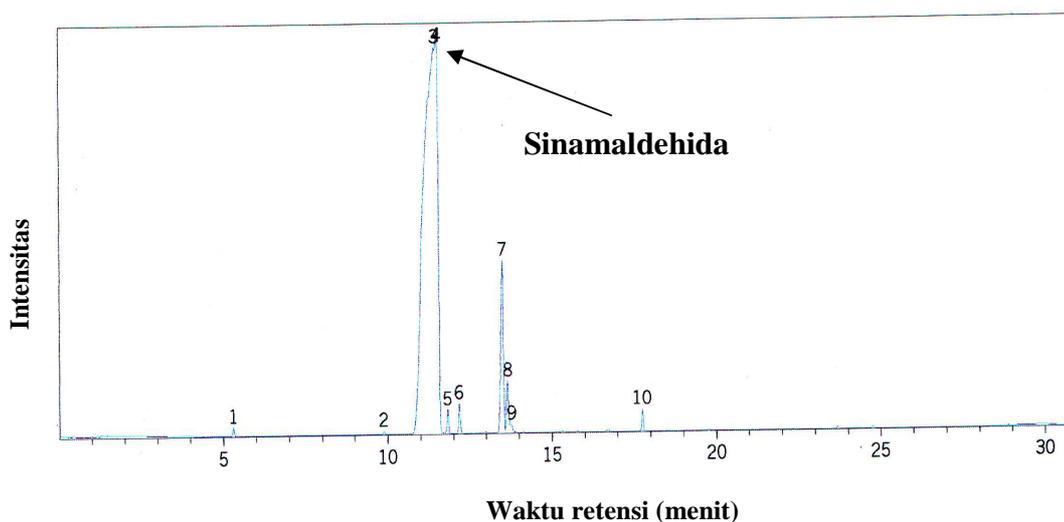


BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Isolasi sinamaldehyda dari minyak kayu manis

Minyak kayu manis yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari hasil penyulingan atau destilasi dari tanaman *Cinnamomum Burmanii*. Minyak kayu manis yang digunakan dianalisis terlebih dahulu dengan menggunakan GC-MS untuk mengetahui komponen penyusun dan kadar komponen penyusun minyak kayu manis tersebut khususnya kandungan sinamaldehyda yang ada. Dari hasil analisis diperoleh bahwa kandungan minyak kayu manis yang paling tinggi adalah sinamaldehyda yaitu sebesar 89,15%. Kromatogram GC-MS dari minyak kayu manis ditunjukkan pada Gambar 4.1. Puncak utama 3 dengan waktu retensi 11.442 menit adalah sinamaldehyda, yang terdapat sebanyak 89,15%

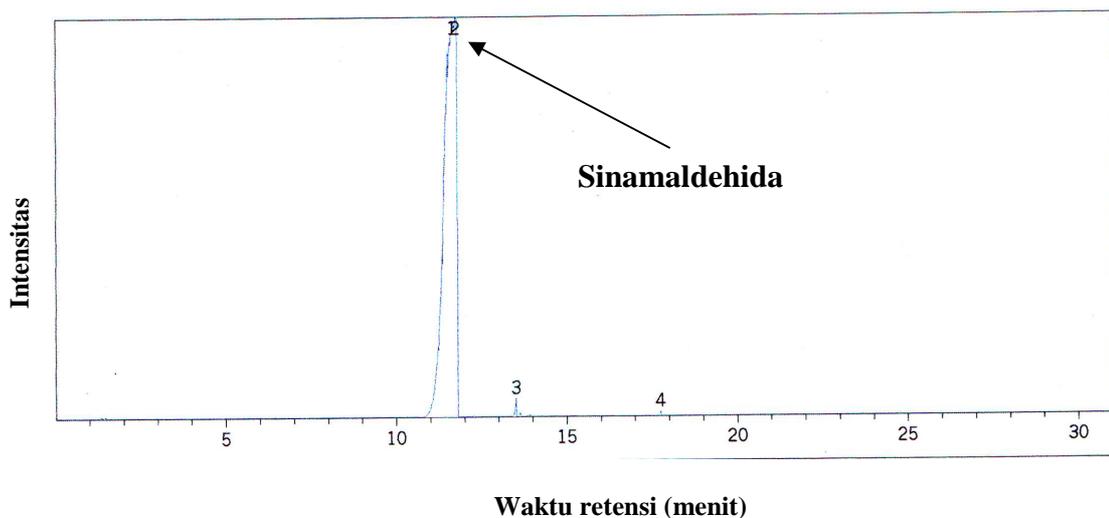


Gambar 4.1 Kromatogram GC dari minyak kayu manis

Kadar sinamaldehyda yang cukup tinggi dalam minyak kayu manis tersebut tentunya memudahkan dalam teknik isolasi. Isolasi sinamaldehyda dari minyak kayu manis dilakukan dengan beberapa tahapan yaitu dekantasi Natrium Bisulfit (NaHSO_3) jenuh pada minyak kayu manis, dilanjutkan dengan filtrasi padatan yang terbentuk dari hasil dekantasi serta merefluks padatan tersebut dengan HCl 15% pada suhu 60°C dan dilakukan ekstