M [C] CS(5)/UiO-66-M [D] CS(10)/UiO-66-M [E] CS(20)/UiO-66-M

4.2 Hasil Karakterisasi XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui kristanilitas padatan hasil sintesis. Pola difraksi diperoleh dari sumber sinar radiasi sinar Cu K α dengan panjang gelombang 1,54056 Å pada sudut 2θ sebesar 5-55°. Difraktogram UiO-66 hasil sintesis menunjukkan puncak utama pada 2θ sebesar 7,2° dengan intensitas tertinggi dan 8,28° dengan intensitas sedang. Pola difraktogram ini sesuai dengan difraktogram UiO-66 hasil penelitian yang telah dilaporkan Luu dkk. (2015) yaitu dengan puncak pada $2\theta = 7,34^\circ$ dan $8,48^\circ$, sehingga dapat disimpulkan UiO-66 telah berhasil disintesis. Difraktogram padatan hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.3, terlihat semua memiliki pola difraktogram yang seragam dengan puncak karakteristik pada sudut 2θ yang sama seperti ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Pada difraktogram UiO-66-M terlihat kristanilitasnya meningkat jika dibandingkan dengan UiO-66 tanpa modulator. Pengaruh penambahan modulator asam asetat terhadap kristanilitas UiO-66 sesuai dengan pendapat Ren dkk. (2014), yaitu penambahan modulator dapat meningkatkan kristanilitas sampel. Hal ini disebabkan peran modulator sebagai pengarah pembentukan morfologi kristal (Schaate dkk., 2011). Tsuruoka dkk. (2009) juga menyatakan bahwa kompetisi antara BDC dengan

asam asetat menurunkan kecepatan pembentukan kristal dan pembentukan kristal yang bertumpuk berkurang, sehingga kristanilitasnya meningkat.



Gambar 4.3 Difraktogram padatan hasil sintesis

Tabel 4.2 Pola difraktogram padatan hasil sintesis

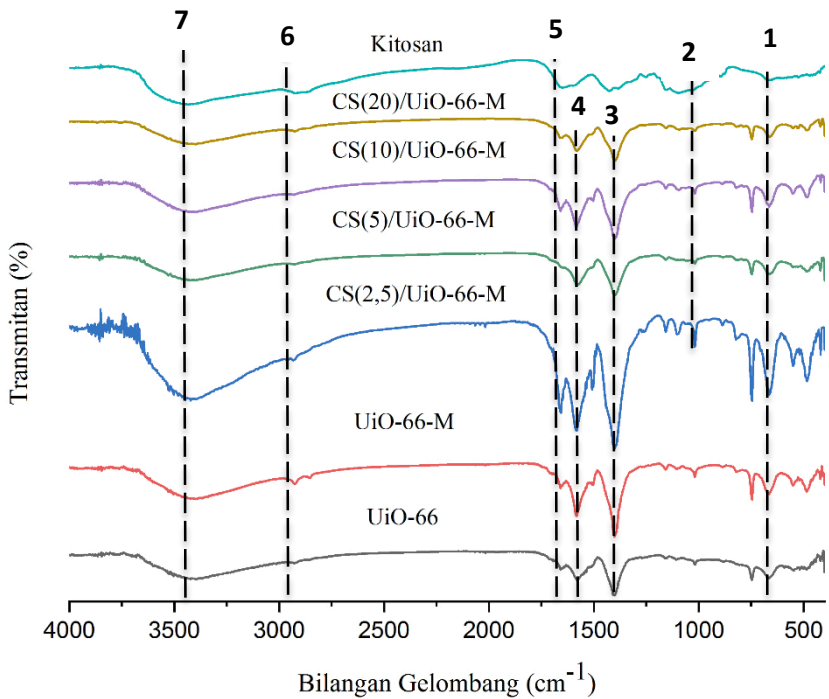
Material	2θ	
	Puncak 1	Puncak 2
UiO-66	7.2099	8.2805
UiO-66-M	7.2370	8.3013
CS(2,5)/UiO-66-M	7.4639	8.5874
CS(5)/UiO-66-M	7.2233	8.3380
CS(10)/UiO-66-M	7.2214	8.3663
CS(20)/UiO-66-M	7.1777	8.3065

Difraktogram pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa CS(2,5)/UiO-66-M; CS(5)/UiO-66-M; CS(10)/UiO-66-M dan CS(20)/UiO-66-M memiliki puncak karakteristik yang sama dengan UiO-66 hasil sintesis. Selain itu, tidak terdapat puncak khas dari kitosan yang terdeteksi. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Juliana dkk., (2019) dimana tidak terdapat kemunculan puncak-puncak kitosan pada sintesis komposit CoFe_2O_4 /kitosan, hal ini dikarenakan variasi penambahan kitosan yang hanya sedikit sehingga tidak menyebabkan perubahan terhadap struktur kristal UiO-66 (Wang dkk., 2016). Dengan demikian, komposit UiO-66 dengan modifikasi kitosan berhasil disintesis karena mempunyai puncak karakteristik 2θ yang sama dengan UiO-66 referensi. Selain itu, pada difraktogram (Gambar 4.3) juga menunjukkan adanya sedikit pergeseran puncak yang berbeda-beda akibat penambahan kitosan, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

4.3 Hasil Karakterisasi FTIR

Karakterisasi dengan FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada material hasil sintesis. Pada penelitian ini pengukuran dilakukan pada bilangan gelombang antara $4000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. Spektra FTIR dari sampel UiO-66; UiO-66-M; CS(2,5)/UiO-66-M; CS(5)/UiO-66-M; CS(10)/UiO-66-M; CS(20)/UiO-66-M dan kitosan ditunjukkan pada Gambar 4.4. Spektra UiO-66 dan UiO-66-M menunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 663 cm^{-1} yang menandakan adanya vibrasi ulur dari Zr-O. Hal ini menandakan bahwa telah terbentuk ikatan antara Zr dengan O yang dipengaruhi oleh ikatan C-H dan O-H ((Zhu dkk., 2014) dan (Valenzano et al, 2011)). Pada bilangan gelombang sekitar 1402 cm^{-1} muncul pita serapan yang merupakan daerah vibrasi ulur dari C-O dari C-OH asam karboksilat (Abid dkk., 2012). Bilangan gelombang sekitar 1581 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C=C aromatis dari struktur benzena pada ligan organik.

Pita serapan pada bilangan gelombang 1658–1697 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur C=O karboksilat. Pada bilangan gelombang sekitar 2928 cm^{-1} dan 3385 cm^{-1} berturut-turut menunjukkan pita serapan vibrasi ulur C-H sp^3 dan daerah vibrasi ulur O-H dari karboksilat. Penambahan modulator asam asetat ternyata tidak menyebabkan munculnya puncak baru seperti yang pernah dilaporkan oleh Haqiqi (2016).



Gambar 4.4 Spektra FTIR Material UiO-66, UiO-66-M dan Kitosan/UiO-66-M

Material kitosan memiliki daerah pita serapan pada bilangan gelombang 3433 cm^{-1} menandakan serapan ulur gabungan dari NH dan OH, sedangkan pada daerah 1649 cm^{-1}

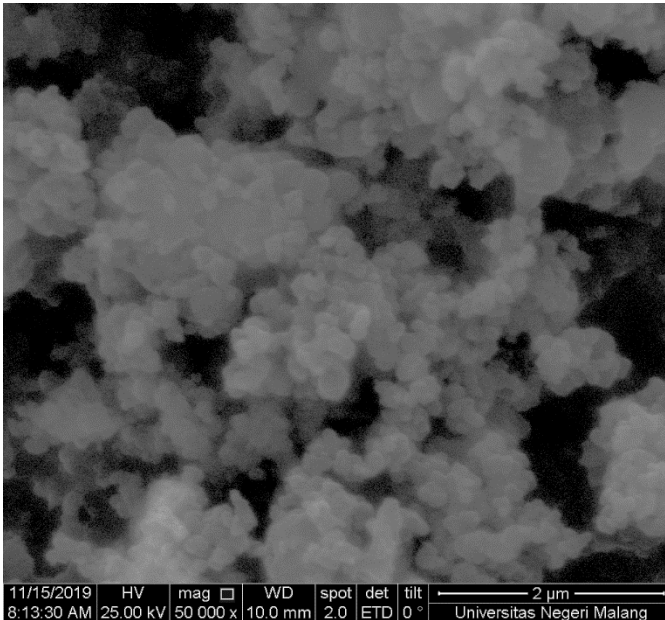
menandakan C=O asam format dan vibrasi tekuk NH (Yuwei dan Jianlong, 2011). Spektra FTIR material komposit Kitosan/UiO-66-M menunjukkan adanya perbedaan yaitu munculnya pita serapan sekitar 1076 cm^{-1} yang merupakan vibrasi dari C-O-C (Wang dkk., 2019). Pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa material CS(2,5)/UiO-66-M; CS(5)/UiO-66-M; CS(10)/UiO-66-M dan CS(20)/UiO-66-M memiliki spektra IR yang identik dengan UiO-66, tetapi ada pengaruh dari kitosan seperti pada daerah pita serapan 3433 cm^{-1} dan 1076 cm^{-1} . Dengan demikian, hasil spektra FTIR dari Kitosan/UiO-66-M menunjukkan kesesuaian gugus fungsi dengan material induk yaitu UiO-66 dan Kitosan.

Tabel 4.3 Pita serapan material hasil sintesis dan gugus fungsi

No	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)							Jenis Ikatan
	UiO-66	UiO-66-M	CS(2,5)/ UiO-66-M	CS(5)/ UiO-66-M	CS(10)/ UiO-66-M	CS(20)/ UiO-66-M	Kitosan	
1	663,53	663,53	663,53	661,51	663,53	661,61	-	Vibrasi Zr-O
2	-	-	1060,88	1091,75	1062,81	1072,46	1097,63	Vibrasi C-O-C
3	1402,3	1402,3	1402,3	1400,37	1402,3	1398,44	-	Vibrasi ulur C-O
4	1581,68	1581,68	1581,68	1573,97	1581,68	1581,68	-	Vibrasi C=C aromatis
5	1658,84	1658,84	1656,91	1573,97	1658,84	1654,98	1658,84	Vibrasi C=O
6	2928,04	2924,18	2931,9	2926,11	2928,04	2926,11	2924,18	Vibrasi ulur C-H
7	-	-	3404,47	3412,19	3414,12	3398,69	3433,41	Gabungan vibrasi ulur OH dan NH
8	-	-	1581,68	1573,97	1581,68	1581,68	1599,04	Vibrasi ulur C-N

4.4 Hasil Karakterisasi SEM-EDX

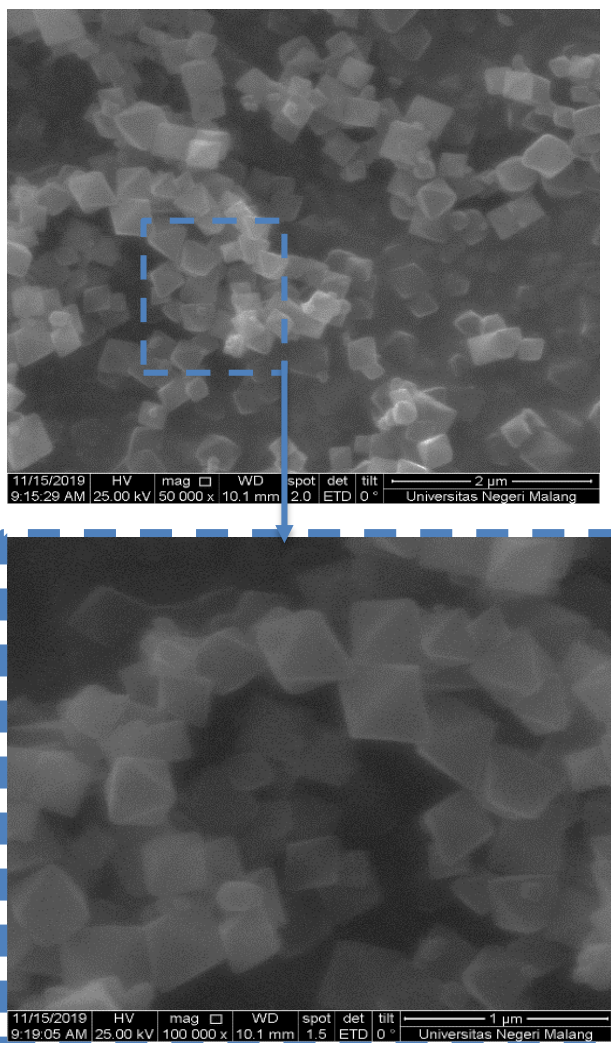
Karakterisasi menggunakan SEM-EDX dilakukan untuk menentukan struktur morfologi permukaan serta unsur penyusun material hasil sintesis. Karakterisasi pada penelitian ini dilakukan pada sampel UiO-66, UiO-66-M dan CS(10)/UiO-66-M untuk mengetahui morfologi permukaan material setelah dilakukan penambahan modulator dan kitosan. Morfologi permukaan kristal UiO-66 ditampilkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Morfologi permukaan UiO-66

Gambar 4.5 menunjukkan morfologi permukaan kristal UiO-66 berupa kristal - kristal kecil yang bergerombol. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Qiu dkk., (2017) yang membuktikan bahwa sintesis UiO-66 menggunakan pelarut DMF dengan suhu reaksi solvotermal 120°C menghasilkan kristal yang teragregasi. Hasil SEM untuk material

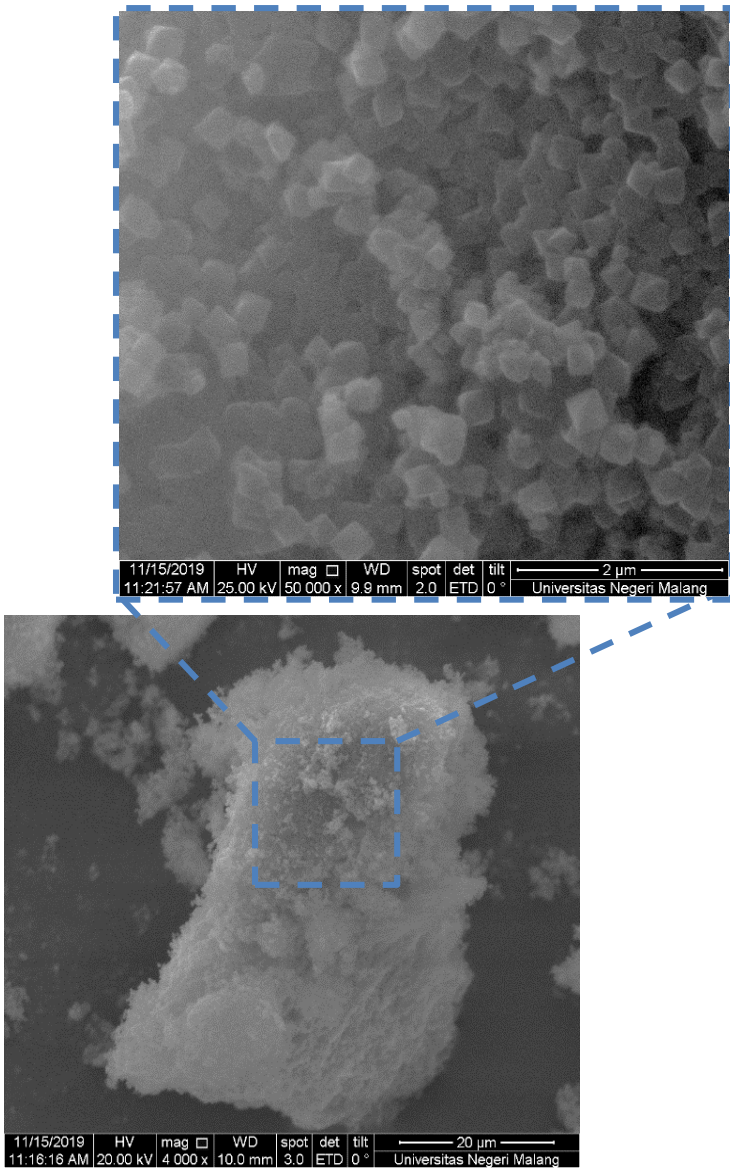
UiO-66 dengan penambahan modulator (UiO-66-M) menunjukkan morfologi permukaan berupa kristal yang tersebar dan berbentuk oktahedral seperti yang ditampilkan dalam Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Morfologi permukaan UiO-66-M

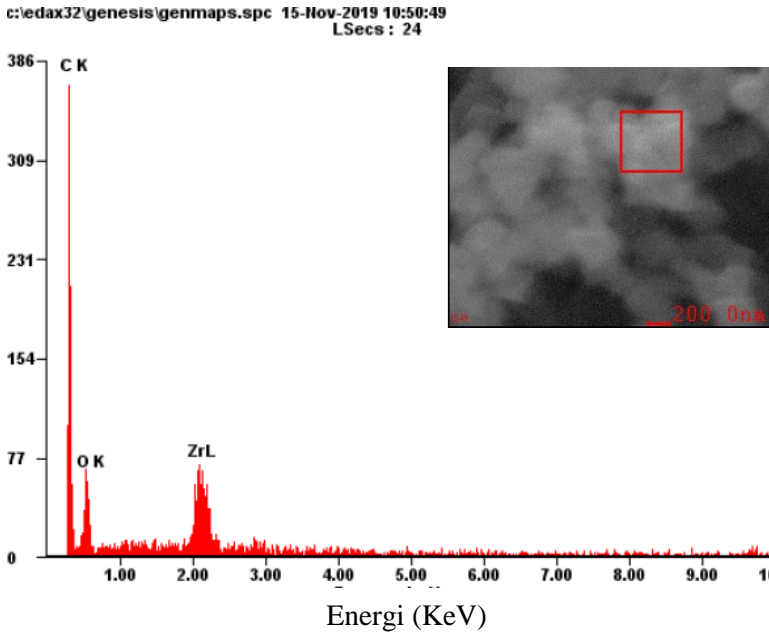
Penambahan modulator asam asetat dapat meningkatkan keteraturan dari morfologi UiO-66 (Qiu dkk., 2017). Asam asetat rawan membentuk kompleks dengan gugus *Zirkonium* dalam sintesis MOF berbasis Zr (Piszczek dkk., 2007). Penambahan asam asetat dalam sintesis UiO-66 akan memberikan koordinasi kompetitif antara asam monokarboksilat (asam asetat) dan asam dikarboksilat (BDC) (Schaate dkk., 2011) (Lu dkk., 2013). Kelompok *Zirkonium* akan cenderung bergabung dengan asam asetat dan terjadi pertukaran antara asam asetat dengan molekul *linker* di sisi koordinasi, yang dapat membatasi proses nukleasi sekunder. Efek kompetitif ini menyebabkan kemungkinan BDC terhubung dengan *Zirconium* menjadi kecil, sehingga pembentukan inti UiO-66 kurang disukai (Schaate dkk., 2011).

Hasil SEM material komposit CS(10)/UiO-66-M menunjukkan morfologi permukaan yang lebih halus dan lebih kecil seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.7. Penelitian yang pernah dilakukan oleh Dos Santos dkk. (2019) menyebutkan bahwa kitosan pada komposit CoFe_2O_4 /Kitosan mampu mengurangi kecenderungan untuk beraglomerasi antar partikel CoFe_2O_4 , sehingga menghasilkan kristal yang lebih kecil dan halus. Dengan adanya kitosan morfologi permukaan dari UiO-66 tidak berubah, struktur UiO-66 masih terlihat jelas di hasil XRD. Secara fisik, UiO-66-M yang diimpregnasi kitosan memiliki bentuk yang sama dengan UiO-66-M murni namun berukuran lebih kecil. Hal ini dikarenakan adanya kitosan yang memiliki ukuran molekul lebih besar daripada UiO-66-M menyebabkan UiO-66-M nampak lebih kecil ketika disekelilingi kitosan. Hal ini mengindikasikan bahwa impregnasi komposit Kitosan/UiO-66-M telah berhasil dilakukan.



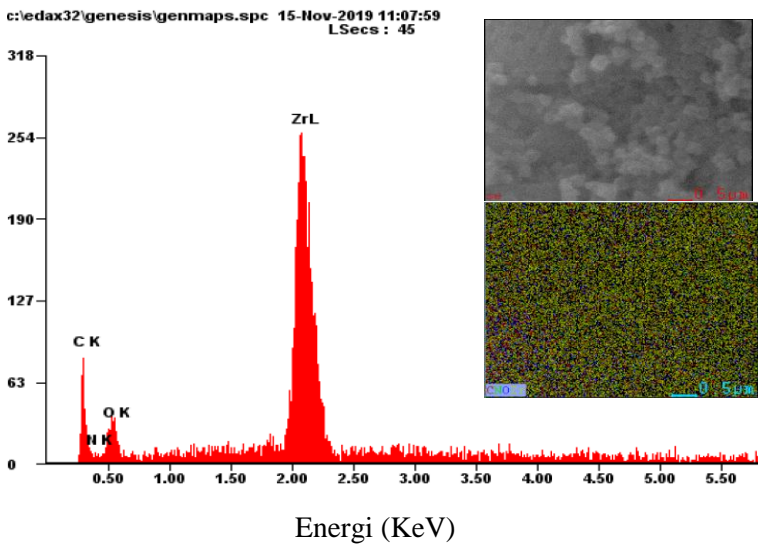
Gambar 4.7 Morfologi permukaan CS(10)/UiO-66-M

Analisis selanjutnya dilakukan menggunakan EDX untuk mengetahui komposisi unsur-unsur material hasil sintesis yang dinyatakan dalam persen berat (% berat). Hasil analisa EDX material UiO-66-M ditunjukkan pada Gambar 4.8.

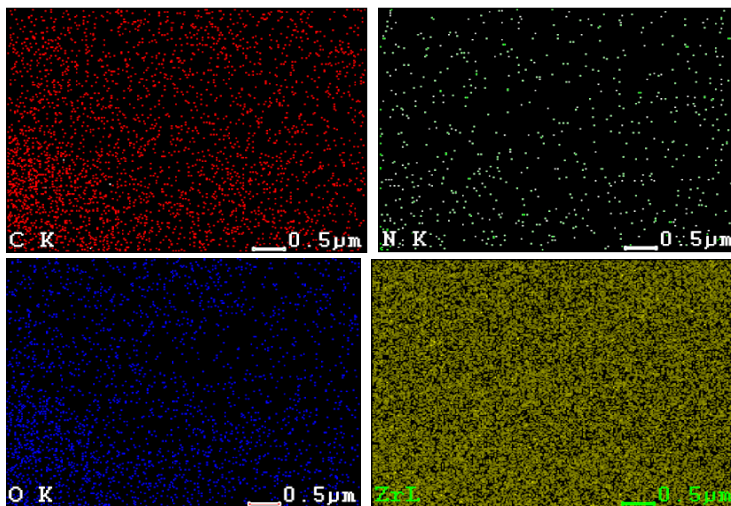


Gambar 4.8 EDX Kristal UiO-66-M

Hasil spektrum EDX material UiO-66-M menunjukkan bahwa komposisi unsur penyusunnya terdiri dari karbon (C), oksigen (O) dan Zirkonium (Zr). Hasil analisa EDX dan persebaran unsur penyusun sampel CS(10)/UiO-66-M ditampilkan dalam Gambar 4.9 dan 4.10. Komposisi unsur penyusunnya hampir sama dengan UiO-66-M yaitu karbon (C), oksigen (O) dan Zirkonium (Zr), namun yang membedakan yaitu adanya unsur Nitrogen (N) yang berasal dari penambahan kitosan.



Gambar 4.9 EDX Kristal CS(10)/UiO-66-M



Gambar 4.10 Hasil EDX peta sebaran atom penyusun CS(10)/UiO-66-M

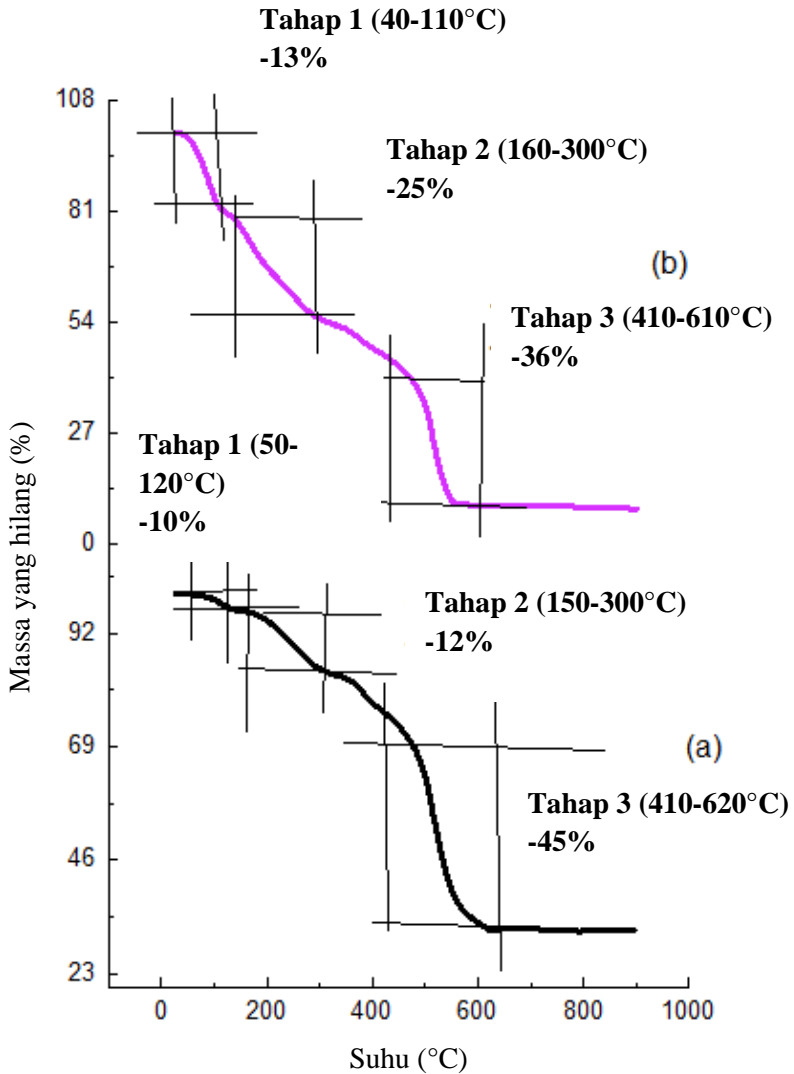
Berdasarkan peta sebaran EDX CS(10)/UiO-66-M (Gambar 4.10), dapat dilihat bahwa komposisi sebaran atom didominasi oleh zirkonium (Zr) dari ion pusat kemudian diikuti karbon (C), oksigen (O) dari *organic linker*, dan nitrogen (N) dari kitosan. Hasil ini menunjukkan bahwa modifikasi kitosan untuk penambahan sisi aktif berhasil dilakukan. Persentase unsur penyusun UiO-66-M dan CS(10)/UiO-66-M hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Komposisi berat UiO-66 dan Cs(10)/UiO-66-M

Sampel	Unsur	Wt (%)
UiO-66-M	Zr	09,72
	O	21,03
	C	69,25
	N	-
CS(10)/UiO-66-M	Zr	41,95
	O	13,85
	C	38,40
	N	05,80

4.5 Hasil Karakterisasi TGA

Karakterisasi *Thermal Gravimetric Analysis* (TGA) dilakukan untuk mengetahui kestabilan termal suatu material dan % pengurangan berat akibat terdekomposisinya senyawa dalam material hasil sintesis pada rentang suhu tertentu. Hasil analisis TGA ditampilkan dalam bentuk kurva penurunan % berat senyawa dalam cuplikan (mg) terhadap kenaikan suhu (°C). Karakterisasi TGA pada penelitian ini dilakukan pada material hasil sintesis UiO-66-M dan CS(10)/UiO-66-M. Kurva hasil analisis termal ditampilkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Kurva hasil analisis termal padatan (a) UiO-66-M (b) CS(10)/UiO-66-M

Kurva hasil analisis pada Gambar 4.11 menunjukkan terjadinya 3 tahap penurunan berat cuplikan pada semua sampel terhadap kenaikan suhu selama proses pemanasan berlangsung. Penurunan berat cuplikan pertama terjadi pada suhu 50-120 °C yang merupakan penurunan berat cuplikan akibat penguapan pelarut kloroform yang masih terperangkap pada *framework*. Dilanjutkan dengan tahap penurunan kedua pada suhu 150-300 °C merupakan tahap dekomposisi dari DMF yang terperangkap dalam kerangka padatan UiO-66-M yang tidak larut dalam kloroform saat proses pencucian padatan. Rentang suhu tersebut merupakan suhu titik didih kloroform (61,2 °C) dan DMF (153-155 °C) (Orefuwa dkk., 2012). Penurunan tahap ketiga terjadi pada rentang suhu 410-620 °C akibat dekomposisi BDC yang merupakan *linker* dari *framework* UiO-66-M dan CS(10)/UiO-66-M. Dekomposisi *linker* merupakan indikasi terjadinya kerusakan *framework* UiO-66-M yang menyebabkan UiO-66-M berubah dalam bentuk oksida logam, yaitu ZrO₂ (Abid dkk., (2012) dan Kandiah dkk., (2010). Pada suhu diatas 410 °C *framework* UiO-66-M sudah tidak stabil, maka dapat dikatakan suhu tersebut merupakan batas kestabilan UiO-66-M dalam mempertahankan kerangkanya.

Tidak jauh berbeda dengan UiO-66-M, kurva hasil analisis termal CS(10)/UiO-66-M juga menunjukkan 3 tahap penurunan berat cuplikan terhadap kenaikan suhu selama proses pemanasan berlangsung. Penurunan berat tahap pertama pada rentang suhu 40–110 °C. Penurunan berat sampel ini terjadi karena penguapan pelarut kloroform dan asam asetat yang masih terperangkap di dalam kerangka CS(10)/UiO-66-M. Penurunan tahap kedua terjadi pada rentang suhu 160–300 °C. Penurunan berat sampel ini terjadi karena penguapan pelarut DMF yang terperangkap dalam kerangka CS(10)/UiO-66-M. Penurunan berat sampel tahap ketiga terjadi pada rentang suhu 410-610 °C. Penurunan berat sampel ini dikarenakan adanya dekomposisi ligan BDC sehingga dapat merusak *framework* CS(10)/UiO-66-M dan menyebabkan terbentuknya oksida logam yaitu ZrO₂ (Abid dkk., 2012). Akan

tetapi jika diperhatikan lebih lanjut, terdapat perbedaan penurunan massa dan rentang suhu seperti ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Rentang suhu dekomposisi dan persentase pengurangan massa pada masing-masing sampel

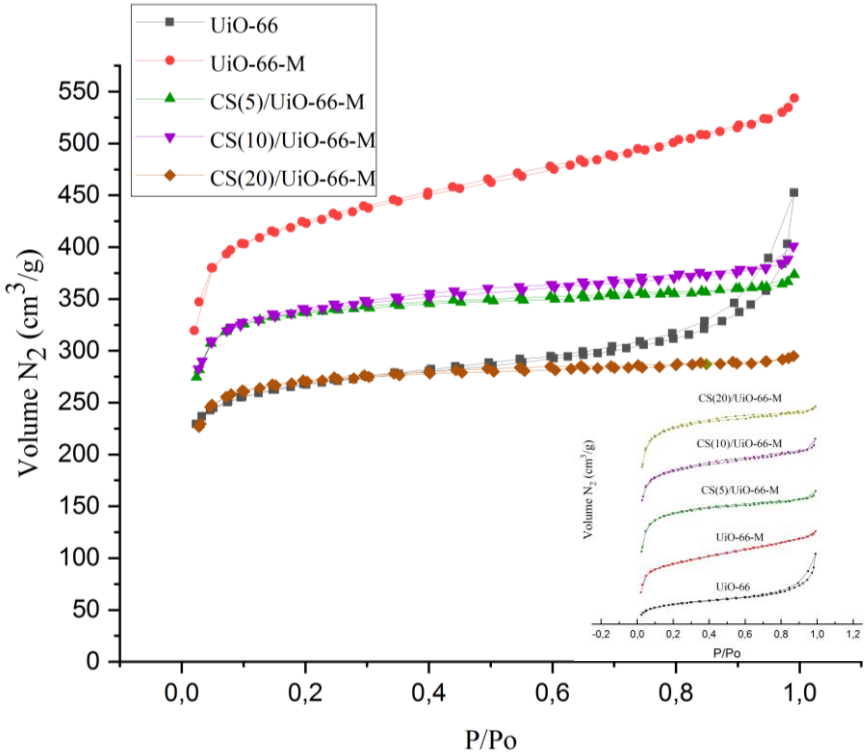
Hasil		Sampel	
		UiO-66-M	CS(10)/UiO-66-M
Tahap I	Pengurangan massa	10%	13%
	Suhu	50-120°C	40-110°C
Tahap II	Pengurangan massa	12%	25%
	Suhu	150-300°C	160-300°C
Tahap III	Pengurangan massa	45%	36%
	Suhu	410-620°C	410-610°C
Stabilitas Termal		410°C	410°C

4.6 Hasil Karakterisasi Adsorpsi Desorpsi N₂

Adsorpsi-Desorpsi nitrogen merupakan analisis yang bertujuan untuk mengetahui luas permukaan dan distribusi ukuran pori dari suatu sampel. Hasil yang diperoleh berupa kurva isoterm yang merupakan hasil plot dari volume N₂ yang teradsorpsi dan terdesorpsi pada pori material dalam keadaan STP terhadap tekanan relatif gas pada suhu konstan (P/P_0). Kurva isotermal adsorpsi-desorpsi nitrogen sampel UiO-66, UiO-66-M, CS(5)/UiO-66-M, CS(10)/UiO-66-M dan CS(20)/UiO-66-M ditunjukkan pada Gambar 4.12.

Kurva isotermal adsorpsi desorpsi nitrogen menunjukkan material hasil sintesis mengikuti pola tipe I dan IV, dimana pola tipe I menunjukkan adanya pori berukuran mikro yang terjadi karena adsorpsi nitrogen pada lapisan monolayer pori-pori material terjadi pada tekanan relatif kurang dari 0,2. Hal ini sesuai

dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Qiu dkk., (2017), bahwa adsorpsi nitrogen yang terjadi pada tekanan relatif rendah cukup tinggi untuk sampel UiO-66 yang mengindikasikan sampel berukuran mikropori.



Gambar 4.12 Kurva isotherm adsorpsi-desorpsi N₂ material hasil sintesis

Kurva isotherm adsorpsi-desorpsi semua material terdapat *loop* histerisis mengikuti pola tipe IV yang mengindikasikan bahwa material tersebut memiliki pori berukuran meso (Liu dkk., 2015). Namun *loop* histerisis pada material UiO-66-M sangat sempit dibandingkan UiO-66, yang mengindikasikan bahwa distribusi

pori meso pada material tersebut hanya sedikit. Pada material UiO-66 *loop* histerisis terjadi pada P/Po 0,8-1, sedangkan pada material UiO-66-M *loop* histerisis terjadi pada P/Po 0,4-1. Pada material Komposit Kitosan/UiO-66-M *loop* histerisis terjadi pada P/Po 0,2-1. Histeresis pada tekanan rendah dapat disebabkan karena diameter pori permukaan pada material lebih sempit dibandingkan diameter pori bagian dalam sehingga partikel gas susah terdesorp, maka dari itu diperlukan tekanan yang lebih rendah untuk mempermudah proses desorpsi (Thommes dkk., 2015).

Luas permukaan spesifik (S_{BET}), volume pori dan diameter pori dari material hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 4.6.

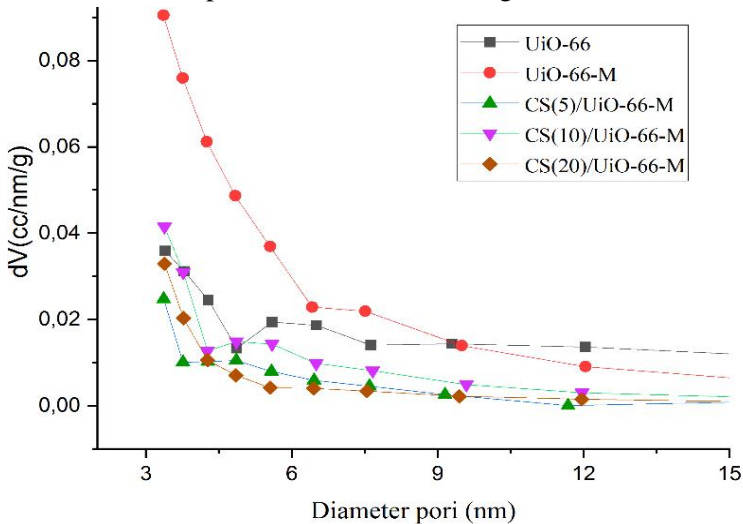
Tabel 4.6 Luas permukaan spesifik (S_{BET}), volume pori dan diameter pori dari material hasil sintesis

Sampel	S_{BET} (m^2/g)	Vpori (cm^3/g)	Vmeso (cm^3/g)	Dpori rata- rata(nm)	Dpori BJH (nm)
UiO-66	825,7	0,2857	0,3031	3,39	3,396
UiO-66-M	1329,98	0,3379	0,1939	2,548	3,3606
CS(5)/UiO-66-M	1027	0,3354	0,0510	2,248	3,367
CS(10)/UiO-66-M	1044	0,3497	0,0898	2,376	3,3812
CS(20)/UiO-66-M	829,3	0,2806	0,03468	2,204	3,385

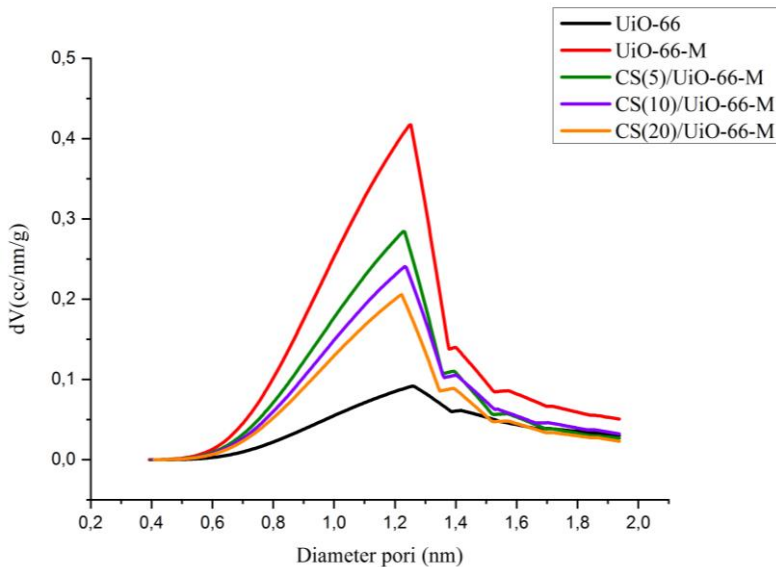
Berdasarkan tabel diatas terlihat bahwa luas permukaan spesifik UiO-66 meningkat dengan adanya penambahan modulator. Hal ini dikarenakan modulator dapat membatasi proses nukleasi sekunder (Schaate dkk., 2011) dan meningkatkan kristanilitas (Qiu, dkk., 2017). Namun penambahan modulator asam asetat juga dapat menurunkan volume meso pada material hasil sintesis. Material komposit kitosan/UiO-66-M memiliki luas permukaan spesifik yang lebih rendah dibandingkan UiO-

66-M sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh (Dos Santos dkk., 2019), CoFe_2O_4 /kitosan memiliki luas permukaan $23,3 \text{ m}^2/\text{g}$ lebih rendah daripada CoFe_2O_4 murni yaitu $140,2 \text{ m}^2/\text{g}$, hal ini menunjukkan bahwa selama proses *crosslinking*, kitosan menempati area permukaan Ferit yang tersedia, sehingga area permukaan untuk mengadsorpsi adsorbat menjadi berkurang.

Diameter pori rata-rata material komposit Kitosan/UiO-66-M lebih kecil jika dibandingkan dengan UiO-66-M kontrol, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (Dos Santos dkk., 2019), bahwa diameter pori CoFe_2O_4 /kitosan lebih rendah daripada CoFe_2O_4 murni. Komposit CS(10)/UiO-66-M memiliki diameter pori rata – rata yang cukup besar yaitu $2,376 \text{ nm}$. Diameter pori meso dianalisis dengan metode Barret, Joiner dan Halenda (BJH) (Gambar 4.13a) menunjukkan hasil bahwa komposit CS(20)/UiO-66-M memiliki diameter pori meso yang cukup besar yaitu $3,385 \text{ nm}$. Hal ini menguntungkan untuk proses adsorpsi karena dapat memudahkan molekul zat warna berdifusi ke dalam pori dan berinteraksi dengan sisi aktif.



Gambar 4.13 a) Distribusi ukuran pori meso



Gambar 4.13 b) Distribusi ukuran pori mikro

Analisis diameter ukuran pori mikro dilakukan menggunakan metode HK. Diameter pori mikro untuk material UiO-66, UiO-66-M, CS(5)/UiO-66-M, CS(10)/UiO-66-M dan CS(20)/UiO-66-M berturut – turut adalah 1,2475; 1,2475; 1,2275; 1,2325 dan 1,2225 nm, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.13b. Data adanya distribusi pori mikro ini membuktikan bahwa material hasil sintesis mengikuti tipe I yang mengindikasikan material mikropori.

4.7 Hasil Adsorpsi Zat Warna

Pada penelitian ini, material UiO-66, UiO-66-M dan komposit Kitosan/UiO-66-M digunakan sebagai adsorben zat warna MO. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode *batch*. Proses adsorpsi dilakukan pada kondisi suhu ruang dengan dosis adsorben 10 mg dalam 20 mL adsorbat. Adsorpsi

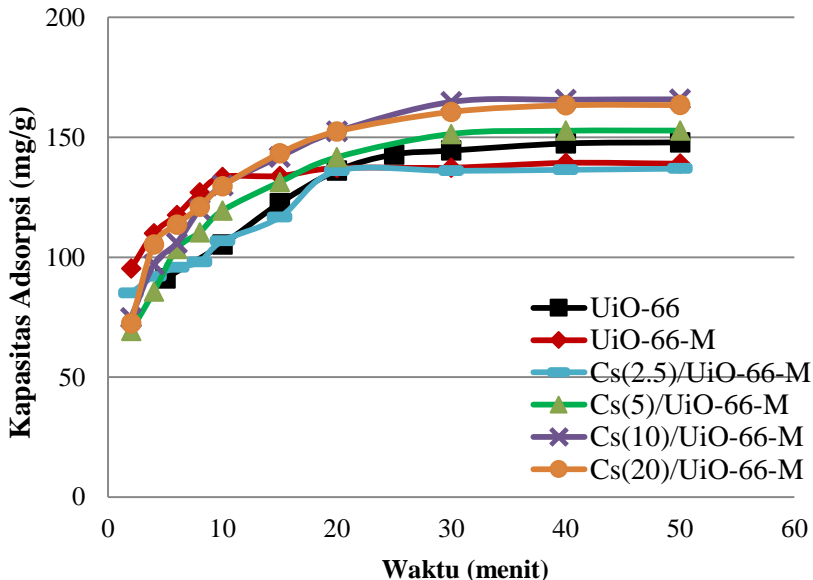
dilakukan pada pH 7, hal ini disesuaikan dengan keperluan pembuangan limbah yang tidak mungkin dilakukan dalam pH asam maupun basa. Adsorpsi MO pada pH 7 juga didukung oleh penelitian Mardila dkk., (2014) yang menyatakan bahwa kondisi optimum pengolahan limbah MO menggunakan adsorben kitosan adalah pada pH 7. Variasi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu variasi waktu dan konsentrasi. Variasi waktu digunakan untuk menentukan waktu setimbang dan mengetahui kinetika adsorpsi. Setelah didapatkan waktu setimbang, selanjutnya dilakukan variasi konsentrasi MO untuk mengetahui isotermal adsorpsi.

4.7.1 Penentuan Waktu Kontak

Pada penelitian ini UiO-66, UiO-66-M dan Kitosan/UiO-66-M digunakan sebagai adsorben untuk adsorpsi MO. Variasi waktu kontak yang digunakan untuk menentukan waktu kontak optimum yaitu 2; 4; 6; 8; 10; 15; 20; 30; 40 dan 50 menit. Konsentrasi awal yang digunakan adalah 100 mg/L. Sebelum melakukan adsorpsi, material adsorben diaktivasi pada suhu 70 °C selama dua jam untuk proses aktivasi agar adsorben bekerja dengan optimal. Hasil perhitungan nilai kapasitas adsorpsi yang dilampirkan pada Lampiran G.3 selanjutnya diplot sebagai sumbu y dan waktu kontak sebagai sumbu x. Grafik variasi waktu kontak ditunjukkan pada Gambar 4.15

Gambar 4.15 menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi meningkat pada masing-masing material mulai dari menit ke-2 hingga menit ke-40 seiring bertambahnya waktu kontak. Peningkatan kapasitas adsorpsi terjadi karena ruang-ruang kosong yang ada pada adsorben masih banyak yang belum terisi oleh zat warna (Sharma dkk., 2019). Pada waktu kontak 40 sampai 50 menit menunjukkan hasil kapasitas adsorpsi yang mulai konstan, hal ini menandakan bahwa adsorben sudah jenuh. Pada waktu kontak 40 menit telah terjadi kesetimbangan pada permukaan adsorben dimana permukaan tersebut telah terisi penuh oleh ion zat warna yang diserap, sehingga tidak dapat menyerap zat warna lebih banyak lagi (Sari dan Widiastuti, 2010). Dari data tersebut dapat

disimpulkan bahwa waktu kontak optimum pada adsorpsi MO adalah 40 menit.

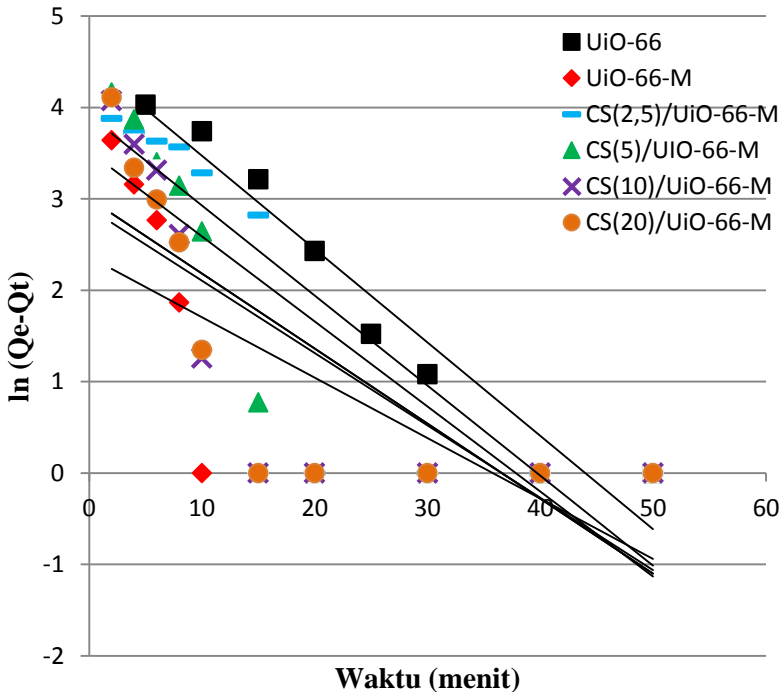


Gambar 4.15 Grafik variasi waktu kontak pada adsorpsi zat warna MO

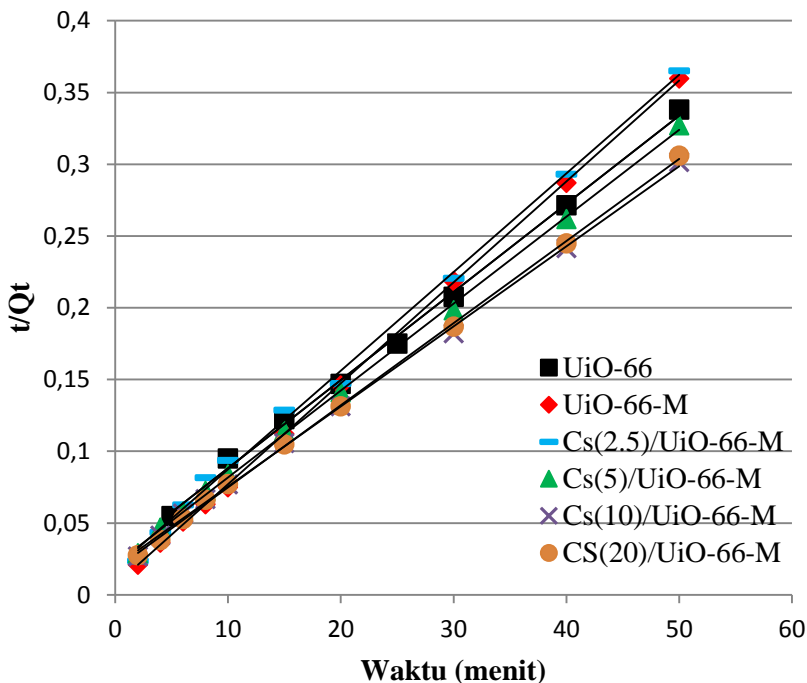
Material UiO-66 dapat digunakan sebagai adsorben MO karena memiliki sisi aktif yang bermuatan positif yaitu Zr^{4+} , maka dari itu UiO-66 cocok digunakan sebagai adsorben MO yang merupakan zat warna anionik. Adsorpsi terjadi karena interaksi elektrostatik antara Zr^{4+} pada UiO-66 dengan muatan negatif pada gugus sulfonat (SO_3^-) yang terdapat dalam MO. Selain itu juga terdapat interaksi π - π *stacking* antara cincin benzen dari UiO-66 dan dari pewarna organik (Zhang dkk., 2019). Penambahan kitosan dapat meningkatkan sisi aktif NH_3^+ , sehingga adanya kitosan dapat mendukung interaksi antara gugus SO_3^- pada pewarna dengan gugus NH_3^+ pada material komposit (Huang, 2017).

4.7.2 Kinetika Adsorpsi

Data hasil dari variasi waktu kontak selanjutnya digunakan untuk menentukan kinetika adsorpsi zat warna MO. Studi terkait kinetika adsorpsi digunakan untuk menentukan kecepatan reaksi pada masing-masing adsorben. Kinetika adsorpsi ditentukan melalui pendekatan persamaan kinetika reaksi adsorpsi yang paling sesuai dengan membandingkan nilai kuadrat koefisien korelasi (R^2) atau linearitas. Kinetika adsorpsi yang digunakan dalam penelitian ini adalah orde satu semu dan orde dua semu. Perhitungan kinetika adsorpsi ditampilkan pada Lampiran H. Plot grafik kinetika adsorpsi orde satu semu dan orde dua semu dapat ditunjukkan pada Gambar 4.16 dan 4.17.



Gambar 4.16 Plot Kinetika Orde Satu Semu Material Hasil Sintesis



Gambar 4.17 Plot Kinetika Orde Dua Semu Material Hasil Sintesis

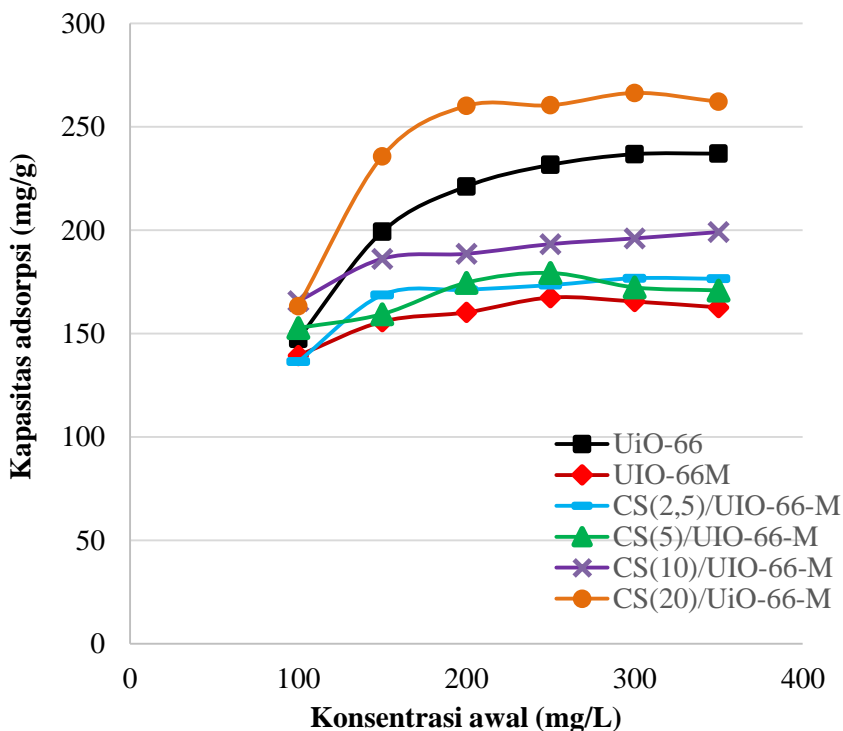
Berdasarkan plot grafik orde satu semu dan orde dua semu menunjukkan bahwa adsorpsi MO oleh masing-masing adsorben cenderung mengikuti kinetika adsorpsi orde dua semu karena memiliki nilai koefisien korelasi (R^2) yang lebih mendekati 1. Menurut Farooq dkk. (2011) model kinetika orde dua semu mengindikasikan adanya proses *chemisorpsi* melalui mekanisme seperti interaksi elektrostatis. Selain itu, kinetika adsorpsi orde dua semu juga menunjukkan bahwa adsorpsi ditentukan oleh dua variabel yaitu konsentrasi adsorbat dan konsentrasi sisi aktif pada permukaan adsorben. Hasil perhitungan dari parameter kinetika adsorpsi ditunjukkan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Parameter Model Kinetika Orde Satu Semu dan Orde Dua Semu

Model Kinetika	Parameter		
Orde Satu Semu	k_f	q_e	R^2
UiO-66	0,1021	89,1303	0,9454
UiO-66-M	0,0661	10,6494	0,4964
CS(2,5)/UiO-66-M	0,0985	50,0839	0,7872
CS(5)/UiO-66-M	0,0931	33,8080	0,7247
CS(10)/UiO-66-M	0,0821	20,1761	0,6082
CS(20)/UiO-66-M	0,0791	18,0781	0,6136
Orde Dua Semu	k_s	q_e	R^2
UiO-66	0,0013	163,9344	0,9979
UiO-66-M	0,0071	142,8571	0,9999
CS(2,5)/UiO-66-M	0,0025	144,9275	0,9996
CS(5)/UiO-66-M	0,0018	163,9344	0,9992
CS(10)/UiO-66-M	0,0016	178,5714	0,999
CS(20)/UiO-66-M	0,0018	175,4386	0,9995
Keterangan: k_f = konstanta laju orde satu semu (menit ⁻¹) q_e = kapasitas adsorpsi pada saat kesetimbangan (mg/g) k_s = konstanta laju orde dua semu (g/mg.menit)			

4.7.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Penentuan konsentrasi ini dilakukan untuk mengetahui pola penyerapan MO (MO) menggunakan UiO-66, UiO-66-M dan Kitosan/UiO-66-M. Variasi konsentrasi awal larutan MO yang digunakan yaitu 100; 150; 200; 250; 300 dan 350 mg/L. Kondisi adsorpsi dilakukan pada kondisi yang sama yaitu pH=7, dengan dosis adsorben 10 mg dalam 20 mL larutan MO, selama 40 menit. Hasil perhitungan kapasitas adsorpsi ditampilkan pada Lampiran G.3. Grafik variasi konsentrasi awal adsorbat dapat dilihat pada Gambar 4.18.



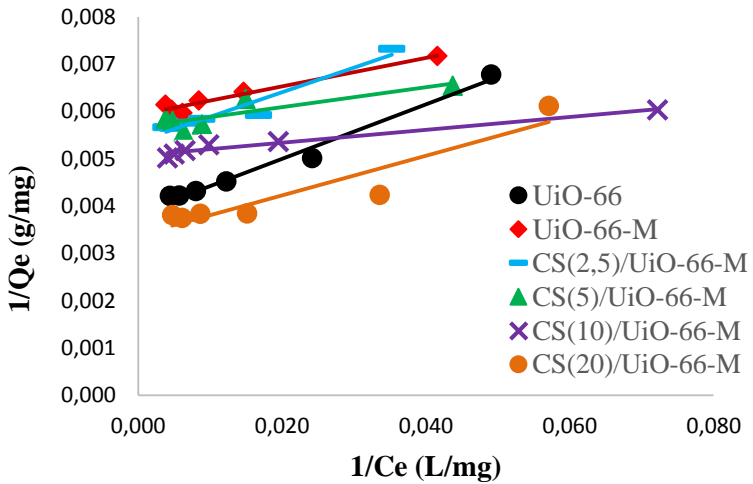
Gambar 4.18 Plot variasi konsentrasi adsorpsi MO

Gambar 4.18 menunjukkan kemampuan penyerapan MO meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi larutan MO. Pada konsentrasi awal 100-300 mg/L terjadi peningkatan yang cukup signifikan. Peningkatan kapasitas adsorpsi terjadi karena adanya penyerapan MO yang berinteraksi dengan sisi aktif yang ada pada permukaan adsorben secara optimal. Hal tersebut menunjukkan bahwa meningkatnya konsentrasi larutan adsorbat maka akan memberikan daya dorong terhadap adsorbat untuk teradsorp (Sari dan Widiastuti, 2010). Pada konsentrasi 350 mg/L hasil kapasitas adsorpsi menjadi konstan dan ada yang sedikit menurun, hal ini dikarenakan adsorben telah jenuh terpenuhi oleh adsorbat dan kemungkinan dapat mengalami desorpsi.

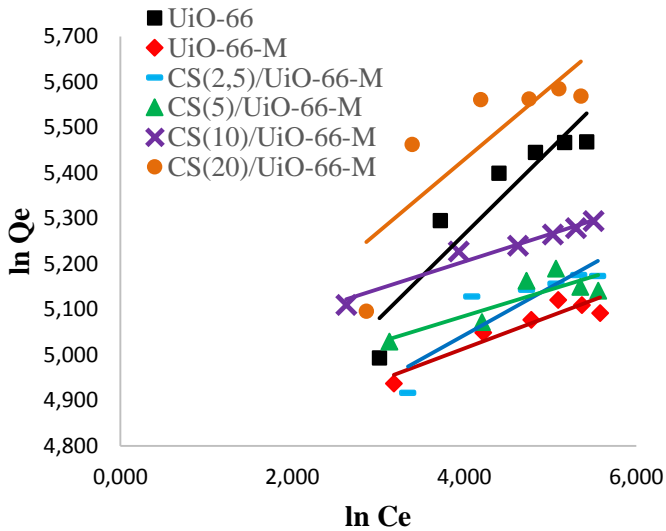
Hasil plot grafik menunjukkan bahwa penyerapan zat warna MO oleh material hasil sintesis terjadi pada konsentrasi optimum sebesar 300 mg/L. Pada variasi konsentrasi, kapasitas adsorpsi paling tinggi terjadi pada material komposit CS(20)/UiO-66-M yaitu sebesar 266, 44 mg/g. Hal ini didukung oleh data diameter pori BJH pada CS(20)/UiO-66-M cukup besar yaitu 3,385 nm. Hal ini memungkinkan adsorben memiliki kinerja adsorpsi yang lebih baik karena apabila ukuran mesopori lebih besar maka memudahkan molekul zat warna berdifusi kedalam pori dan berinteraksi dengan sisi aktif yang ada di adsorben (Kondo dkk., 2012). Selain itu, pada komposit kitosan/UiO-66-M juga memiliki tambahan sisi aktif NH_3^+ yang berasal dari kitosan (Mardila dkk., 2014).

4.7.4 Isoterm Adsorpsi

Hasil pengamatan Adsorpsi MO pada variasi konsentrasi selanjutnya digunakan untuk menentukan model isotermal adsorpsi Langmuir dan isotermal adsorpsi Freundlich. Perhitungan isotermal adsorpsi dicantumkan pada Lampiran I. Hasil plot isotermal adsorpsi Langmuir dan Freundlich dapat dilihat pada Gambar 4.19 dan 4.20



Gambar 4.19 Isotermal Langmuir adsorpsi MO



Gambar 4.20 Isotermal Freundlich adsorpsi MO

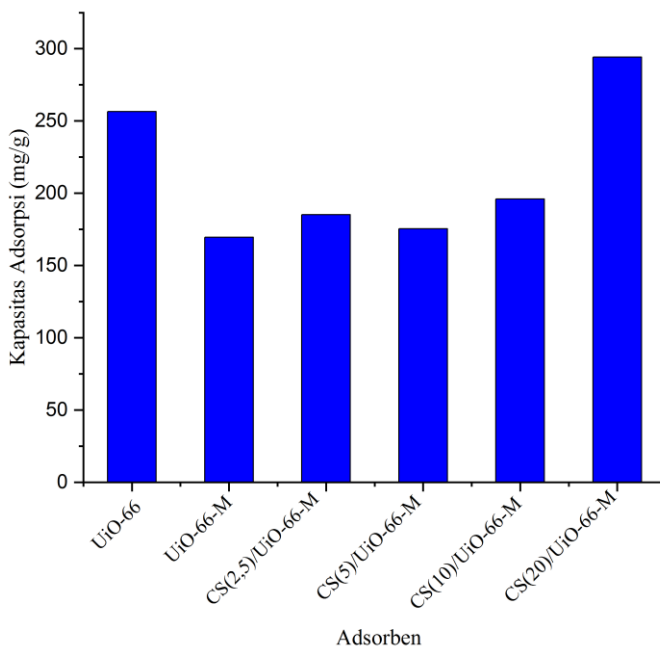
Berdasarkan hasil plot isotermal Langmuir dan Freundlich pada masing-masing material adsorben didapatkan nilai koefisien korelasi (R^2) material pada model isotermal Langmuir lebih tinggi dibandingkan isotermal Freundlich seperti yang ditampilkan pada Tabel 4.9. Dengan demikian, data tersebut mengikuti model isotermal Langmuir. Hal ini mengindikasikan proses adsorpsi terjadi secara monolayer dengan adanya interaksi kimia antara adsorben dan adsorbat.

Tabel 4.9 Data isotermal adsorpsi

Adsorben	Isotermal Langmuir		
	Q_{\max} (mg/g)	K_L (L/mg)	R^2
UiO-66	256,410	0,0677	0,9841
UiO-66-M	169,492	0,1967	0,962
CS(2,5)/UiO-66-M	185,185	0,1038	0,9383
CS(5)/UiO-66-M	175,439	0,2701	0,7587
CS(10)/UiO-66-M	196,078	0,3750	0,9652
CS(20)/UiO-66-M	294,118	0,0811	0,8764
Adsorben	Isotermal Freundlich		
	n	K_F (L/mg)	R^2
UiO-66	5,3505	91,5971	0,8661
UiO-66-M	14,0845	113,3069	0,8761
CS(2,5)/UiO-66-M	9,5057	101,7481	0,7803
CS(5)/UiO-66-M	17,2712	128,1883	0,7244
CS(10)/UiO-66-M	16,5563	143,0794	0,9609
CS(20)/UiO-66-M	6,2854	120,6146	0,6837

Perbandingan hasil kapasitas adsorpsi UiO-66, UiO-66-M dan kitosan/UiO-66-M dapat ditunjukkan pada Gambar 4.21.

Material CS(20)/UiO-66-M memiliki hasil kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan material lainnya. Hal ini sesuai dari hasil adsorpsi desorpsi N₂ bahwa pada material CS(20)/UiO-66-M memiliki distribusi ukuran mesopori yang cukup besar daripada material lainnya yaitu sebesar 3,385 nm. Hal ini memudahkan zat warna MO yang rata-rata berukuran 1,58 x 0,65 x 0,26 nm berdifusi masuk ke pori adsorben.



Gambar 4.21 Kapasitas material hasil adsorpsi

Tabel 4.10 menunjukkan modifikasi UiO-66 dengan penambahan modulator dan kitosan memiliki kapasitas adsorpsi maksimum sebesar 294,118 mg/g. Nilai tersebut termasuk cukup besar jika dibandingkan adsorben lain dalam adsorpsi MO. Sifat adsorpsi yang baik pada komposit Kitosan/UiO-66-M dikarenakan terdapat interaksi antara gugus fungsi aktif dari Zr pada UiO-66 dan NH₂ dari kitosan (Mardila dkk., 2014).

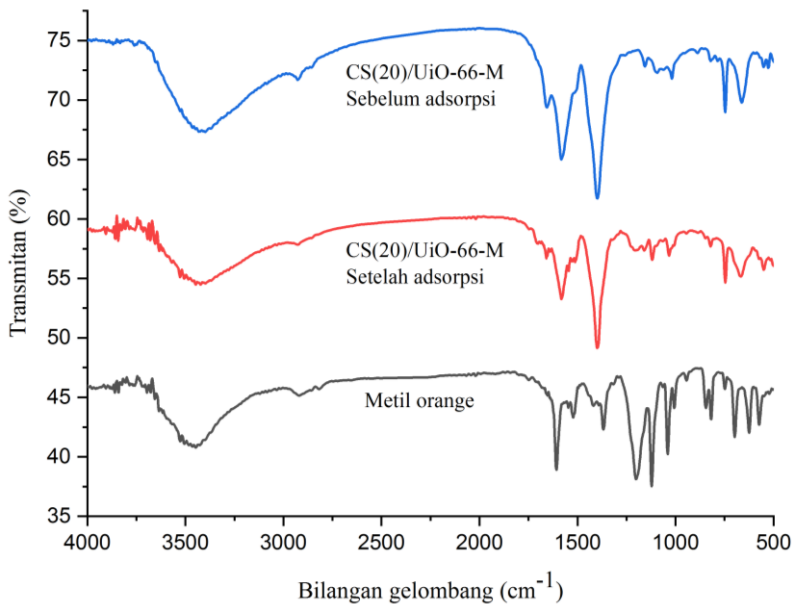
Tabel 4.10 Kapasitas adsorpsi maksimum MO dari berbagai adsorben

Adsorben	Q_{\max} (mg/g)	Sumber
Kitosan makropori	8,538	Mardila dkk., (2014)
MCM-41/ZIF-67	161,6	Ediati dkk., (2019)
CCM (<i>Carbon coated MO</i> nolith)	132,7	Cheah dkk., (2013)
UiO-66	70,4	Qiu dkk., (2017)
UiO-66 Modulator asam asetat	84,8	Qiu dkk., (2017)
Kitosan/UiO-66-M	294,118	Penelitian ini.

4.7.5 Hasil Karakterisasi FTIR Senyawa Setelah Adsorpsi

Analisis FTIR dilakukan terhadap material sebelum dan sesudah adsorpsi, yang bertujuan untuk mengetahui perbedaan gugus fungsi sebelum maupun sesudah adsorpsi dan juga untuk memastikan bahwa MO telah benar – benar teradsorp ke dalam adsorben. Hasil analisis FTIR ditunjukkan pada Gambar 4.22. Spektra hasil FTIR menunjukkan gugus fungsi pada material CS(20)/UiO-66-M hasil sintesis sebelum adsorpsi muncul pada bilangan gelombang 1654; 1581; 1398; 661; 3398 dan 1072 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi C=O, C=C aromatis, C-O, Zr-O, O-H bergabung dengan NH_2 , dan C-O-C. Sedangkan pita serapan material CS(20)/UiO-66-M sesudah adsorpsi terdapat pada bilangan gelombang sekitar 1658, 1581, 1400, 667, 3421, dan 1064 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi C=O, C=C aromatis, C-O, Zr-O, O-H bergabung dengan NH_2 , dan C-O-C. Hasil ini menunjukkan bahwa terjadi sedikit pergeseran pada pita serapan dari material sebelum dan sesudah adsorpsi. Pada material CS(20)/UiO-66-M setelah adsorpsi muncul pita serapan dengan intensitas kecil pada bilangan gelombang 1207 cm^{-1} yang menandakan adanya gugus sulfonat -S=O- ($-\text{SO}_3^-$) dari MO yaitu

sekitar $1200\text{-}1365\text{ cm}^{-1}$ (Coates, 2006). Hal ini menandakan bahwa *methyl orange* telah berhasil teradsorpsi ke dalam adsorben CS(20)/UiO-66-M.



Gambar 4.22 Spektra FTIR adsorben sebelum dan setelah adsorpsi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Material UiO-66 termodulasi telah berhasil disintesis dengan metode solvotermal dalam pelarut DMF pada suhu 120 °C selama 24 jam. Komposit Kitosan/UiO-66-M juga telah berhasil disintesis dengan metode impregnasi. Hal ini dibuktikan dengan difraktogram XRD dan spektra FTIR material hasil sintesis yang sama dengan UiO-66 standart. Hasil uji adsorpsi terhadap zat warna MO menunjukkan waktu optimum pada menit ke-40. Material CS(20)/UiO-66-M memiliki kinerja yang paling optimum dibandingkan dengan UiO-66 dan UiO-66-M dengan nilai kapasitas adsorpsi maksimum sebesar 294,118 mg/g. Hasil uji adsorpsi terhadap zat warna MO menunjukkan bahwa UiO-66 , UiO-66-M dan semua komposit Kitosan/UiO-66-M mengikuti kinetika adsorpsi orde dua semu dan isotermal adsorpsi Langmuir.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu perlu dilakukan uji adsorpsi zat warna dengan aspek lainnya seperti dosis adsorben dan suhu yang dapat mempengaruhi kinerja adsorpsi pada zat warna. Selain itu juga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut menggunakan jenis modulator yang lain.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Abid, H. R., Pham, G.H., Ang, H. M., Tade, M. O., dan Wang, S., 2012, *Adsorption of CH₄ and CO₂ on Zr-metal organic frameworks*, Journal of Colloid and Interface Science, 366, 120–124.
- Abid, H.R., Tian, H., Ang, H.M., Tade, M.O., Buckley, C.E., Wang, S., 2012. *Nanosize Zr-metal organic framework (UiO-66) for hydrogen and carbon dioxide storage*. Chemical Engineering Journal, 187, 415–420.
- Ahmed, I., Khan, N.A., Jung, S.H., 2017. *Adsorptive Denitrogenation of Model Fuel by functionalized UiO-66 with acidic and basic MOieties*. Chemical Engineering Journal, 321, 40-47.
- Atkins, P., de Paula, J., 2010. *Physical Chemistry, Ninth Edition*. W. H. Freeman and Company, New York.
- Atkins, P.W., 1999, *Kimia Fisika*, (diterjemahkan oleh :Kartahadiprojo Irma I), edisi ke-2, Erlangga, Jakarta.
- Azizian, S., Haerifar, M., Bashiri, H., 2009. *Adsorption of methyl violet onto granular activated carbon: equilibrium, kinetics and Modeling*. Chem. Eng. J. 146, 36–41.
- Bansal, R. C., & Meenakshi, G. 2005. *Activated Carbon Adsorption*. New York: Taylor & Francis Group
- Baseri, J.R., Palanisamy, P.N., Sivakumar, P., 2013. *Polyaniline nano composite for the adsorption of reactive dye from aqueoussolutions: equilibrium and kinetic studies*. Asian J. Chem. 25 (8), 4145–4149

- Brown, M.E., 2004. *Introduction to Thermal Analysis Techniques and Applications edisi Ke-2*. Kluwer Academic Publisher, New York, USA.
- Cavka, J. Jakobsen, S. U. Olsbye, N. Guillou, C. Lamberti, S. Bordiga and K. Lillerud., 2008. "A New Zirconium Inorganic. Building Brick Forming Metal Organic Frameworks with Exceptional Stability," *Journal. American. Chemistry. Society.*, no. 130, p. 13850–13851.
- Cheah, W. Soraya Hosseini, Moonis Ali Khan, T.G. Chuah, Thomas S.Y. Choeng., 2013. 'Acid MODified carbon coated MONolith for MO adsorption', *Chemical Engineering Journal*. Elsevier B.V., 215–216, pp. 747–754. doi: 10.1016/j.cej.2012.07.004.
- Cho, H., Kim J., Kim, S., Ahn W., 2013. *High Yield 1-L Scale Synthesis of ZIF-8 Via Sonochemical Route*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 169, 180-184.
- Choi, J.S., Son, W., J., Kim, J., dan Ahn, W.S., 2008. *Metal-Organic Framework MOF-5 Prepared by Microwave Heating: Factors to be Considered*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 116: 723-731.
- Coates, J., 2006. Interpretation of infrared Spectra, A Practical Approach. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*
- Dey, C., Kundu, T., Biswal, B.P., Mallick, A., & Banerjee, R., 2014, "Crystalline metal-organic framework (MOFs): synthesis, structure and function", *Acta Cryst.*, Vol. B70, hal 3-10.
- Dos Santos, J. M. N. Carolina R. Pereira, Luiz Antonio A. Pinto, Tuanny Frantz, Éder C. Lima, Edson L. Foletto, Guilherme L. Dotto., 2019 'Synthesis of a novel CoFe₂O₄/chitosan magnetic composite for fast adsorption of indigotine blue dye',

- Carbohydrate Polymers. Elsevier, 217(April), pp. 6–14. doi: 10.1016/j.carbpol.2019.04.054.
- Eckenfelder, W.W., 2000. *Industrial water pollution control. McGraw-Hill series in water resources and environmental engineering. 3rd ed.* McGraw-Hill higher education.
- Ediati, R., Elfianuar, P., Santoso, E., Sulistiono, D. O., dan Nadjib, M. (2019). *Synthesis of MCM-41/ZIF-67 Composite for Enhanced Adsorptive ReMOval of MO in Aqueous Solution.* Mesoporous Material- Properties and Applications, 1-14.
- Farooq, U., Khan, A.M., Athar, M., Kozinski, J.A., 2011. *Effect of MODification of Enviromentally Friendly Biosorbent wheat on the biosorptive reMOval of cadmium (II) ions from aqueous solution.* Chemistry Engineering, 171, 400-410.
- Fernandez, R.B. 2011. *Kimia Material Spektroskopi Infra Merah (IR) dan Sinar Tampak (UV-Vis).* Universitas Andalas. Padang scaffolds for tissue engineering. Biomaterials, 20(12), 1133–1142. doi:10.1016/s0142-9612(99)00011-3
- Fransina, E. G. & Tanasale, M. F. J. D. P., 2007 *Studi kinetika adsorpsi Methylena biru pada kitin dan kitosan.* J. Sains MIPA, Volume 13(3) pp. 171-176.
- Furukawa, H., Cordova, K.E., O'Keeffe, M., Yaghi, O.M. 2013. *The Chemistry and Applications of Metal-Organic Frameworks*, Science 341. 1230444.
- Gangu, K. K., Maddila, S., Mukkamala, S. B. & Jonnalagadda, S. B., 2016. *A review on contemporary Metal–Organic Framework materials.* Inorganica Chimica Acta, Volume 446. pp. 61-74.
- Giyatmi. 2008. *Penurunan Kadar Cu, Cr Dan Ag Dalam Limbah Cair Industri Perak Di Kota Agede Setelah Diadsorpsi*

Dengan Tanah Liat Dari Daerah Godean. Jurnal seminar Nasional IV. Yogyakarta.

Gong R, Ding Y, Li M, Yang C, Liu H & Sun Y. 2005. *Utilization of powdered peanut hull as biosorben for reMOval of anionics dyes from aqueous solution.* J Dyes Pigment 64: 187.

Haqiqi, E., 2016. *Sintesis Al-Uio-66-Nh2 Dengan MOdulator Asam Asetat Dan Aktivitasnya Sebagai Katalis Pada Reaksi Esterifikasi PFAD (Palm Fatty Acid Distillate) Dengan Metanol.* Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Hartanto, D., Purbaningtias, T.E., Fansuri, H., Prasetyoko, D., 2011. *Karakterisasi struktur pori dan MOrfologi ZSM-2 mesopori yang disintesis dengan variasi waktu aging.* Jurnal Ilmu Dasar, 12(1), 80-90.

Hassler, J.W. 1974. *Purification with Activated Carbon: Industrial Commercial, Environmental.* Chemical Publishing Co. Inc. New York.

Ho, Y.S., Mckay, G., Wase, D.A., Foster, C.F., 2000. *Study of the sorption of divalent matalions onto peat.* Process Biochem, 39(6), 759-763.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.07.065>.

Huang, R., 2017 'Adsorption of MO onto protonated cross- linked chitosan', Arabian Journal of Chemistry. King Saud University, 10(1), pp. 24-32. doi: 10.1016/j.arabjc.2013.05.017.

Iflakhah, D dan Ediati R., 2015. *MOdulated Synthesis And Characterization Of Ni-Uio-66.* Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.

- Inagaki, Michio., 2016. *Gas Adsorption/Desorption for Pore Structure Characterization*. Thinsgsua University Press Limited, Hamamatsu. Japan.
- Jamshidifard, S. Shahnaz Koushkbaghi, Seyedehgolshan Hosseini, Sina Rezaei, Alireza Karamipour, Azadeh Jafari rad, Mohammad Irani., 2019. '*Incorporation of UiO-66-NH₂ MOF into the PAN/chitosan nanofibers for adsorption and membrane filtration of Pb(II), Cd(II) and Cr(VI) ions from aqueous solutions*', Journal of Hazardous Materials. Elsevier, 368(October 2018), pp. 10–20. doi: 10.1016/j.jhazmat.2019.01.024.
- Jiang, J. Q., Yang, C. X., Yan, X. P., 2013. *Zeolitic Imidazolate Framework-8 for Fast Adsorption and ReMOval of Benzotriazoles from Aqueous Solution*. Appl. Mater.Interfaces.5: 9837-9842.
- Jin J, Song M, Hourston DJ., 2004. *Novel chitosan-based film cross-linked by genipin with improved physical properties*. Biomacromol. 5:162-168.
- Juliana, M. N. Carolina R. Pereira, Luiz Antonio A. Pinto, Tuanny Frantz, Éder C. Lima, Edson L. Foletto, Guilherme L. Dotto., 2019. '*Synthesis of a novel CoFe₂O₄ / chitosan magnetic composite for fast adsorption of indigotine blue dye*', Carbohydrate Polymers. Elsevier, 217(April), pp. 6–14. doi: 10.1016/j.carbpol.2019.04.054
- Kandiah, M., Nilsen, M.H., Usseglio, S., Jakobsen, S., Olsbye, U., Tilset, M., Larabi, C., Quadrelli, E.A., Boirno, F., Lilerud, K.P., 2010. *Synthesis and Stability of Tagged UiO-666 Zr-MOFs*. Chemistry of Materials, 22: 6632-6640.
- Kim, S.N., Lee, Y.R., Hong, S.H., Jang, M.S., Ahn, W.S. 2015. *Pilot-scale synthesis of a zirconium-benzenedicarboxylate*

UiO-66 for CO₂ adsorption and catalysis. *Catalysis Today*, 245, 54–60.

- Kiran, S., Ali, S., Asgher, M., 2013. *Degradation and mineralization of azo dye reactive blue 222 by sequential photo-fenton's oxidation followed by aerobic biological treatment using white rot fungi*. *Bull. Environ. Contam. Toxicol.* 90 (2), 208–215.
- Kondo, A., Takanashi, S., & Maeda, K., 2012. *New Insight Into mesoporous silica for nano Metal–Organic Framework*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 384, 110-115.
- Kumirska, J., Kaczy, Z., dan Bychowska, A., 2010: *Application of Spectroscopic Methods for Structural Analysis of Chitin and Chitosan*, 1567–1636. <https://doi.org/10.3390/md8051567>
- Kuppler, R.J., Timmons, D.J., Fang, Q, Li, J, Makal, T, Young, M.D., Yuan, D, Zhao, Zhuang, W, dan Zhou, H, 2009, “*Potential Applications of Metal-Organic Frameworks*”, *Coordination Chemistry Reviews*, 253 (23–24): 3042–3066.
- Liu, X., Luo, J., Zhu, Y., Yang, Y., dan Yang, S., 2015: *ReMOval of methylene blue from aqueous solutions by an adsorbent based on metal-organic framework and polyoxometalate*, *Journal of Alloys and Compounds*, 648, 986–993.
- Low, K. S., Lee, C.K. & Tan K. K. 1995. *Biosorption of Basic Dyes by Water Hyacinth Roots*. *Bioresource Technology* 52 (1995) 79-83
- Lu, G., C.L. Cui, W.N. Zhang, Y.Y. Liu, F.W. Huo, 2013. *Synthesis and self-assembly of MONodispersed metal-organic framework microcrystals*, *Chem-Asian J.* 8 69–72.
- Luu, C.L., Nguyen, T.T.V., Nguyen, T., Hoang, T.C., 2015. *Synthesis, characterization and adsorption ability of UiO-66-*

NH2. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 6(2), 025004

- Mardila, V. T., Sabarudin, A. dan Rumhayati, B., 2014. *Pembuatan Kitosan Makropori Menggunakan Epichlorohydrin Sebagai Cross-Linker dan Aplikasinya Terhadap Adsorpsi* MO. *Kimia Student Journal*, 1(2), 182–188.
- Mekawati, Fachriyah, E. dan Sumardjo, D., 2000, “*Aplikasi Kitosan Hasil tranformasi Kitin Limbah Udang (Penaeus merguensis) untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal*”, *Jurnal Sains and Matematika*, FMIPA Undip, Semarang, Vol. 8 (2), hal. 51-54
- Minmin, T., Junlian Q., Fengting L., dan P.K. Bera, 2012, *Electrospun Mesoporous Carbon Nanofibers Produced from Phenolic Resin and Their use in the Adsorption of Large Dye MOlecules*, *J. Carbon*, 50, pp. 2877-2886.
- Moussavi, G. M. Mahmoudi., 2009. *ReMOval of azo and anthraquinone reactive dyes from industrial wastewaters using MgO nanoparticles*, *Journal of Hazardous Materials* 168, 806–812.
- Nataraj, S.K., Hosamani, K.M., Aminabhavi, T.M., 2009. *Nanofiltration and reverse osMOsis thin film composite membrane MOdule for the reMOval of dye and salts from the simulated mixtures*. *Desalination* 249 (1), 12–17.
- Nethaji, S., Sivasamy, A., Mandal, A.B., 2013. *Adsorption isotherms, kinetics and mechanism for the adsorption of cationic and anionic dyes onto carbonaceous particles prepared from Juglans regia shell biomass*. *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 10 (2), 231–242.

- Nurheridana, S.D., Ediati, R. 2015. *Penambahan Co(II) pada sintesis Zr-BDC melalui metode solvotermal*. Jurnal Sains dan Seni ITS, 2(1), 1-4.
- Obei L, Bée A, Talbot D, Jaafar SB, Dupuis V, Abramson S, Cabuil V, & Welschbillig M. 2013. *chitosan/maghemite composite: a magsorbent for the adsorption of MO*. *J Colloid Interfac* 410: 52–58.
- Orefuwa, S.A., Yang, H., Goudy, A/J., 2012. *Rapid Solvothermal Synthesis of an Isorecticular Metal Organic Framework with Permanent Porosity for Hydrogen Storage*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 153: 88-93.
- Piszczek, P. Radtke, A. Grodzicki, A. A. Wojtczak, J. Chojnacki., 2007. *The new type of [Zr6(13-O)4(13-OH)4] cluster core: Crystal structure and spectral characterization of [Zr6O4(OH)4(OOCR)12] (R= But, C(CH3)2Et)*, *Polyhedron* 26. 679–685.
- Peterson, G.W., DeCoste, J.B., Glover, T.G., Huang, Y., Jasuja, H., & Walton, K.S., 2013, “*Effects of pelletization pressure on the physical and chemical properties of the metal–organic frameworks Cu3(BTC)2 and UiO-66*”, *Micropor. Mesopor. Mat.*, Vol. 179, hal. 48–53.
- Piscopo, C., dkk., 2015. *Microporous Mesoporous Mater.* 208. 30.
- Prasetyoko, D., Ni'mah, Y. L., Fansuri, H., Fadlan, A., 2016. *Karakterisasi struktur padatan*. Yogyakarta: Deepublish.
- Qiu, J. Yi Feng , Xiongfei Zhang, Mingmin Jia , Jianfeng Yao., 2017. *'Acid-promoted synthesis of UiO-66 for highly selective adsorption of anionic dyes: Adsorption performance and mechanisms'*, *Journal of Colloid and Interface Science*. Elsevier Inc., 499, pp. 151–158. doi: 10.1016/j.jcis.2017.03.101.

- Rahmawati, I. D., Ediati, R. and Prasetyoko, D., 2014. 'Synthesis of UiO-66 Using Solvothermal Method at High Temperature', IPTEK Journal of Proceedings Series, 0(1), pp. 42–46. doi: 10.12962/j23546026.y2014i1.417.
- Rahmawati, I., Rosyidah, A., Ediati, R., 2015. *Sintesis Ni-UiO-66 secara solvothermal*. Jurnal Sains dan Seni ITS, 4.
- Ren, J., Langmi, H.W., North, B.C., Mathe, M., Bessarabov, D., 2013, *MODulated synthesis of zirconium-metal organic framework (Zr-MOF) for hydrogen storage applications*, Journal of Hydrogen Energy, 39, 890-895.
- Rowsell, J.L.C., dan Yaghi, O.M., 2004. *Metal-organic frameworks: A new class of porous materials*. Microporous and Mesoporous Materials, 73(1–2), 3–14.
- Rusli, R, 2009, "Penetapan Kadar Boraks pada Mie Basah yang Beredar di Pasar Ciputat dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis menggunakan Pereaksi Kurkumin," Skripsi, Universitas Islam Negeri (UIN) Syarif Hidayatullah: Jakarta.
- Saragih, S. A., 2008. *Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Batubara Riau sebagai Adsorben*. Tesis. Jakarta: Program Pascasarjana, Universitas Indonesia
- Sari, I.P., dan Widiastuti, N., 2010, "Adsorpsi Methylen Blue Dengan Abu Dasar Pt.IpMOmi Probolinggo Jawa Timur Dan Zeolit Berkarbon", Prosiding Skripsi Kimia FMIPA ITS.
- Schaate, A., Roy, P., Godt, A., Lippke, J., Waltz, F., Wiebcke, M., & Behrens, P., 2011, "MODulated Synthesis of Zr-Based Metal-Organic Frameworks: From Nano to Single Crystal", Chem. Eur., Vol. 17, hal. 6643-6651

- Schnoor, J. 1996. *Environmental MOdeling*. New York: John Wiley & Son
- Sharma, A, Syed, Z, Brighu, U, Gupta, A.B., dan Ram, C, 2019, “*Adsorption of Textile Wastewater on Alkali-Activated Sand*”, *Journal of Cleaner Production*, 220: 23–32.
- Shields, JE., Jowell, S., Thomas, MA., Thommes, M., 2004, *Karakterisasi Solid Berpori dan Serbuk: luas permukaan, ukuran pori dan kepadatan*; Penerbit Akademik Kluwer: Boston, MA, AS; hal 43-45.
- Sibilia, P, 1996, “*Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*”, Second Edition. John Willey-VCH, New York.
- Sugita, P., Wukirsari, T., Sjahriza, A & Wahyono, D. 2009. *Kitosan: Sumber Biomaterial Masa Depan*. Bogor: Penerbit IPB Press.
- Thatte, M.R., 2004, “*Synthesis And Antibacterial Assesment Of Water-Soluble Hydrophobic Chitosan Derivatives Bearing Quaternary AmMONium Functionality*”, Disertasi pada Louisiana State University and A & M College Baton Rouge.
- Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A.V., Olivier, J.P., Reinoso, F.R., Rouquerol, J., Sing, K.S.W., 2015. *Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report)*. *Pure Appl. Chem*: 1-19
- Tsuruoka, T., Furukawa, S., Takashima, Y., Yoshida, K., Isoda, S., & Kitagawa, S., 2009, “*Nanoporous Nanorods Fabricated by Coordination MOdulation and Oriented Attachment Growth*”, *Angew. Chem. Int. Ed.*, Vol. 48, hal. 4739 –4743.

- Valenzano, L., Civalieri, B., Chavan, S., Nilsen, M.H., Jakobsen, S., Lillerud, K.P., Lamberti, C. 2011. *Disclosing the Complex Structure of UiO-66 Metal-Organic-Framework: A Synergic Combination of Experiment and Theory*. *Chemistry of Material*, 23(7): 1700-1718.
- Vermoortele, F., Bueken, B., Bars, G.L., Van de Voorde, B., Vandichel, M., Houthoofd, K., Vimont, A., Daturi, M., Van Speybroeck, V., Kirschhock, C., and De Vos, D.E., 2013, *Synthesis MODulation as a Tool To Increase the Catalytic activity of Metal-Organic Framework: The Unique Case of UiO-66 (Zr)*, *Journal American Chemistry Society*, 135, 11465-11468.
- Wang, K. Xuerui Tao, Jinzhong Xu, and Na Yin., 2016 'Novel Chitosan - MOF Composite Adsorbent for the ReMOval of Heavy Metal Ions', pp. 1365–1368. doi: 10.1246/cl.160718.
- Wang, Y, Dai, X, Zhan, Y, Ding, X, Wang, W, dan Wang, X, 2019, "In Situ Growth of ZIF-8 Nanoparticles on Chitosan to Form the Hybrid Nanocomposites for High-Efficiency ReMOval of Congo Red", *International Journal of Biological Macromolecules*, 137:77-86.
- West, A. R., 1989. *Solid State Chemistry and Its Application*. John Wiley and Sons, New York.
- Widjajanti, E., Tutik, R., dan Utomo, M. P., 2011, *Pola Adsorpsi Zeolit terhadap Pewarna AzoMethyl Merah dan Methyl Jingga*, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Yogyakarta
- Xie, J., Li, C., Chi, L., dan Wu, D. (2013): Chitosan modified zeolite as a versatile adsorbent for the removal of different pollutants from water, *Fuel*, 103, 480–485. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2012.05.036>
- Yang, F., Li, W. and Tang, B., 2018. 'Facile synthesis of

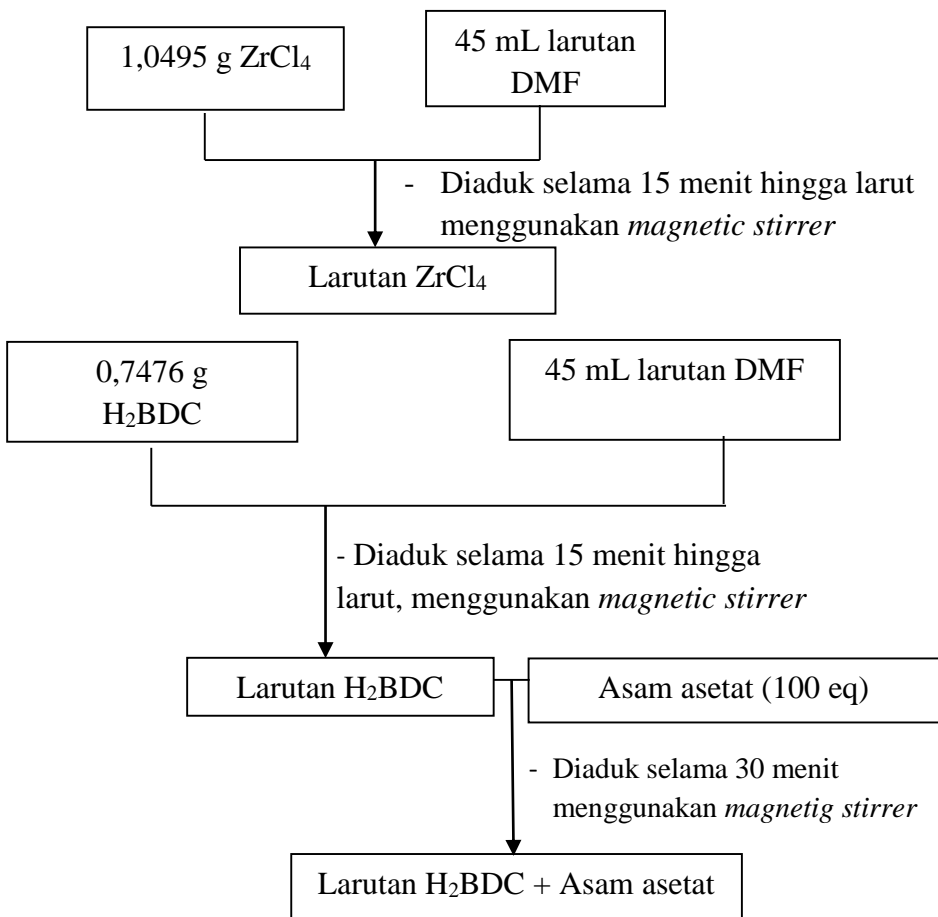
- aMorphous UiO-66 (Zr-MOF) for supercapacitor application*, Journal of Alloys and Compounds. Elsevier B.V, 733, pp. 8–14. doi: 10.1016/j.jallcom.2017.10.129.
- Yang, R., Li, H., Huang, M., Yang, H., dan Li, A., 2016. *A review on chitosan-based flocculants and their applications in water treatment*. Water Research, 95, 59–89.
- Yao, J., Chen, R., Wang, K., dan Wang, H., 2013: *microporous and Mesoporous Materials Direct synthesis of zeolitic imidazolate framework-8/ chitosan composites in chitosan hydrogels*, Microporous and Mesoporous Materials, 165, 200–204. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2012.08.018>
- Yuwei, C, dan Jianlong, W., 2011, “*Preparation and Characterization of Magnetic Chitosan Nanoparticles and Its Application for Cu (II) ReMOval*”, Chemical Engineering Journal, 168 (1): 286–292.
- Zhang, Z., Zhang, J. dan Liu, J., 2016. *Selective and Competitive Adsorption of Azo Dyes on the Metal – Organic Framework ZIF-67*. Water, Air, & Soil Pollution.
- Zhang, W., Yang, J., Yang, R., Yang, B., Quan, S., dan Jiang, X., 2019. *Effect of free carboxylic acid groups in UiO-66 analogues on the adsorption of dyes from water : Plausible mechanisms for adsorption and gate-opening behavior*. Journal of Molecular Liquids, 283, 160–166.
- Zhu, X., Gu, J., Wang, Y., Li, B., Li, Y., Zhao, W., Shi, J. 2014. *Inherent Anchorages in UiO-66 Nanoparticle for Efficient Capture of Alendronate and its Mediated Release*. Chem.Commun. 50:8779-8782.

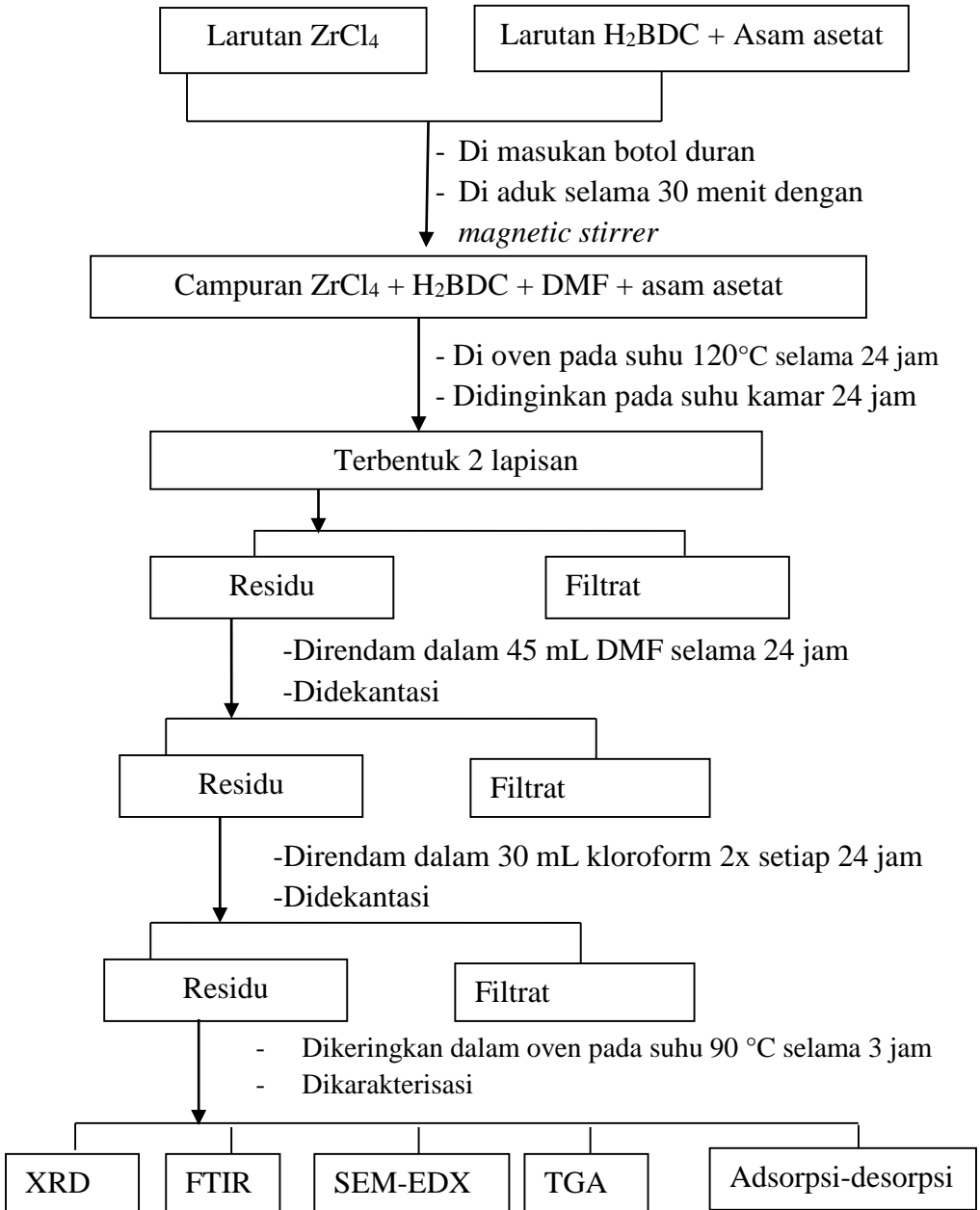
LAMPIRAN

LAMPIRAN A.

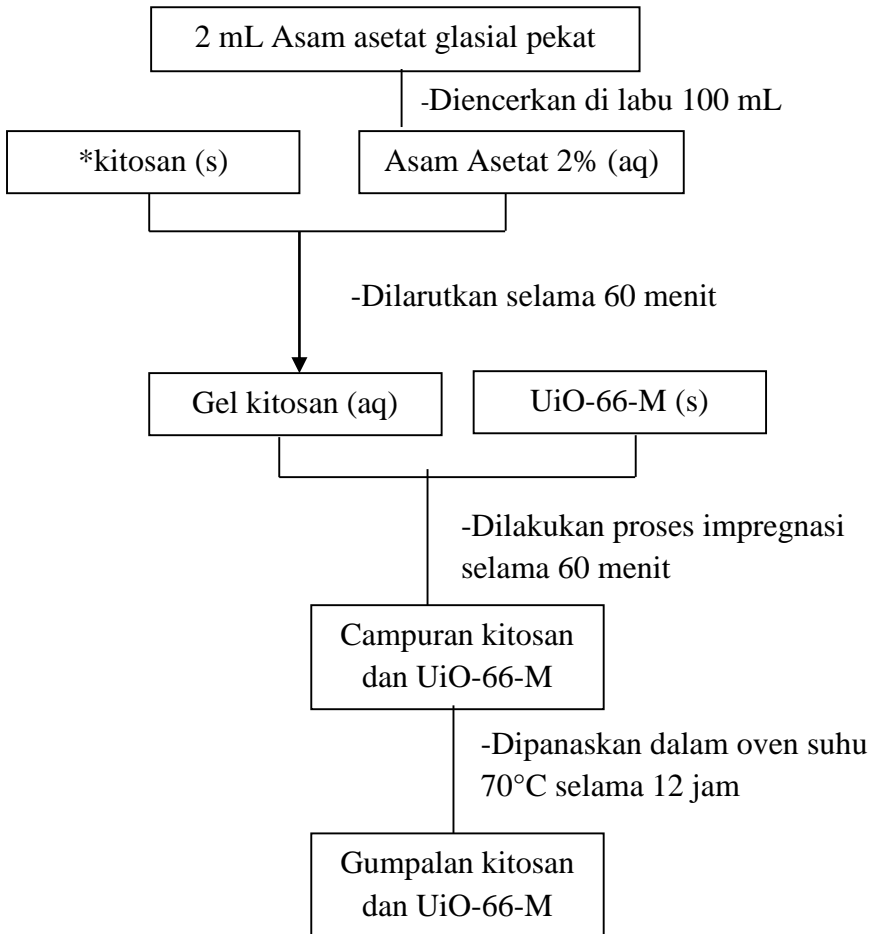
SKEMA KERJA

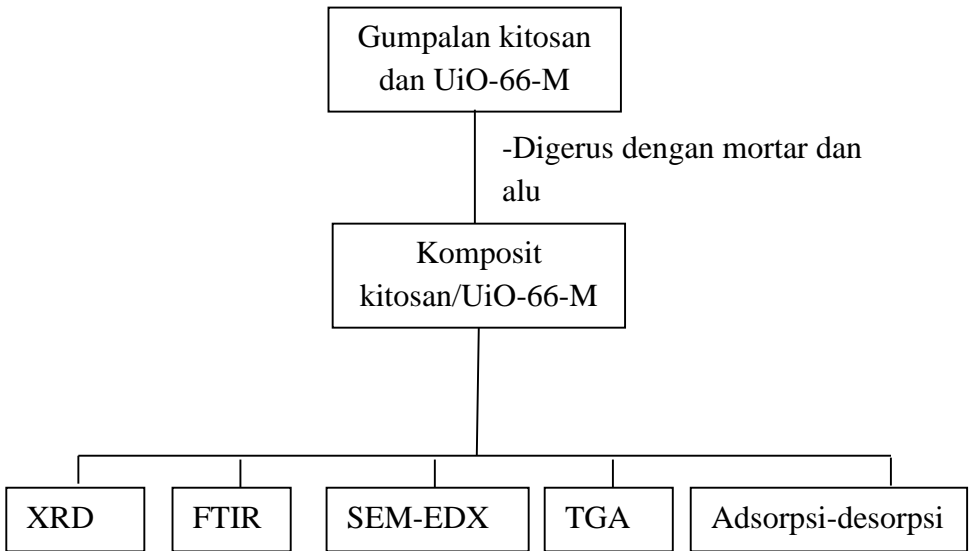
A.1 Sintesis UiO-66 Modulator





A.2 Sintesis Kitosan/UiO-66-M

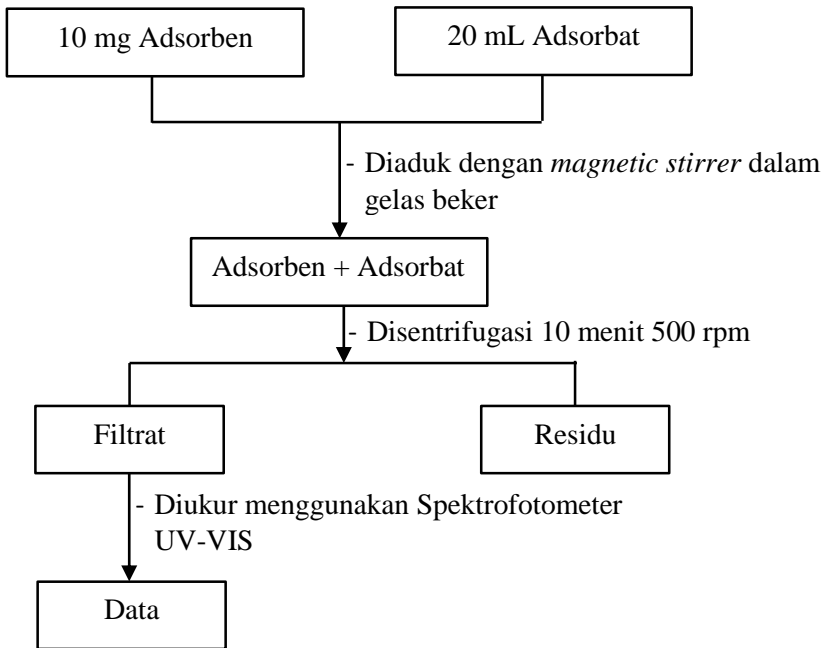




*) Variasi massa kitosan yang digunakan dalam pembuatan komposit kitosan /UiO-66-M yaitu :

- a. variasi 2,5%
- b. variasi 5%
- c. variasi 10%
- d. variasi 20%

A.3 Skema Kerja Adsorpsi



Keterangan :

*Pada penelitian ini dilakukan variasi waktu kontak dan variasi konsentrasi adsorbat

- Variasi waktu kontak : 2; 4; 6; 8; 10; 15; 20; 30; 40 dan 50 menit
- Variasi Konsentrasi MO :100; 150; 200; 250; 300 dan 350 mg/L
- Jenis adsorben yang digunakan : UiO-66; UiO-66-M; CS(2,5)/UiO-66-M; CS(5)/UiO-66-M; CS(10)/UiO-66-M; CS(20)/UiO-66-M

LAMPIRAN B.**PERHITUNGAN MASSA REAKTAN**

B.1 Komposisi massa reaktan UiO-66

$$\text{Mr ZrCl}_4 = 233,22 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr BDC} = 166,13 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr DMF} = 73,09 \text{ g/mol}$$

$$\rho \text{ DMF} = 0,948 \text{ g/mL}$$

1.1 Perhitungan**1.1.1 Perhitungan massa logam, ligan, dan pelarut**

Mol logam ZrCl_4 dan mol ligan BDC yang digunakan yaitu 4,5 mmol = 0,0045 mol, maka :

- Massa logam ZrCl_4

$$= \text{mol ZrCl}_4 \times \text{Mr ZrCl}_4$$

$$= 0,0045 \text{ mol} \times 233,22 \text{ g/mol}$$

$$= 1,0495 \text{ g}$$
- Massa ligan BDC

$$= \text{mol BDC} \times \text{Mr BDC}$$

$$= 0,0045 \text{ mol} \times 166,13 \text{ g/mol}$$

$$= 0,7476 \text{ g}$$

Mol DMF yang digunakan adalah 11673 mmol = 1,1673 mol, maka :

- Volume pelarut DMF

$$= \frac{\text{mol DMF} \times \text{Mr DMF}}{\rho \text{ DMF}}$$

$$= \frac{1,1673 \text{ mol} \times 73,09 \text{ g/mol}}{0,948 \text{ g/mol}}$$

$$= 89,99 \approx 90 \text{ mL}$$

$$= \frac{1,1673 \text{ mol} \times 73,09 \text{ g/mol}}{0,948 \text{ g/mol}}$$

$$= 89,99 \approx 90 \text{ mL}$$

1.1.2 Perhitungan variasi modulator asam asetat

➤ Modulator 100 eq

mol H₂BDC : mol CH₃COOH

1: 100

0,0045 mol : 0,45 mol

Massa CH₃COOH = mol ekuivalen CH₃COOH x Mr CH₃COOH

= 0,45 mol x 60 g/mol

= 27 gram

Volume CH₃COOH = massa CH₃COOH / ρ CH₃COOH

= 27 gram / 1,05 g/mL

= 25,71 mL ≈ 25,7 mL

1.1.3 Pembuatan komposit kitosan/UiO-66-M

a. Variasi 2,5 % kitosan

Maka,

m kitosan = 2,5 % x 0,5 gram

= 0,0125 gram

Volume asam asetat 2% = 1,625 mL

b. Variasi 5 % kitosan

Maka,

m kitosan = 5 % x 0,5 gram

= 0,025 gram

Volume asam asetat 2% = 2,25 mL

c. Variasi 10 % kitosan

Maka,

m kitosan = 10 % x 0,5 gram

= 0,05 gram

Volume asam asetat 2% = 3,5 mL

d. Variasi 20 % kitosan

Maka,

m kitosan = 20 % x 0,5 gram

= 0,1 gram

Volume asam asetat 2% = 6 mL

1.1.4 Pembuatan larutan stok MO

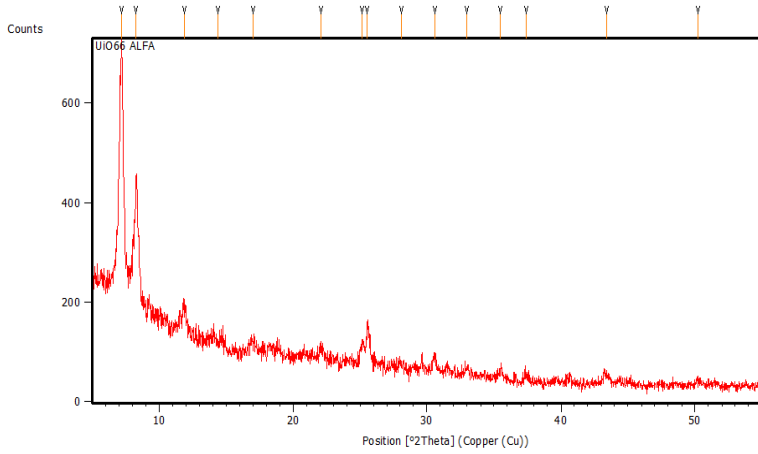
Larutan stok MO 500 mg/L dibuat dengan cara melarutkan 0,25 g serbuk MO ke dalam labu ukur 500 mL diencerkan sampai tanda batas.

$$M = \frac{m}{V}$$
$$500 \text{ mg/L} = \frac{m}{500 \text{ mL}}$$
$$500 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,5 \text{ L} = m$$
$$250 \text{ mg} = m$$
$$m = 0,25 \text{ g}$$

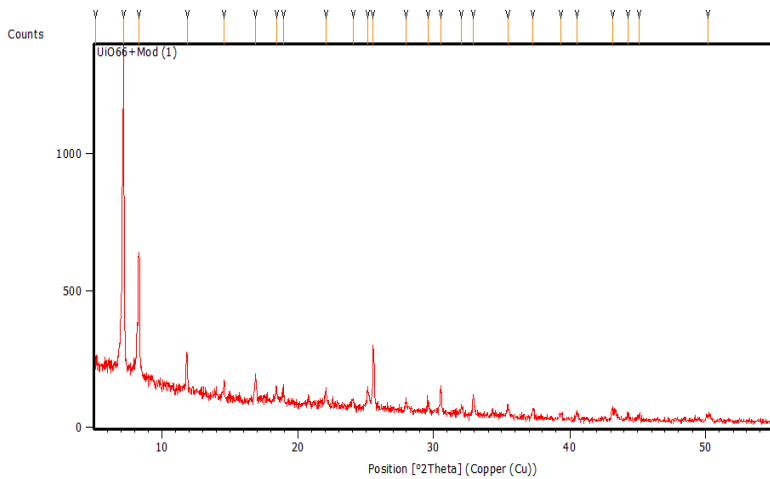
LAMPIRAN C.

HASIL XRD

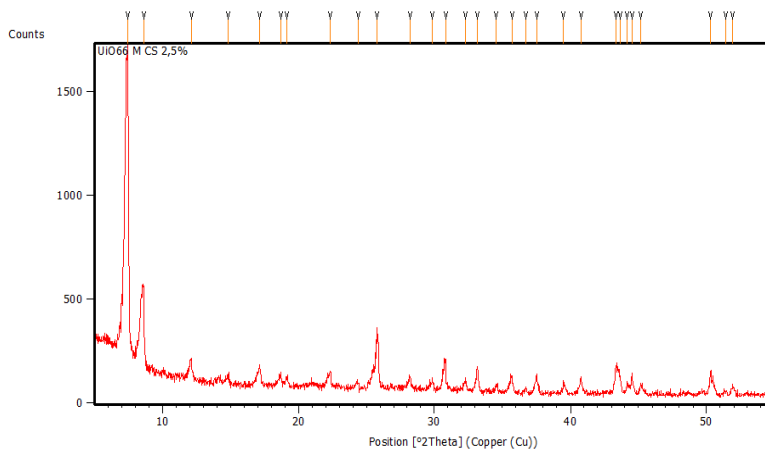
C.1 UiO-66



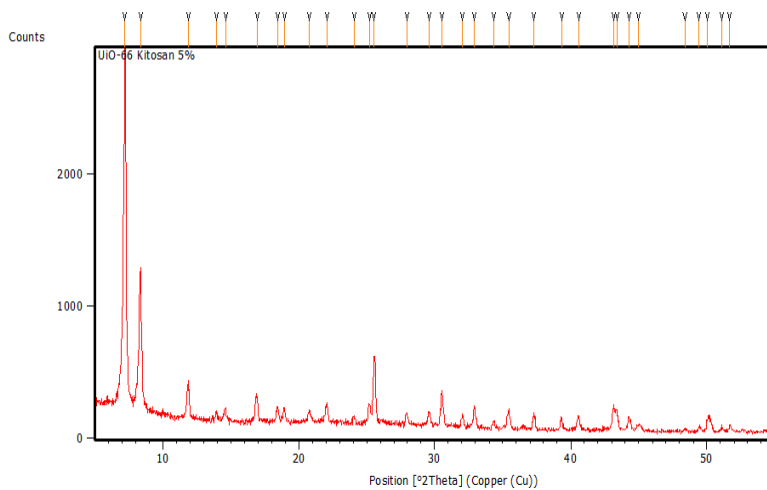
C.2 UiO-66-M



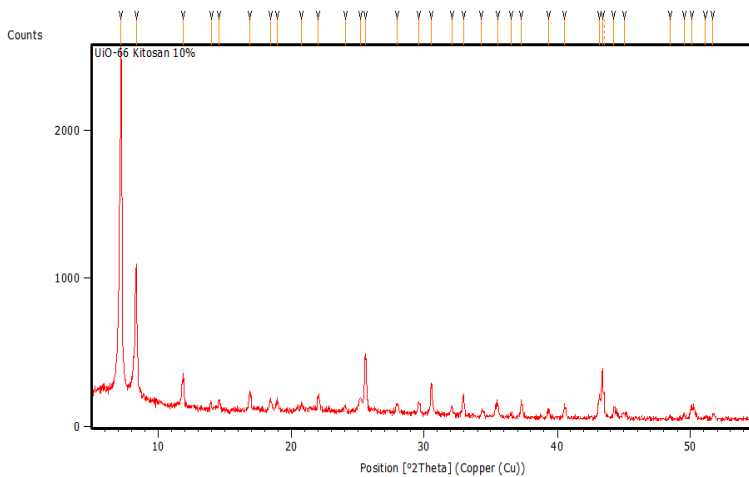
C.3 CS(2,5)/UiO-66-M



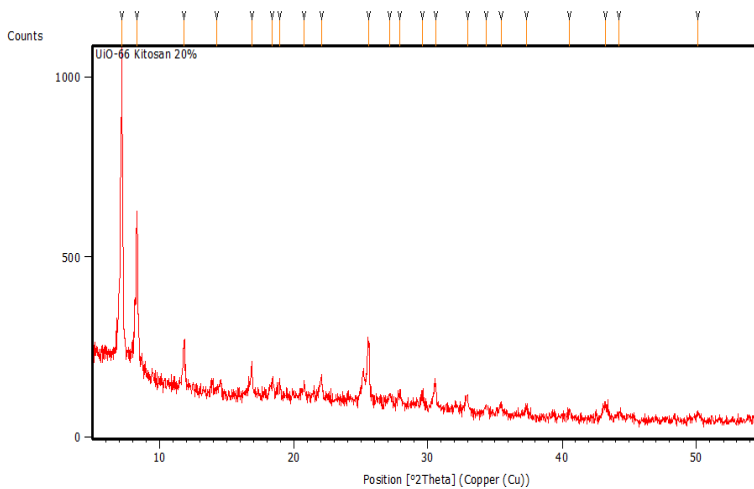
C.4 CS(5)/UiO-66-M



C.5 CS(10)/UiO-66-M



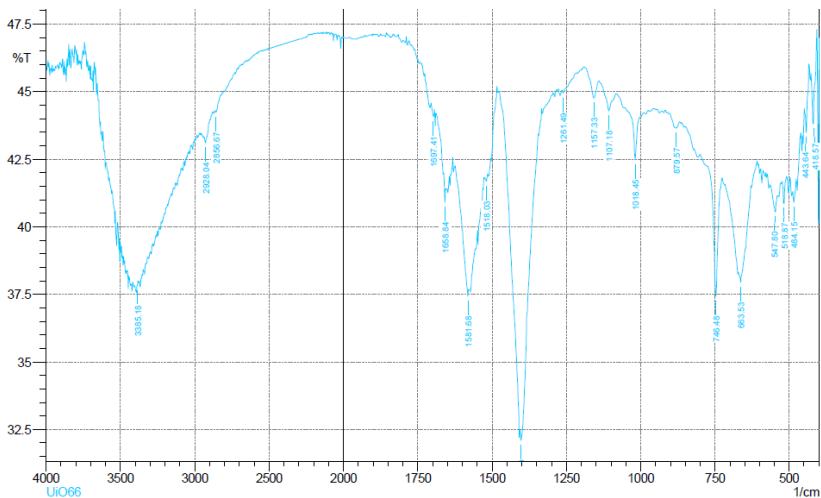
C.6 CS(20)/UiO-66-M



LAMPIRAN D.

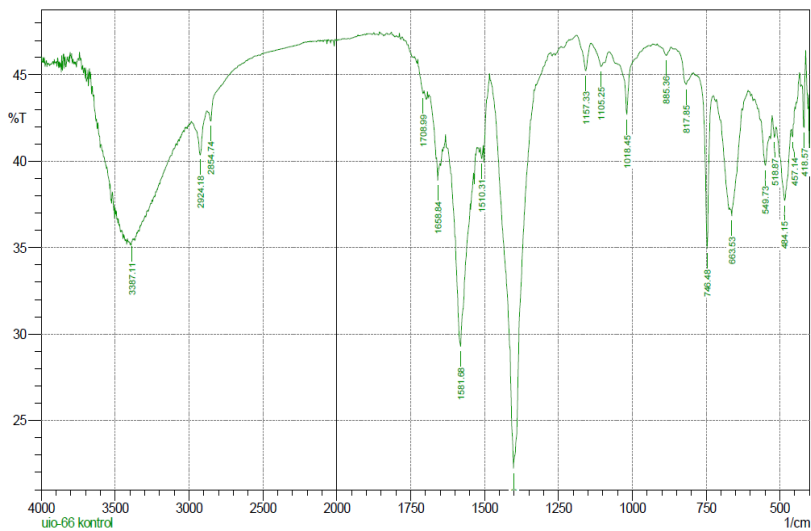
HASIL FTIR

D.1 UiO-66



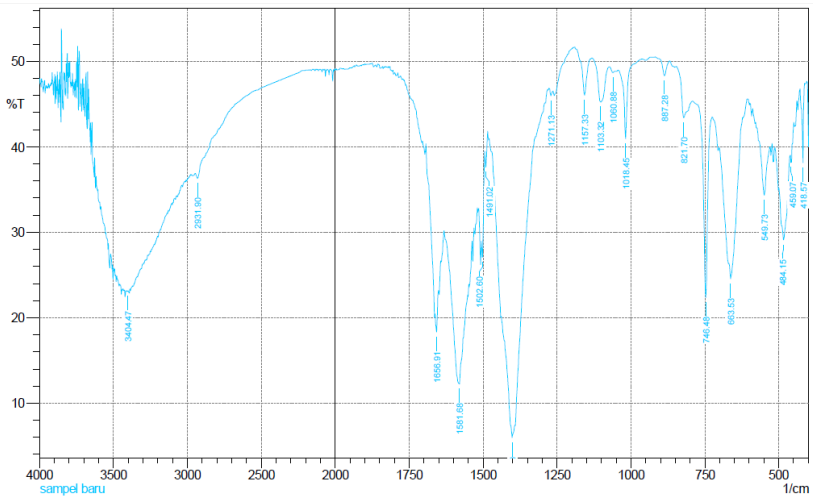
	Peak	Intensiy	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	43.8044	2.5434	426.28	406.99	6.6574	0.2435
2	443.64	43.4878	1.512	449.43	434	5.4366	0.1146
3	484.15	40.8942	0.5721	488.01	476.43	4.4561	0.0407
4	518.87	40.8676	0.8576	522.73	509.22	5.1734	0.0535
5	547.8	40.5563	0.7485	565.16	538.16	10.4448	0.0913
6	663.53	37.9356	0.7039	669.32	609.53	23.6773	0.1542
7	746.48	37.4279	4.6069	798.56	727.19	27.581	0.8571
8	879.57	43.6567	0.3229	902.72	869.92	11.7453	0.0679
9	1018.45	42.4821	1.8146	1055.1	991.44	22.7596	0.2597
10	1107.18	44.2906	0.8351	1139.97	1082.1	20.1655	0.1854
11	1157.33	44.7719	0.8048	1190.12	1139.97	17.2296	0.1539
12	1261.49	44.9407	0.1521	1265.35	1215.19	17.2392	0.0273
13	1402.3	32.0937	0.5768	1404.22	1332.86	29.3271	0.1158
14	1518.03	41.6798	0.208	1521.89	1514.17	2.9243	0.0085
15	1581.68	37.4271	3.2315	1624.12	1550.82	29.7303	1.2061
16	1658.84	40.9011	0.8038	1662.69	1654.98	2.9531	0.0225
17	1697.41	44.0713	0.3574	1705.13	1693.56	4.0942	0.0208
18	2856.67	44.2271	0.1851	2864.39	2825.81	13.5602	0.0267
19	2928.04	43.0983	0.4076	2939.61	2904.89	12.604	0.0833
20	3385.18	37.824	0.1084	3389.04	3381.33	3.2517	0.0035

D.2 UiO-66-M



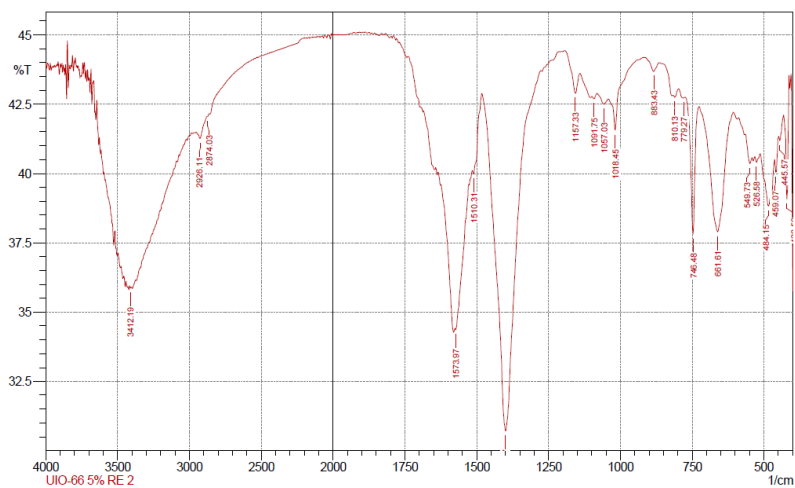
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	41.951	3.61	426.28	412.78	4.824	0.194
2	457.14	41.394	0.898	461	449.43	4.349	0.049
3	484.15	37.716	3.018	497.65	462.93	14.108	0.652
4	518.87	41.384	0.899	526.58	513.08	5.105	0.064
5	549.73	39.758	2.135	565.16	536.23	11.257	0.323
6	663.53	36.835	6.226	700.18	609.53	35.893	2.874
7	746.48	34.942	9.247	781.2	727.19	20.381	1.304
8	817.85	44.447	0.53	844.85	812.06	11.256	0.048
9	885.36	46.12	0.54	916.22	869.92	15.414	0.101
10	1018.45	42.712	3.255	1055.1	974.08	27.894	0.571
11	1105.25	45.48	0.439	1139.97	1097.53	14.248	0.047
12	1157.33	45.229	1.771	1190.12	1139.97	16.732	0.32
13	1402.3	22.231	22.343	1483.31	1332.86	68.687	15.932
14	1510.31	40.148	0.698	1514.17	1504.53	3.79	0.041
15	1581.68	29.288	10.494	1626.05	1539.25	39.459	4.701
16	1658.84	38.894	1.216	1662.69	1651.12	4.659	0.061
17	1708.99	43.914	0.51	1726.35	1705.13	7.423	0.064
18	2854.74	42.332	0.764	2868.24	2787.23	29.232	0.021
19	2924.18	40.364	1.809	2949.26	2877.89	27.127	0.488
20	3387.11	35.358	0.045	3389.04	3381.33	3.477	0.002

D.3 CS(2,5)/UiO-66-M



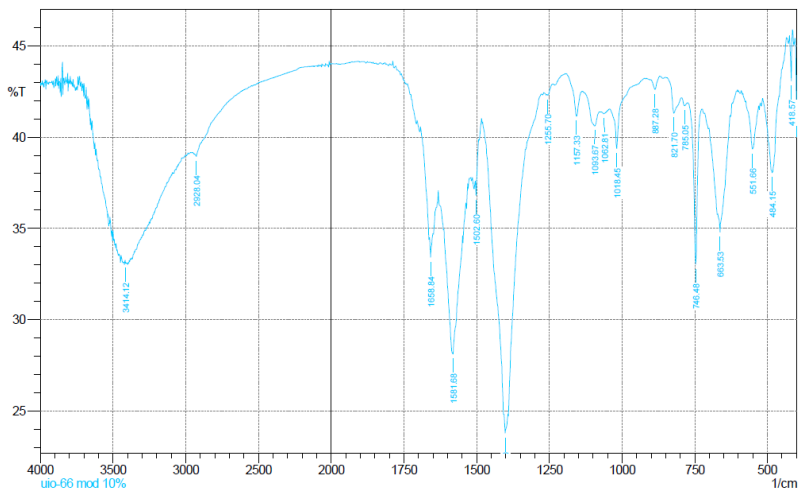
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	38.113	9.067	428.21	412.78	5.504	0.464
2	459.07	38.163	1.501	461	449.43	4.576	0.123
3	484.15	29.102	10.259	513.08	462.93	23.744	3.468
4	549.73	34.332	6.658	572.88	530.44	17.844	1.424
5	663.53	24.536	2.872	667.39	607.6	27.187	0.735
6	746.48	22.346	21.756	773.48	725.26	21.157	4.037
7	821.7	43.402	4.113	846.78	792.77	18.356	0.81
8	887.28	48.329	1.899	918.15	869.92	14.649	0.25
9	1018.45	40.934	8.381	1043.52	989.52	17.523	0.953
10	1060.88	48.686	0.318	1074.39	1055.1	5.98	0.022
11	1103.32	45.24	4.645	1132.25	1074.39	18.519	1.04
12	1157.33	46.047	4.898	1190.12	1132.25	17.708	0.798
13	1271.13	45.96	0.749	1276.92	1263.42	4.506	0.039
14	1402.3	5.969	4.555	1469.81	1394.58	59.158	1.691
15	1491.02	37.623	2.814	1494.88	1485.24	3.902	0.157
16	1502.6	27.06	5.395	1506.46	1494.88	5.761	0.44
17	1581.68	12.271	14.15	1631.83	1548.89	59.102	11.701
18	1656.91	18.336	3.507	1662.69	1651.12	8.056	0.4
19	2931.9	36.308	1.085	2947.33	2787.23	64.821	0.104
20	3404.47	23.064	0.067	3410.26	3400.62	6.135	0.004

D.4 CS(5)/UiO-66-M



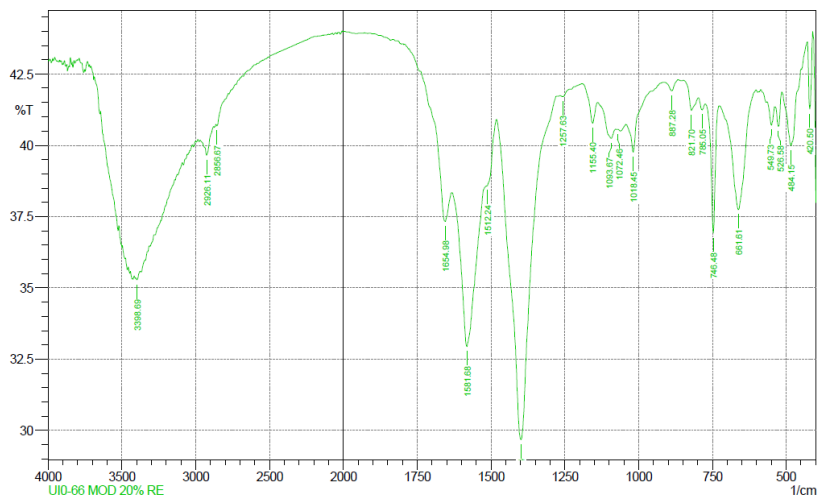
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	420.5	39.068	3.801	430.14	412.78	6.714	0.327
2	445.57	41.184	0.248	447.5	432.07	5.88	0.021
3	459.07	40.045	0.7	462.93	449.43	5.287	0.056
4	484.15	38.824	0.421	513.08	480.29	13.2	0.088
5	526.58	40.401	0.182	532.37	520.8	4.544	0.012
6	549.73	40.358	0.493	565.16	542.02	9.029	0.064
7	661.61	37.893	4.409	725.26	607.6	46.447	2.492
8	746.48	37.819	4.736	773.48	727.19	17.971	0.804
9	779.27	42.72	0.106	796.63	773.48	8.529	0.021
10	810.13	42.755	0.134	815.92	796.63	7.093	0.01
11	883.43	43.687	0.376	918.15	864.14	19.286	0.077
12	1018.45	41.55	1.42	1041.6	918.15	44.804	0.092
13	1057.03	42.504	0.261	1082.1	1041.6	14.985	0.051
14	1091.75	42.696	0.128	1099.46	1082.1	6.404	0.012
15	1157.33	42.895	0.954	1193.98	1141.9	18.751	0.19
16	1400.37	30.724	12.48	1481.38	1276.92	85.04	10.705
17	1510.31	39.979	0.467	1514.17	1483.31	11.854	0.09
18	1573.97	34.358	0.271	1575.89	1529.6	20.183	0.195
19	2874.03	42.057	0.025	2877.89	2862.46	5.799	0.002
20	2926.11	41.254	0.446	2955.04	2877.89	29.399	0.147
21	3412.19	35.868	0.07	3416.05	3406.4	4.291	0.004

D.5 CS(10)/UiO-66-M



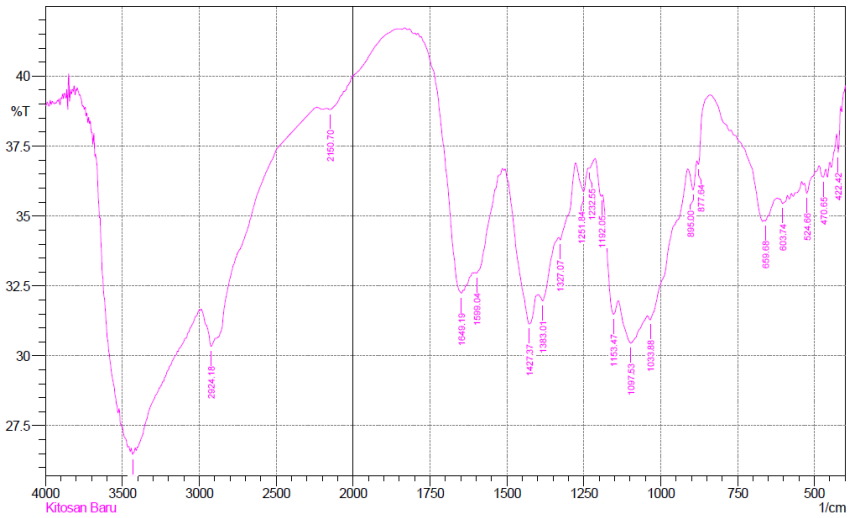
	Peak	Intesity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	43.067	2.688	424.35	414.71	3.378	0.1
2	484.15	38.053	5.312	515.01	435.93	30.422	2.024
3	551.66	39.331	2.557	590.24	532.37	22.401	0.62
4	663.53	34.78	6.341	700.18	623.03	32.559	2.818
5	746.48	33.031	8.628	773.48	727.19	18.965	1.371
6	785.05	41.722	0.295	794.7	775.41	7.295	0.031
7	821.7	41.308	1.442	844.85	794.7	18.831	0.298
8	887.28	42.618	0.615	902.72	869.92	12.027	0.087
9	1018.45	39.352	2.511	1041.6	923.93	44.2	0.374
10	1062.81	41.268	0.148	1070.53	1041.6	11.085	0.02
11	1093.67	40.609	1.085	1138.04	1076.32	23.57	0.275
12	1157.33	41.13	1.721	1192.05	1138.04	20.125	0.321
13	1255.7	42.293	0.103	1257.63	1238.34	7.148	0.004
14	1402.3	23.784	2.847	1479.45	1392.65	43.319	0.201
15	1502.6	36.792	1.179	1504.53	1492.95	4.829	0.059
16	1581.68	28.104	7.994	1626.05	1539.25	42.756	4.346
17	1658.84	33.397	0.992	1660.77	1633.76	12.253	0.106
18	2928.04	38.946	0.298	2939.61	2897.18	17.228	0.054
19	3414.12	33.092	0.092	3417.98	3410.26	3.702	0.006

D.6 CS(20)/UiO-66-M



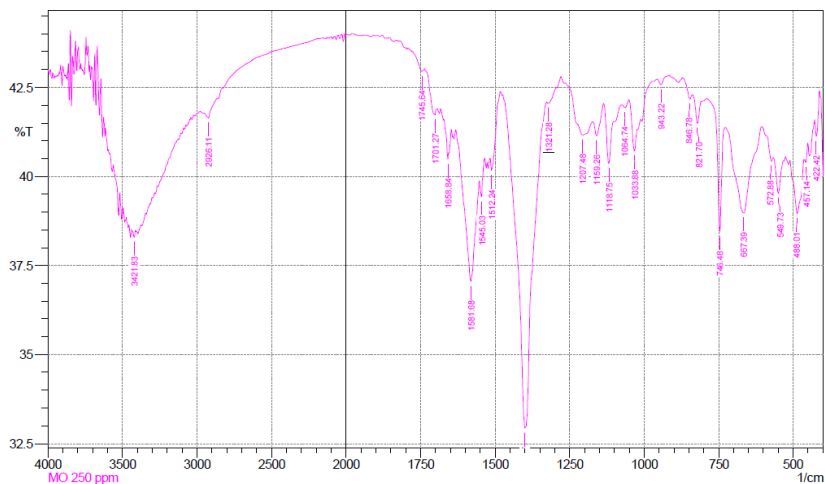
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	420.5	41.273	2.527	428.21	410.85	6.472	0.252
2	484.15	39.99	2.215	513.08	451.36	23.827	0.725
3	526.58	40.659	0.928	536.23	515.01	8.187	0.107
4	549.73	40.716	0.695	565.16	540.09	9.689	0.094
5	661.61	37.74	3.932	725.26	603.74	48.28	2.072
6	746.48	36.92	4.491	773.48	727.19	18.485	0.762
7	785.05	41.24	0.305	798.56	775.41	8.861	0.036
8	821.7	41.235	0.728	846.78	798.56	18.327	0.146
9	887.28	41.91	0.355	916.22	866.07	18.833	0.072
10	1018.45	39.747	1.308	1041.6	958.65	32.09	0.265
11	1072.46	40.554	0.004	1078.24	1070.53	3.024	0
12	1093.67	40.241	0.565	1138.04	1078.24	23.288	0.152
13	1155.4	40.77	0.949	1190.12	1138.04	19.904	0.191
14	1257.63	41.703	0.106	1267.27	1234.48	12.418	0.015
15	1398.44	29.684	11.554	1481.38	1278.85	88.087	10.335
16	1512.24	38.569	0.145	1514.17	1483.31	12.411	0.064
17	1581.68	32.947	5.489	1631.83	1518.03	50.589	3.35
18	1654.98	37.333	1.704	1791.93	1633.76	61.322	0.481
19	2856.67	40.686	0.149	2864.39	2779.52	32.576	-0.044
20	2926.11	39.652	0.756	2968.55	2879.82	35.214	0.306
21	3398.69	35.268	0.147	3406.4	3377.47	13.047	0.022

D.7 KITOSAN



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	422.42	37.258	1.107	428.21	414.71	5.687	0.079
2	470.65	36.393	0.328	484.15	462.93	9.279	0.052
3	524.66	35.809	0.448	532.37	495.72	16.163	0.07
4	603.74	35.439	0.246	621.1	588.31	14.726	0.052
5	659.68	34.821	0.098	663.53	623.03	18.353	0.022
6	877.64	36.829	0.36	881.5	839.06	17.587	-0.181
7	895	35.925	0.897	910.43	883.43	11.87	0.15
8	1033.88	31.295	0.438	1041.6	912.36	61.165	0.596
9	1097.53	30.456	1.278	1138.04	1043.52	48.098	0.926
10	1153.47	31.491	1.518	1188.19	1139.97	23.375	0.606
11	1192.05	35.731	0.132	1213.27	1190.12	10.214	0.043
12	1232.55	36.712	0.035	1234.48	1215.19	8.361	0.008
13	1251.84	35.877	0.912	1276.92	1234.48	18.657	0.234
14	1327.07	34.15	0.268	1330.93	1278.85	23.667	0.284
15	1383.01	31.974	0.638	1396.51	1332.86	30.631	0.199
16	1427.37	31.137	2.267	1504.53	1398.44	50.969	1.678
17	1599.04	32.958	0.178	1602.9	1514.17	40.731	0.041
18	1649.19	32.246	0.61	1780.36	1641.48	59.738	-0.883
19	2150.7	38.797	0.167	2171.92	2060.04	45.716	0.155
20	2924.18	30.339	0.621	2987.84	2895.25	47.232	0.331
21	3433.41	26.476	0.137	3443.05	3427.62	8.885	0.018

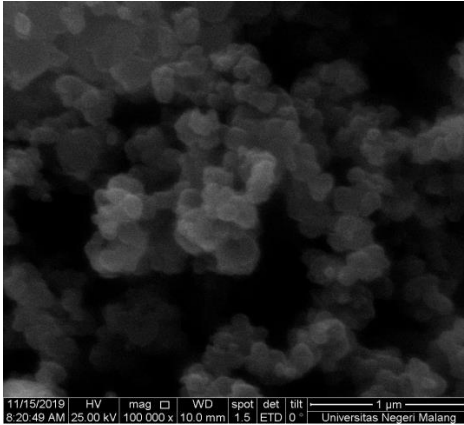
D.8 CS(20)/UiO-66-M SETELAH ADSORPSI



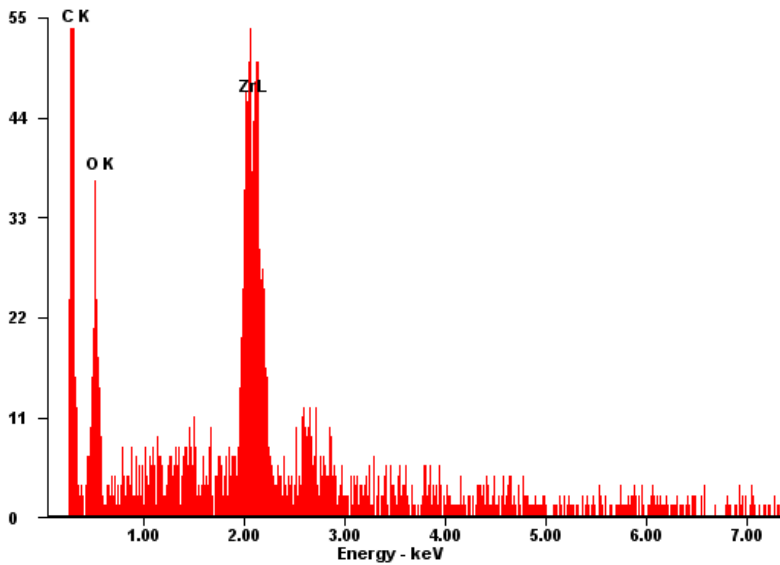
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	422.42	41.124	0.736	428.21	410.85	6.612	0.069
2	457.14	40.396	0.26	461	451.36	3.78	0.015
3	488.01	38.96	1.467	509.22	464.86	17.863	0.416
4	549.73	39.517	0.961	567.09	534.3	13.038	0.159
5	572.88	40.43	0.263	588.31	567.09	8.285	0.031
6	667.39	38.971	2.415	727.19	607.6	47.318	1.498
7	746.48	38.44	3.168	788.91	729.12	23.113	0.451
8	821.7	41.487	0.714	839.06	806.27	12.381	0.097
9	846.78	42.175	0.233	871.85	839.06	12.199	0.024
10	943.22	42.581	0.184	956.72	916.22	14.96	0.024
11	1033.88	40.713	0.94	1051.24	1022.31	11.102	0.121
12	1064.74	41.928	0.138	1074.39	1051.24	8.72	0.018
13	1118.75	40.359	1.68	1136.11	1074.39	23.624	0.388
14	1159.26	41.14	0.586	1172.76	1136.11	14.004	0.118
15	1207.48	41.164	0.78	1265.35	1172.76	35.181	0.372
16	1321.28	42.052	0.11	1327.07	1296.21	11.561	0.025
17	1400.37	32.934	9.246	1473.66	1329	60.166	5.932
18	1512.24	40.164	0.653	1518.03	1483.31	13.393	0.107
19	1545.03	39.424	0.752	1552.75	1537.32	6.166	0.061
20	1581.68	37.044	3.314	1631.83	1554.68	31.621	1.378
21	1658.84	40.48	0.98	1672.34	1647.26	9.708	0.123
22	1701.27	41.724	0.367	1737.92	1693.56	16.577	0.07
23	1745.64	42.945	0.168	1778.43	1737.92	14.767	0.029
24	2926.11	41.639	0.295	2962.76	2862.46	37.91	0.109
25	3421.83	38.29	0.183	3431.48	3414.12	7.221	0.019

LAMPIRAN E. HASIL SEM-EDX

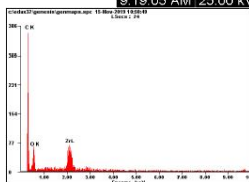
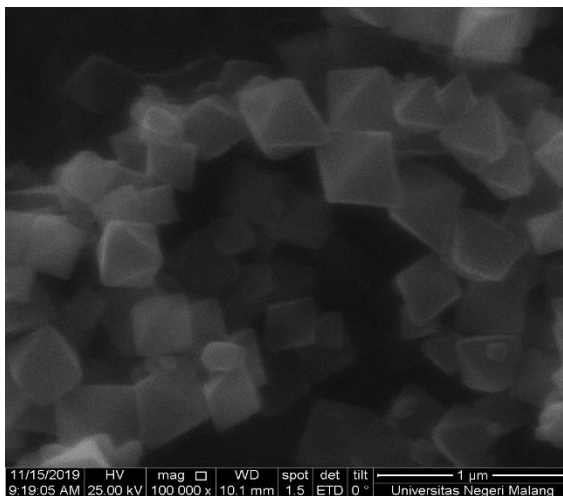
E.1 UiO-66



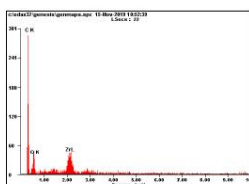
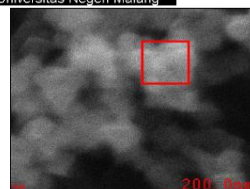
c:\edax32\genesis\genmaps.spc 15-Nov-2019 08:12:24
LSecs : 78



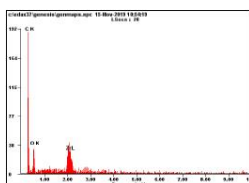
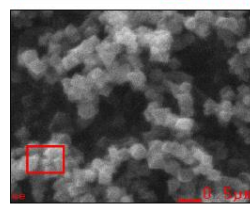
E.2 UiO-66-M



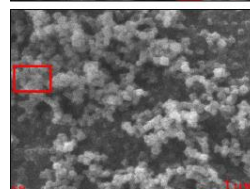
Element	Wt%	At%
CK	69.25	80.22
OK	21.03	18.29
ZrL	09.72	01.48
Matrix	Correction	ZAF

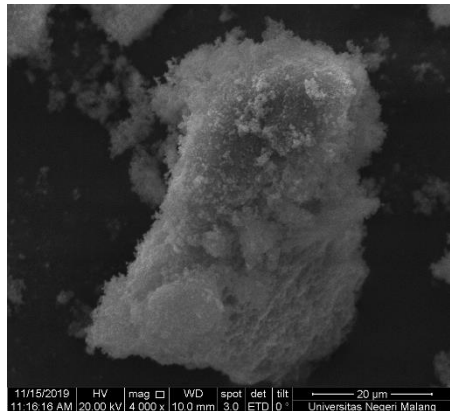
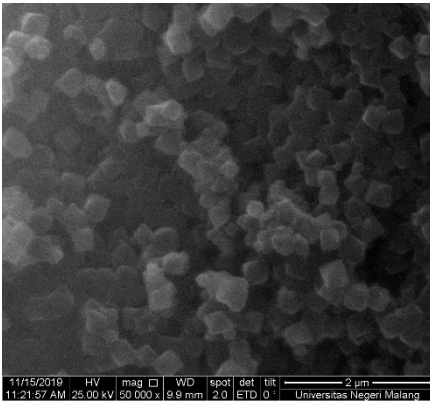


Element	Wt%	At%
CK	69.95	80.61
OK	20.79	17.99
ZrL	09.25	01.40
Matrix	Correction	ZAF

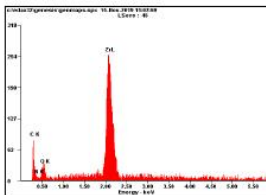


Element	Wt%	At%
CK	70.38	81.60
OK	19.34	16.83
ZrL	10.28	01.57
Matrix	Correction	ZAF

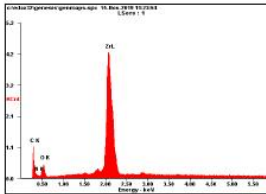




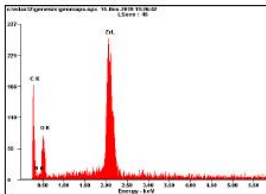
E.3.CS(10)/UiO-66-M



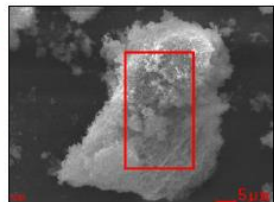
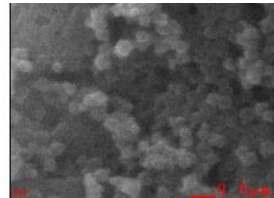
Element	Wt%	At%
CK	38.40	64.76
NK	05.80	08.38
OK	13.85	17.54
ZrL	41.95	09.31
Matrix	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
CK	33.94	61.01
NK	07.62	11.74
OK	12.05	16.26
ZrL	46.40	10.98
Matrix	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
CK	45.48	65.15
NK	06.29	07.73
OK	20.33	21.86
ZrL	27.89	05.26
Matrix	Correction	ZAF



LAMPIRAN F.

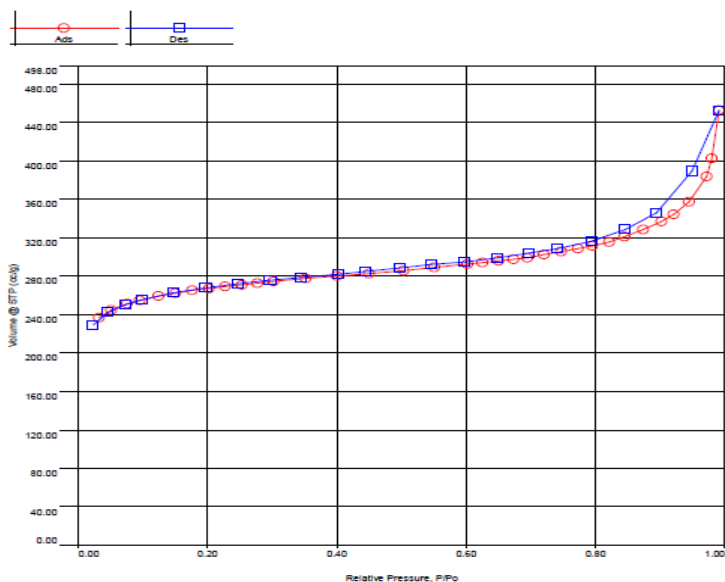
HASIL ADSORPSI-DESORPSI N₂

F.1 UiO-66

A. Kurva Isotherm Adsorpsi-Desorpsi N₂

Analyse		Report	
Operator: novawin	Date: 2019/11/12	Operator: novawin	Date: 11/12/2019
Sample ID: Wulan Aulia	Filename: C:\QC\data\Physisorb\12112019 UIO-66.qps		
Sample Desc: degase 130	Comment:		
Sample weight: 0.0119 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 6.0 hrs	Outgas Temp: 280.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 120/200 sec (ads/des)	
Analysis Time: 186.7 min	End of run: 2019/11/12 17:54:22	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 92			

Isotherm * Linear



Conductivity Month: 12th Analytical and Radiation for NCM Institute of IKIP-2017, Conductivity Indicators and/or 10.00

Report id: [789636416:20191112 172150960] Page 1 of 1

Single Point Surface Area

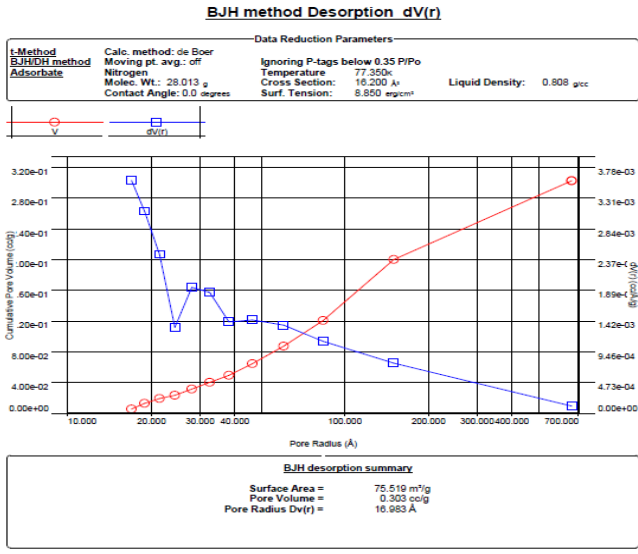
Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc

Single Point Surface Area Data

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W(P/Po) - 1]	Slope	Surf. Area
[P/Po]	[cc/g]			[m ² /g]
3.02948e-01	274.4913	1.2668e+00	4.1817	832.7924

B. Distribusi pori BJH



C. Data Adsorpsi-Desorpsi N₂

<u>Surface Area Data</u>	
MultiPoint BET.....	8.257e+02 m ² /g
Langmuir surface area.....	1.229e+03 m ² /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	7.382e+01 m ² /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	7.552e+01 m ² /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	7.489e+01 m ² /g
DH method cumulative desorption surface area.....	7.689e+01 m ² /g
t-method external surface area.....	2.889e+02 m ² /g
t-method micropore surface area.....	5.371e+02 m ² /g
DR method micropore area.....	1.194e+03 m ² /g

<u>Pore Volume Data</u>	
Total pore volume for pores with Radius less than 1115.92 Å at P/Po = 0.991337.....	6.998e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	3.068e-01 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	3.031e-01 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	2.976e-01 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	2.961e-01 cc/g
t-method micropore volume.....	2.857e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	4.244e-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	4.059e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	4.084e-01 cc/g

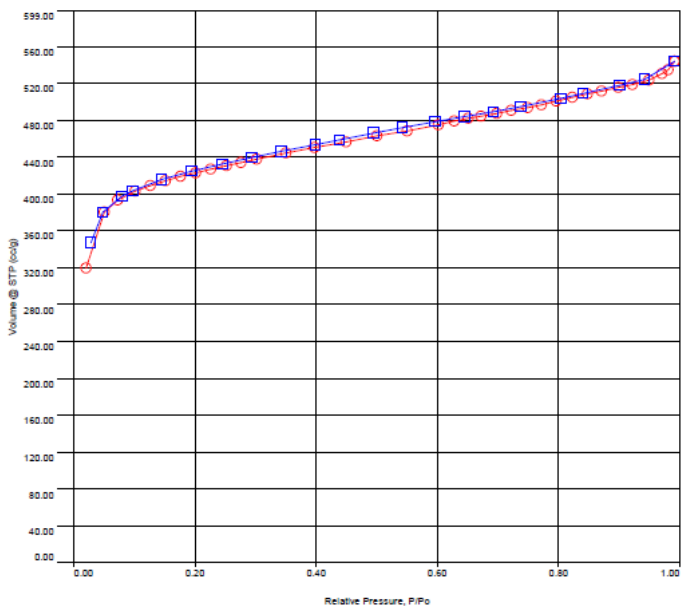
<u>Pore Size Data</u>	
Average pore Radius.....	1.695e+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.531e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.698e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.531e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.698e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	5.004e+00 Å
DA method pore Radius (Mode).....	6.800e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	1.838e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	2.261e+00 Å

F.2 UiO-66-M

A. Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N₂

Operator: noigawin	Date: 2019/11/26	Operator: noigawin	Date: 12/3/2019
Sample ID: Wulan Aulia	Filename:	C:\QC\data\Physisorb\22112019 UIO-66 Mod.gps	
Sample Desc: degase 130	Comment:		
Sample weight: 0.0097 g	Sample Volume: 0.47481 cc		
Outgas Time: 6.0 hrs	Outgas Temp: 280.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 120/200 sec (ads/des)	
Analysis Time: 159.7 min	End of run: 2019/11/26 20:14:35	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 92			

Isotherm * Linear



Qualitative Health: Data Acquisition and Reduction by Nova Instruments® (©1996-2007, Qualitative Instruments version 10.0)

Report Id: [6555861955:201911203 165852995] Page 1 of 1

Single Point Surface Area

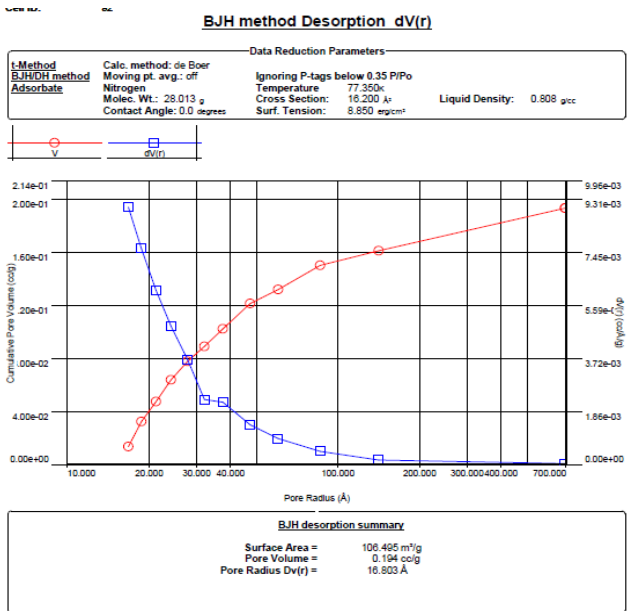
Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

Single Point Surface Area Data

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P/Po) - 1)]	Slope	Surf. Area
[P/Po]	[cc/g]			[m ² /g]
3.02221e-01	437.7180	7.9170e-01	2.6196	1329.3987

B. Distribusi pori BJH



C. Data Adsorpsi-Desorpsi N₂

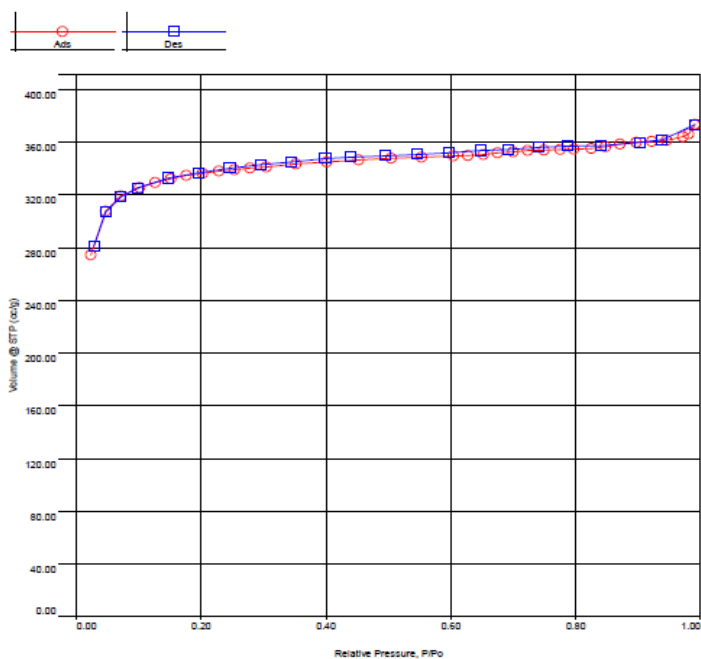
Surface Area Data	
MultiPoint BET.....	1.321e+03 m ² /g
Langmuir surface area.....	1.972e+03 m ² /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	1.266e+02 m ² /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	1.055e+02 m ² /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	1.294e+02 m ² /g
DH method cumulative desorption surface area.....	1.090e+02 m ² /g
t-method external surface area.....	7.227e+02 m ² /g
t-method micropore surface area.....	5.981e+02 m ² /g
DR method micropore area.....	1.966e+03 m ² /g
Pore Volume Data	
Total pore volume for pores with Radius less than 1207.43 Å at P/Po = 0.992001.....	8.411e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	2.141e-01 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	1.939e-01 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	2.092e-01 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	1.905e-01 cc/g
t-method micropore volume.....	3.379e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	6.986e-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	6.411e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	6.452e-01 cc/g
Pore Size Data	
Average pore Radius.....	1.274e+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.524e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.680e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.524e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.680e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	1.172e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	9.300e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	1.636e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	2.261e+00 Å

F.3 CS(5)/UiO-66-M

A. Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N₂

Analysis		Report	
Operator: novawin	Date: 2019/11/18	Operator: novawin	Date: 11/22/2019
Sample ID: Wuhan Aulia	Filename:	C:\QC\data\Physisorb\18112019 UIO 66M-CS 5%.qps	
Sample Desc: degase 130	Comment:	Sample Volume:	0 cc
Sample weight: 0.0115 g	Sample Volume:	Outgas Temp:	280.0 C
Outgas Time: 6.0 hrs	Bath Temp:	Equil time:	60/60 sec (ads/des)
Analysis gas: Nitrogen	Equil time:	End of run:	2019/11/18 17:15:57
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil timeout:	Instrument:	Nova Station A
Analysis Time: 155.4 min			
Call ID: 92			

Isotherm * Linear



Single Point Surface Area

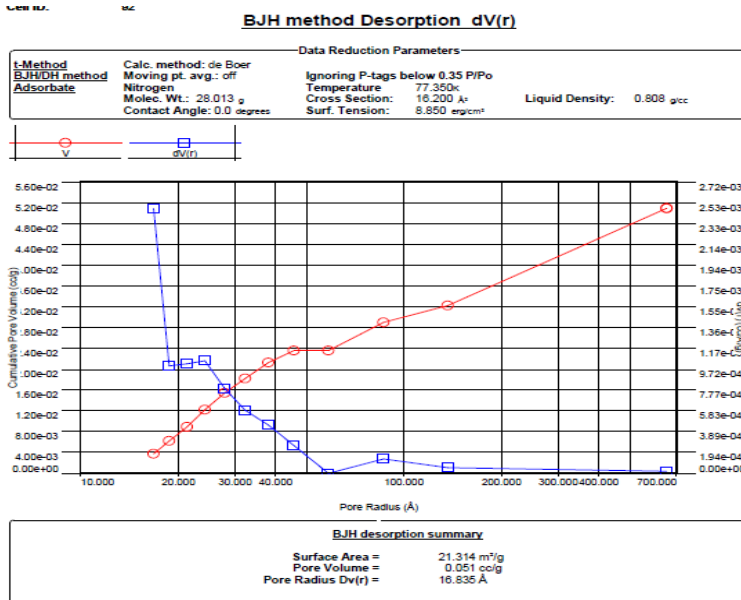
Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
Molec. Wt.:	28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²		

Single Point Surface Area Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((P/Po) - 1)]	Slope	Surf. Area [m ² /g]
3.04192e-01	341.2568	1.0250e+00	3.3696	1033.5076

B. Distribusi pori BJH



C. Data Adsorpsi-Desorpsi N₂

Area-volume Summary

Data Reduction Parameters Data			
Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

Surface Area Data	
MultiPoint BET.....	1.027E+03 m ² /g
Langmuir surface area.....	1.519E+03 m ² /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	2.842E+01 m ² /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	2.131E+01 m ² /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	2.903E+01 m ² /g
DH method cumulative desorption surface area.....	2.150E+01 m ² /g
t-method external surface area.....	4.199E+02 m ² /g
t-method micropore surface area.....	6.073E+02 m ² /g
DR method micropore area.....	1.550E+03 m ² /g

Pore Volume Data	
Total pore volume for pores with Radius less than 1130.36 Å at P/Po = 0.991449.....	5.775E-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	5.981E-02 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	5.102E-02 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	5.839E-02 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	4.993E-02 cc/g
t-method micropore volume.....	3.354E-01 cc/g
DR method micropore volume.....	5.510E-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	5.139E-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	5.162E-01 cc/g

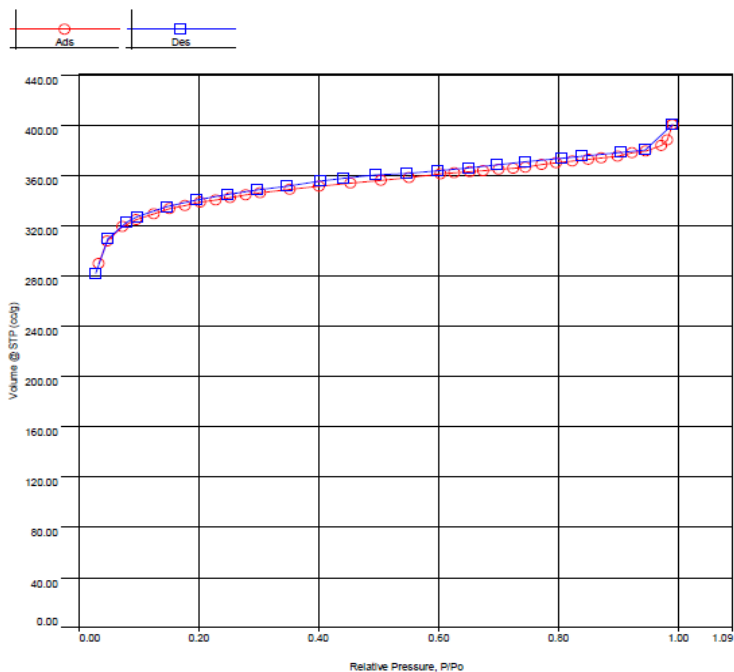
Pore Size Data	
Average pore Radius.....	1.124E+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.534E+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.683E+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.534E+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.683E+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	1.052E+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	9.100E+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	1.838E+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	2.261E+00 Å

F.4 CS(10)/UiO-66-M

A. Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N₂

Sample Desc: degase 13U	Comment:
Sample weight: 0.0099 g	Sample Volume: 0 cc
Outgas Time: 6.0 hrs	Outgas Temp: 280.0 C
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.05/0.050 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)
Analysis Time: 148.1 min	End of run: 2019/11/23 20:17:04
Cell ID: 92	Equil timeout: 120/200 sec (ads/des)
	Instrument: Nova Station A

Isotherm * Linear



Single Point Surface Area

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²		

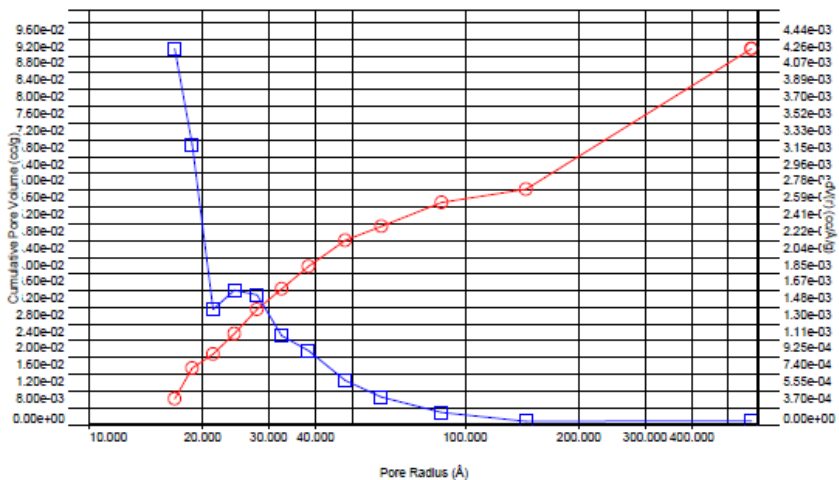
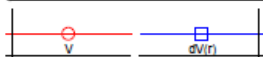
Single Point Surface Area Data

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P/Po) - 1)]	Slope	Surf. Area
[P/Po]	[cc/g]			[m ² /g]
3.02871e-01	346.3403	1.0037e+00	3.3139	1050.8944

B. Distribusi pori BJH

BJH method Desorption $dV(r)$

Data Reduction Parameters			
L-Method	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off	Temperature	77.350K
Adsorbate	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å ²
	Molec. Wt.: 28.013 g	Surf. Tension:	8.850 erg/cm ²
	Contact Angle: 0.0 degrees	Liquid Density:	0.808 g/cc

**BJH desorption summary**

Surface Area =	38.824 m ² /g
Pore Volume =	0.090 cc/g
Pore Radius $Dv(r)$ =	16.906 Å

C. Data Adsorpsi-Desorpsi N₂Area-volume Summary**Data Reduction Parameters Data**

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350k	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²		

Surface Area Data

MultiPoint BET.....	1.044e+03 m ² /g
Langmuir surface area.....	1.547e+03 m ² /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	4.837e+01 m ² /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	3.882e+01 m ² /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	4.940e+01 m ² /g
DH method cumulative desorption surface area.....	3.972e+01 m ² /g
t-method external surface area.....	3.944e+02 m ² /g
t-method micropore surface area.....	6.495e+02 m ² /g
DR method micropore area.....	1.544e+03 m ² /g

Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Radius less than 969.27 Å at P/Po = 0.990008.....	6.200e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	1.029e-01 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	8.980e-02 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	1.004e-01 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	8.792e-02 cc/g
t-method micropore volume.....	3.497e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	5.486e-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	5.161e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	5.187e-01 cc/g

Pore Size Data

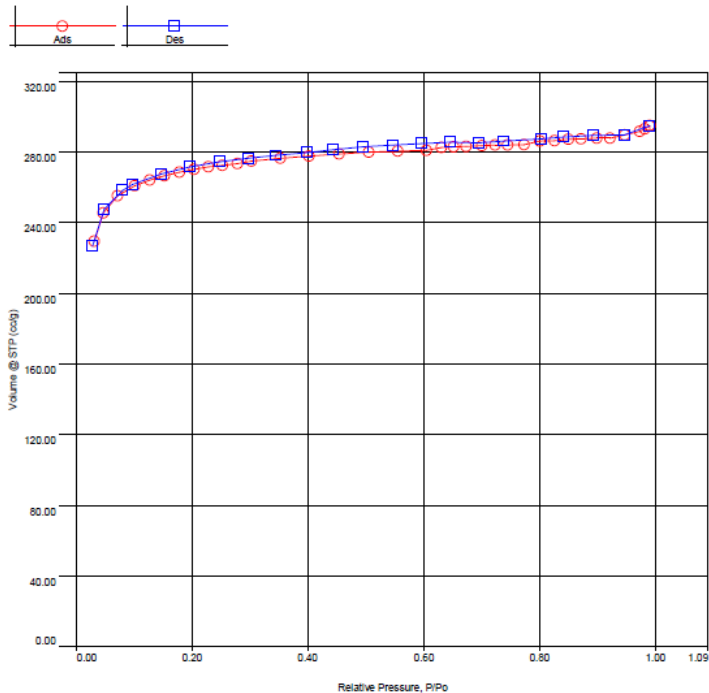
Average pore Radius.....	1.188e+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.530e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.691e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.530e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.691e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	1.012e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	9.100e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	1.838e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	1.754e+00 Å

F.5 CS(20)/UiO-66-M

A. Kurva Isotherm Adsorpsi-Desorpsi N₂

Sample weight: 0.0129 g	Sample Volume: 0 cc	Equil timeout: 120/200 sec (ads/des)
Outgas Time: 8.0 hrs	Outgas Temp: 280.0 C	Instrument: Nova Station A
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K	
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	
Analysis Time: 148.8 min	End of run: 2019/11/25 16:28:59	
Cell ID: 92		

Isotherm * Linear



Single Point Surface Area

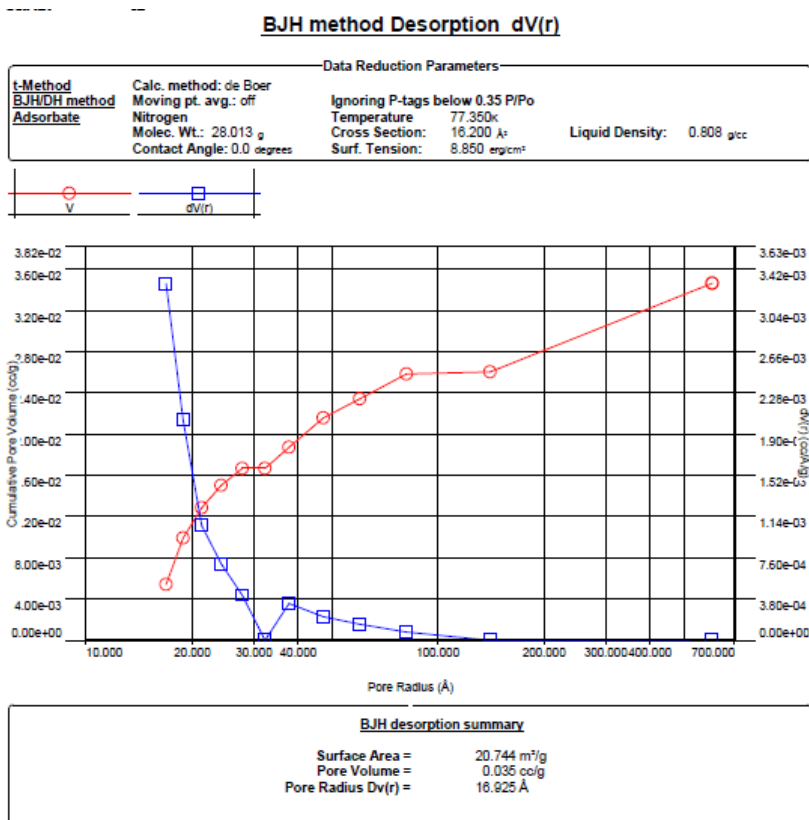
Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å²		

Single Point Surface Area Data

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P/Po) - 1)]	Slope	Surf. Area
[P/Po]	[cc/g]			[m²/g]
3.02962e-01	274.7719	1.2656e+00	4.1775	833.6270

B. Distribusi pori BJH



C. Data Adsorpsi-Desorpsi N₂**Area-Volume Summary****Data Reduction Parameters Data**

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density: 0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²	

Surface Area Data

MultiPoint BET.....	8.283e+02 m ² /g
Langmuir surface area.....	1.224e+03 m ² /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	2.167e+01 m ² /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	2.074e+01 m ² /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	2.214e+01 m ² /g
DH method cumulative desorption surface area.....	2.147e+01 m ² /g
t-method external surface area.....	3.104e+02 m ² /g
t-method micropore surface area.....	5.178e+02 m ² /g
DR method micropore area.....	1.235e+03 m ² /g

Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Radius less than 1017.83 Å at P/Po = 0.990491.....	4.562e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	3.879e-02 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	3.468e-02 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	3.788e-02 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	3.427e-02 cc/g
t-method micropore volume.....	2.806e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	4.388e-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	4.125e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	4.143e-01 cc/g

Pore Size Data

Average pore Radius.....	1.102e+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.534e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.692e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.534e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.692e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	1.015e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	9.100e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	1.838e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	1.754e+00 Å

LAMPIRAN G. PERHITUNGAN ADSORPSI

G.1 Pembuatan Larutan MO

A. Pembuatan Larutan Standar MO

Dengan menggunakan rumus pengenceran :

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

M1 = Konsentrasi larutan induk (mg/L)

V1 = Volume larutan induk yang dibutuhkan (mL)

M2 = Konsentrasi larutan setelah pengenceran (mg/L)

V2 = Volume pengenceran (mL)

Konsentrasi	M1	V1	M2	V2
2 mg/L	500 mg/L	0,1 mL	2 mg/L	25 mL
4 mg/L	500 mg/L	0,2 mL	4 mg/L	25 mL
6 mg/L	500 mg/L	0,3 mL	6 mg/L	25 mL
8 mg/L	500 mg/L	0,4 mL	8 mg/L	25 mL
10 mg/L	500 mg/L	0,5 mL	10 mg/L	25 mL
12 mg/L	500 mg/L	0,6 mL	12 mg/L	25 mL

B. Pembuatan Larutan MO 100 mg/L (Variasi Waktu Kontak)

Pembuatan larutan MO 100 mg/L untuk variasi waktu diambil dari larutan stok sebanyak 50 mL dalam labu ukur 250 mL.

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$500 \text{ mg/L} \times V1 = 100 \text{ mg/L} \times 250 \text{ mL}$$

$$V1 = 50 \text{ mL}$$

C. Pembutan Larutan MO (Variasi Konsentrasi)

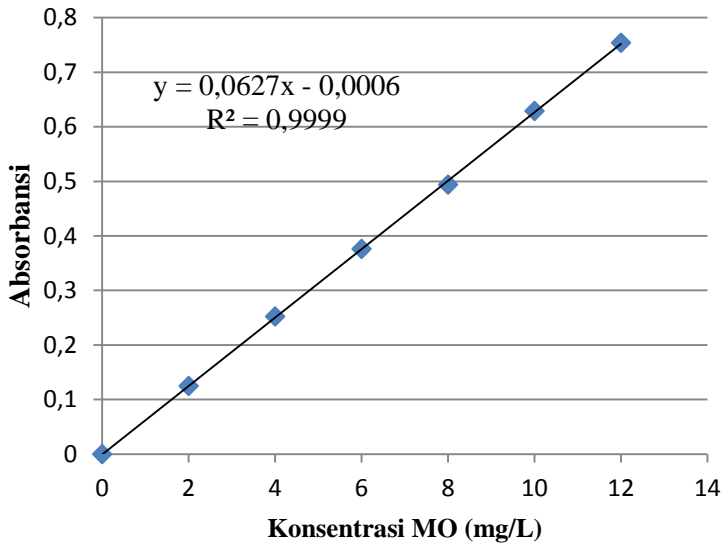
Konsentrasi	M1	V1	M2	V2
100 mg/L	500 mg/L	20 mL	100 mg/L	100 mL
150 mg/L	500 mg/L	30 mL	150 mg/L	100 mL
200 mg/L	500 mg/L	40 mL	200 mg/L	100 mL
250 mg/L	500 mg/L	50 mL	250 mg/L	100 mL
300 mg/L	500 mg/L	60 mL	300 mg/L	100 mL
350 mg/L	500 mg/L	70 mL	350 mg/L	100 mL

G.2 Kurva Kalibrasi

A. Kurva Kalibrasi MO

Pengukuran pada panjang gelombang maksimum 464 nm.

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
2	0,125
4	0,252
6	0,376
8	0,494
10	0,629
12	0,754



G.3 Perhitungan Kapasitas Adsorpsi

Kapasitas adsorpsi dan % removal dapat dihitung menggunakan rumus :

$$Q_t = \frac{(C_o - C_t) \times V}{W}$$

$$\% \text{Removal} = \frac{C_o - C_t}{C_o} \times 100\%$$

$$FP = \frac{V1}{V2}$$

Keterangan :

C_t = Konsentrasi akhir pada t menit (mg/L)

V = Volume adsorbat (L)
 W = Massa adsorben (mg)
 FP = Faktor pengenceran
 V_1 = Volume labu ukur
 V_2 = Volume yang diambil

Contoh perhitungan kapasitas adsorpsi pada UiO-66 dengan waktu kontak 40 menit:

Absorbansi (y) = 0,255
 Massa adsorben = 0,0108 g
 Konsentrasi awal (C_0) = 100 mg/L
 Volume adsorbat = 20 mL = 0,02 L
 $FP = 5$

- Menentukan C_t

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0627x - 0,0006 \\
 0,255 &= 0,0627x - 0,0006 \\
 0,255 + 0,0006 &= 0,0627x \\
 0,2556 &= 0,0627x \\
 x &= 4,07655
 \end{aligned}$$

Karena menggunakan $FP = 5$, maka nilai C_t yaitu:

$$x = C_t = 4,07655 \times 5 = 20,383 \text{ mg/L}$$

- Menentukan Q_t

$$\begin{aligned}
 Q_t &= \frac{(C_0 - C_t) \times V}{W} \\
 Q_t &= \frac{(100 - 20,383) \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0108 \text{ g}} \\
 Q_t &= \frac{76,617 \text{ mg} \times 0,02}{0,0108 \text{ g}}
 \end{aligned}$$

$$Q_t = 147,439 \text{ mg/g}$$

- Menentukan % removal

$$\% \text{Removal} = \frac{C_o - C_t}{C_o} \times 100\%$$

$$\% \text{Removal} = \frac{100 - 20,383}{100} \times 100\%$$

$$\% \text{Removal} = 79,617\%$$

A. Kapasitas adsorpsi MO (Penentuan Waktu Setimbang)

t (menit)	Co (mg/L)	Massa adsorben (g)	Abs	FP	Ct (mg/L)	Qt (mg/g)	% removal
UiO-66							
5	100	0,0109	0,63	5	50,287	91,216	49,713
10	100	0,0108	0,54	5	43,110	105,352	56,890
15	100	0,01	0,485	5	38,724	122,552	61,276
20	100	0,0104	0,366	5	29,234	136,088	70,766
25	100	0,0108	0,286	5	22,855	142,861	77,145
30	100	0,0108	0,275	5	21,978	144,486	78,022
40	100	0,0108	0,255	5	20,383	147,439	79,617
50	100	0,01	0,326	5	26,045	147,911	73,955
UiO-66-M							
2	100	0,0102	0,644	5	51,404	95,287	48,596
4	100	0,0102	0,55	5	43,907	109,985	56,093
6	100	0,0105	0,479	5	38,246	117,627	61,754
8	100	0,0102	0,441	5	35,215	127,029	64,785
10	100	0,0101	0,408	5	32,584	133,498	67,416
15	100	0,0102	0,397	5	31,707	133,909	68,293
20	100	0,01	0,393	5	31,388	137,225	68,612
30	100	0,0102	0,375	5	29,952	137,349	70,048
40	100	0,0109	0,301	5	24,051	139,356	75,949

50	100	0,0108	0,312	5	24,928	139,022	75,072
CS(2,5)/UiO-66-M							
2	100	0,01	0,72	5	57,464	85,072	42,536
4	100	0,0103	0,659	5	52,600	92,039	47,400
6	100	0,0102	0,641	5	51,164	95,756	48,836
8	100	0,0102	0,626	5	49,968	98,102	50,032
10	100	0,0104	0,557	5	44,466	106,797	55,534
15	100	0,0103	0,5	5	39,920	116,660	60,080
20	100	0,0103	0,375	5	29,952	136,015	70,048
30	100	0,0101	0,392	5	31,308	136,024	68,692
40	100	0,0105	0,355	5	28,357	136,462	71,643
50	100	0,0108	0,326	5	26,045	136,954	73,955
CS(5)/UiO-66-M							
2	100	0,0103	0,806	5	64,322	69,277	35,678
4	100	0,0104	0,695	5	55,470	85,634	44,530
6	100	0,0103	0,585	5	46,699	103,498	53,301
8	100	0,0104	0,534	5	42,632	110,324	57,368
10	100	0,0101	0,497	5	39,681	119,444	60,319
15	100	0,0104	0,397	5	31,707	131,334	68,293
20	100	0,01	0,365	5	29,155	141,691	70,845
30	100	0,01	0,304	5	24,290	151,419	75,710
40	100	0,0101	0,286	5	22,855	152,763	77,145
50	100	0,0102	0,276	5	22,057	152,829	77,943
CS(10)/UiO-66-M							
2	100	0,0104	0,766	5	61,132	74,745	38,868
4	100	0,0104	0,621	5	49,569	96,982	50,431
6	100	0,0103	0,569	5	45,423	105,975	54,577
8	100	0,0105	0,464	5	37,049	119,906	62,951

10	100	0,0103	0,414	5	33,062	129,976	66,938
15	100	0,0101	0,355	5	28,357	141,867	71,643
20	100	0,0103	0,269	5	21,499	152,429	78,501
30	100	0,0101	0,21	5	16,794	164,764	83,206
40	100	0,0104	0,173	5	13,844	165,685	86,156
50	100	0,0106	0,151	5	12,089	165,869	87,911
CS(20)/UiO-66-M							
2	100	0,0105	0,776	5	61,930	72,515	38,070
4	100	0,0102	0,58	5	46,300	105,294	53,700
6	100	0,0103	0,52	5	41,515	113,563	58,485
8	100	0,0101	0,487	5	38,884	121,023	61,116
10	100	0,0104	0,408	5	32,584	129,647	67,416
15	100	0,0107	0,292	5	23,333	143,302	76,667
20	100	0,0103	0,269	5	21,499	152,429	78,501
30	100	0,0106	0,186	5	14,880	160,603	85,120
40	100	0,0101	0,219	5	17,512	163,343	82,488
50	100	0,0102	0,208	5	16,635	163,461	83,365

B. Kapasitas adsorpsi MO (Variasi Konsentrasi)

t (menit)	Co (mg/L)	Massa adsorben (g)	Abs	FP	Ce (mg/L)	Qe (mg/g)	% removal
UiO-66							
40	100	0,0108	0,255	5	20,383	147,439	79,617
40	150	0,0109	0,518	5	41,356	199,347	72,430
40	200	0,0107	0,409	12,5	81,659	221,199	59,171
40	250	0,0108	0,626	12,5	124,920	231,629	50,032
40	300	0,0105	0,44	25,0	175,678	236,804	41,441

40	350	0,0104	0,568	25,0	226,715	237,087	35,224
UiO-66-M							
40	100	0,0109	0,301	5	24,051	139,356	75,949
40	150	0,0105	0,427	10	68,198	155,814	54,535
40	200	0,0101	0,298	25	119,059	160,279	40,470
40	250	0,0104	0,408	25,0	162,919	167,464	34,833
40	300	0,0103	0,538	25,0	214,753	165,529	28,416
40	350	0,0104	0,665	25,0	265,391	162,710	24,174
CS(2,5)/UiO-66-M							
40	100	0,0105	0,355	5	28,357	136,462	71,643
40	150	0,0107	0,374	10	59,745	168,701	60,170
40	200	0,0102	0,282	25,0	112,679	171,217	43,660
40	250	0,0105	0,398	25,0	158,931	173,464	36,427
40	300	0,0105	0,519	25,0	207,177	176,806	30,941
40	350	0,0104	0,647	25,0	258,214	176,512	26,225
CS(5)/UiO-66-M							
40	100	0,0101	0,286	5	22,855	152,763	77,145
40	150	0,0104	0,42	10	67,081	159,459	55,279
40	200	0,01	0,282	25,0	112,679	174,641	43,660
40	250	0,0102	0,397	25,0	158,533	179,348	36,587
40	300	0,0104	0,527	25,0	210,367	172,371	29,878
40	350	0,0106	0,65	25,0	259,410	170,925	25,883
CS(10)/UiO-66-M							
40	100	0,0104	0,173	5	13,8437	165,6852	86,156
40	150	0,0106	0,321	10	51,2919	186,2418	65,805
40	200	0,0104	0,255	25,0	101,9139	188,6272	49,043
40	250	0,01	0,384	25,0	153,3493	193,3014	38,660
40	300	0,0102	0,501	25,0	200,0000	196,0784	33,333
40	350	0,0105	0,615	25,0	245,4545	199,1342	29,870

CS(20)/UiO-66-M							
40	100	0,0104	0,219	5	17,512	163,343	82,488
40	150	0,0106	0,186	10	29,761	235,763	80,159
40	200	0,0104	0,165	25,0	66,029	260,138	66,986
40	250	0,01	0,29	25,0	115,869	260,448	53,652
40	300	0,0102	0,411	25,0	164,115	266,442	45,295
40	350	0,0105	0,532	25,0	212,360	262,171	39,326

LAMPIRAN H.

PERHITUNGAN KINETIKA ADSORPSI

Perhitungan kinetika adsorpsi didapatkan dari data hasil variasi waktu kontak dengan membuat plot grafik sesuai rumus dibawah ini:

1. Orde satu semu : $\ln(Q_e - Q_t) = \ln Q_e - K_1 t$

Dengan Sumbu x = t

Sumbu y = $\ln(Q_e - Q_t)$

$K_1 = -\text{Slope}$

$Q_{e\text{calcre}} = \exp(\text{intersep})$

Adsorben	R ²	Slope	Intersep
UiO-66	0,9454	-0,1021	4,4901
UiO-66-M	0,4964	-0,0661	2,3655
CS(2,5)/UiO-66-M	0,7872	-0,0985	3,9137
CS(5)/UiO-66-M	0,7247	-0,0931	3,5207
CS(10)/UiO-66-M	0,6082	-0,0821	3,0045
CS(20)/UiO-66-M	0,6136	-0,0791	2,8947

Contoh menghitung nilai K_1 dan Q_e dari UiO-66 :

- $K_1 = -\text{Slope}$

$$K_1 = 0,1021$$

- $Q_e = \exp(\text{intersep})$
 $Q_e = \exp(4,4901)$
 $Q_e = 89,130$

$$2. \quad \text{Orde dua semu} = \frac{t}{Q_t} = \frac{1}{k_2 Q_e^2} + \frac{t}{Q_e}$$

Dengan Sumbu x = t

$$\text{Sumbu y} = \frac{t}{Q_t}$$

$$K_2 = \text{Slope}^2 / \text{intersep}$$

$$Q_e = 1 / \text{slope}$$

Adsorben	R ²	Slope	Intersep
UiO-66	0,9979	0,0061	0,0267
UiO-66-M	0,9999	0,007	0,0069
CS(2,5)/UiO-66-M	0,9996	0,0069	0,0187
CS(5)/UiO-66-M	0,9992	0,0061	0,0212
CS(10)/UiO-66-M	0,999	0,0056	0,0199
CS(20)/UiO-66-M	0,9995	0,0057	0,0176

Contoh menghitung nilai K₂ dan Q_e dari UiO-66 :

- $K_2 = \text{Slope}^2 / \text{intersep}$
 $K_2 = 0,0061^2 / 0,0267$
 $K_2 = 0,001$
- $Q_e = 1 / \text{Slope}$
 $Q_e = 1 / 0,0061$
 $Q_e = 163,934$

A. Orde satu semu

t (menit)	Qe (mg/g)	Qt (mg/g)	Qe - Qt	Ln (Qe - Qt)
UiO-66				
5	89,130	91,216	56,223	4,029
10	89,130	105,352	42,088	3,740
15	89,130	122,552	24,887	3,214
20	89,130	136,088	11,352	2,429
25	89,130	142,861	4,578	1,521
30	89,130	144,486	2,954	1,083
40	89,130	147,439	0,000	-
50	89,130	147,911	-0,471	-
UiO-66-M				
2	10,649	95,287	38,210	3,643
4	10,649	109,985	23,512	3,158
6	10,649	117,627	15,870	2,764
8	10,649	127,029	6,469	1,867
10	10,649	133,498	0,000	-
15	10,649	133,909	-0,411	-
20	10,649	137,225	-3,727	-
30	10,649	137,349	-3,851	-
40	10,649	139,356	-5,858	-
50	10,649	139,022	-5,524	
CS(2,5)/UiO-66-M				
2	50,084	85,072	48,426	3,880
4	50,084	92,039	41,458	3,725
6	50,084	95,756	37,741	3,631
8	50,084	98,102	35,396	3,567
10	50,084	106,797	26,701	3,285

15	50,084	116,660	16,838	2,824
20	50,084	136,015	-2,518	-
30	50,084	136,024	-2,527	-
40	50,084	136,462	-2,965	-
50	50,084	136,954	-3,457	
CS(5)/UiO-66-M				
2	33,808	69,277	64,220	4,162
4	33,808	85,634	47,864	3,868
6	33,808	103,498	30,000	3,401
8	33,808	110,324	23,174	3,143
10	33,808	119,444	14,054	2,643
15	33,808	131,334	2,164	0,772
20	33,808	141,691	-8,193	-
30	33,808	151,419	-17,922	-
40	33,808	152,763	-19,265	-
50	33,808	152,829	-19,331	
CS(10)/UiO-66-M				
2	20,176	74,745	58,752	4,073
4	20,176	96,982	36,516	3,598
6	20,176	105,975	27,522	3,315
8	20,176	119,906	13,592	2,609
10	20,176	129,976	3,521	1,259
15	20,176	141,867	-8,369	-
20	20,176	152,429	-18,931	-
30	20,176	164,764	-31,266	-
40	20,176	165,685	-32,188	-
50	20,176	165,869	-32,372	-
CS(20)/UiO-66-M				
2	18,078	72,515	60,983	4,111

4	18,078	105,294	28,203	3,339
6	18,078	113,563	19,935	2,992
8	18,078	121,023	12,475	2,524
10	18,078	129,647	3,851	1,348
15	18,078	143,302	-9,805	-
20	18,078	152,429	-18,931	-
30	18,078	160,603	-27,105	-
40	18,078	163,343	-29,845	-
50	18,078	163,461	-29,964	-

B. Orde dua semu

t (menit)	Qt (mg/g)	t/Qt
UiO-66		
5	91.216	0.055
10	105.352	0.095
15	122.552	0.122
20	136.088	0.147
25	142.861	0.175
30	144.486	0.208
40	147.439	0.271
50	147.911	0.338
UiO-66-M		
2	95,287	0,021
4	109,985	0,036
6	117,627	0,051
8	127,029	0,063
10	133,498	0,075
15	133,909	0,112

20	137,225	0,146
30	137,349	0,218
40	139,356	0,287
50	139,022	0,360
CS(2,5)/UiO-66-M		
2	85,072	0,024
4	92,039	0,043
6	95,756	0,063
8	98,102	0,082
10	106,797	0,094
15	116,660	0,129
20	136,015	0,147
30	136,024	0,221
40	136,462	0,293
50	136,954	0,365
CS(5)/UiO-66-M		
2	69,277	0,029
4	85,634	0,047
6	103,498	0,058
8	110,324	0,073
10	119,444	0,084
15	131,334	0,114
20	141,691	0,141
30	151,419	0,198
40	152,763	0,262
50	152,829	0,327
CS(10)/UiO-66-M		
2	74,745	0,027
4	96,982	0,041
6	105,975	0,057
8	119,906	0,067

10	129,976	0,077
15	141,867	0,106
20	152,429	0,131
30	164,764	0,182
40	165,685	0,241
50	165,869	0,301
CS(20)/UiO-66-M		
2	72,515	0,028
4	105,294	0,038
6	113,563	0,053
8	121,023	0,066
10	129,647	0,077
15	143,302	0,105
20	152,429	0,131
30	160,603	0,187
40	163,343	0,245
50	163,461	0,306

LAMPIRAN I.

PERHITUNGAN ISOTERMAL ADSORPSI

Perhitungan isotermal adsorpsi didapatkan dari data hasil variasi konsentrasi adsorbat dengan membuat plot grafik sesuai rumus dibawah ini:

1. Isotermal adsorpsi Langmuir : $\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_m} + \frac{1}{q_m \times K_L \times C_e}$

Dengan Sumbu x = $\frac{1}{C_e}$

Sumbu y = $\frac{1}{q_e}$

K_L = Intersep/slope

Q_m = 1/intersep

Contoh menghitung nilai K_L dan Q_m dari UiO-66 :

- $K_L = \text{intersep/slope}$
 $K_L = 0,0039/0,0576$
 $K_L = 0,067$
- $Q_m = 1/\text{intersep}$
 $Q_m = 1/0,0039$
 $Q_m = 256,410$

Adsorben	R^2	Slope	Intersep	K_L	Q_m
UiO-66	0,9841	0,0576	0,0039	0,067	256,410
UiO-66-M	0,962	0,03	0,0059	0,197	169,492
CS(2,5)/UiO-66-M	0,9383	0,052	0,0054	0,104	185,185
CS(5)/UiO-66-M	0,7587	0,0211	0,0057	0,270	175,439
CS(10)/UiO-66-M	0,9652	0,0136	0,0051	0,375	196,078
CS(20)/UiO-66-M	0,8764	0,0419	0,0034	0,081	294,118

2. Isotermal adsorpsi Freundlich : $\ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e$

Dengan Sumbu x = $\ln C_e$

Sumbu y = $\ln q_e$

$K_F = \exp(\text{Intersep})$

$n = 1/\text{slope}$

Contoh menghitung nilai K_F dan n dari UiO-66 :

- $K_F = \exp(\text{intersep})$
 $K_F = \exp(4,5174)$
 $K_F = 91,597$
- $n = 1/\text{slope}$
 $n = 1/0,1869$
 $n = 5,350$

Adsorben	R ²	Slope	Intersep	n	K _F
UiO-66	0,8661	0,1869	4,5174	5,350	91,597
UiO-66-M	0,8761	0,071	4,7301	14,084	113,307
CS(2,5)/UiO-66-M	0,7803	0,1052	4,6225	9,506	101,748
CS(5)/UiO-66-M	0,7244	0,0579	4,8535	17,271	128,188
CS(10)/UiO-66-M	0,9609	0,0604	4,9634	16,556	143079
CS(20)/UiO-66-M	0,6837	0,1591	4,7926	6,285	120,615

A. Adsorpsi Langmuir

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	Qe (mg/g)	1/Ce	1/Qe
UiO-66				
100	20.383	147.4393	0.0491	0.0068
150	41.356	199.3474	0.0242	0.0050
200	81.659	221.1987	0.0122	0.0045
250	124.920	231.6292	0.0080	0.0043
300	175.678	236.8041	0.0057	0.0042
350	226.715	237.0875	0.0044	0.0042
UiO-66-M				
100	28,3573	136,4624	0,0353	0,0073
150	59,7448	168,7013	0,0167	0,0059
200	112,6794	171,2168	0,0089	0,0058
250	158,9314	173,4640	0,0063	0,0058
300	207,1770	176,8057	0,0048	0,0057
350	258,2137	176,5121	0,0039	0,0057
CS(2,5)/UiO-66-M				
100	28,3573	136,4624	0,0353	0,0073
150	59,7448	168,7013	0,0167	0,0059
200	112,6794	171,2168	0,0089	0,0058

250	158,9314	173,4640	0,0063	0,0058
300	207,1770	176,8057	0,0048	0,0057
350	258,2137	176,5121	0,0039	0,0057
CS(5)/UiO-66-M				
100	22,8549	152,7626	0,0438	0,0065
150	67,0813	159,4590	0,0149	0,0063
200	112,6794	174,6411	0,0089	0,0057
250	158,5327	179,3477	0,0063	0,0056
300	210,3668	172,3715	0,0048	0,0058
350	259,4099	170,9247	0,0039	0,0059
CS(10)/UiO-66-M				
100	13,8437	165,6852	0,0722	0,0060
150	51,2919	186,2418	0,0195	0,0054
200	101,9139	188,6272	0,0098	0,0053
250	153,3493	193,3014	0,0065	0,0052
300	200,0000	196,0784	0,0050	0,0051
350	245,4545	199,1342	0,0041	0,0050
CS(20)/UiO-66-M				
100	17,5120	163,3427	0,0571	0,0061
150	29,7608	235,7632	0,0336	0,0042
200	66,0287	260,1384	0,0151	0,0038
250	115,8692	260,4481	0,0086	0,0038
300	164,1148	266,4415	0,0061	0,0038
350	212,3604	262,1706	0,0047	0,0038

B. Adsorpsi Freundlich

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	Qe (mg/g)	Ln Ce	Ln Qe
UiO-66				
100	20.383	147.4393	3.015	4.993
150	41.356	199.3474	3.722	5.295

200	81.659	221.1987	4.403	5.399
250	124.920	231.6292	4.828	5.445
300	175.678	236.8041	5.169	5.467
350	226.715	237.0875	5.424	5.468
UiO-66-M				
100	28,3573	136,4624	3,345	4,916
150	59,7448	168,7013	4,090	5,128
200	112,6794	171,2168	4,725	5,143
250	158,9314	173,4640	5,068	5,156
300	207,1770	176,8057	5,334	5,175
350	258,2137	176,5121	5,554	5,173
CS(2,5)/UiO-66-M				
100	22,8549	152,7626	3,129	5,029
150	67,0813	159,4590	4,206	5,072
200	112,6794	174,6411	4,725	5,163
250	158,5327	179,3477	5,066	5,189
300	210,3668	172,3715	5,349	5,150
350	259,4099	170,9247	5,558	5,141
CS(5)/UiO-66-M				
100	13,8437	165,6852	2,628	5,110
150	51,2919	186,2418	3,938	5,227
200	101,9139	188,6272	4,624	5,240
250	153,3493	193,3014	5,033	5,264
300	200,0000	196,0784	5,298	5,279
350	245,4545	199,1342	5,503	5,294
CS(10)/UiO-66-M				
100	13,8437	165,6852	2,863	5,096
150	51,2919	186,2418	3,393	5,463
200	101,9139	188,6272	4,190	5,561
250	153,3493	193,3014	4,752	5,562
300	200,0000	196,0784	5,101	5,585
350	245,4545	199,1342	5,358	5,569

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	Qe (mg/g)	Ln Ce	Ln Qe
CS(20)/UiO-66-M				
100	17,5120	163,3427	2,863	5,096
150	29,7608	235,7632	3,393	5,463
200	66,0287	260,1384	4,190	5,561
250	115,8692	260,4481	4,752	5,562
300	164,1148	266,4415	5,101	5,585
350	212,3604	262,1706	5,358	5,569

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Binti Alfa Nikmatin, dilahirkan di Blitar, 16 Februari 1998 yang merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh Pendidikan formal yaitu di SDN Sumber 01, SMP Negeri 5 Blitar dan SMA Negeri 2 Blitar. Penulis diterima di Departemen Kimia Fakultas Sains ITS melalui jalur SNMPTN dengan NRP 01211640000037. Selama kuliah penulis aktif dalam organisasi kemahasiswaan yaitu UKM Cinta Rebana ITS sebagai staff Departemen Kewirausahaan (2017-2018), Sekretaris Departemen Kewirausahaan UKM Cinta Rebana ITS (2018-2019), Sekretaris Departemen Sosial Masyarakat BIMITS (2017-2018), Sekretaris Departemen Hubungan Luar BIMITS (2018-2019), Sekretaris Departemen Sosial Masyarakat BIMITS (2019-2020), serta Staf Departemen Perekonomian BEM Fakultas Sains ITS (2018-2019). Selain itu penulis merupakan peserta aktif LKMM Pra TD ITS 2016, LKMW HIMKA ITS 2016, PKTI HIMKA ITS, Pelatihan ISO 14001:2015, ISO 45001:2018, ISO 9001:2015. Penulis juga aktif mengikuti mengikuti acara kepanitiaan *Chemistry Week* dan Festival Sholawat se-Jatim UKM Cinta Rebana ITS. Prestasi yang telah dicapai oleh penulis Finalis LKTI ICEF IPB. Penulis mengambil bidang minat Kimia Anorganik dibawah bimbingan Ibu Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph.D. dan Ibu Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, M.T, dalam Laboratorium Kimia Material dan Energi. Penulis pernah melakukan kerja praktik di BNN Kabupaten Blitar, PT. Semen Indonesia dan PT. Smelting Gresik. Segala kritik dan saran bagi penulis atas naskah ini dapat dihubungi melalui email bintialfa16@gmail.com.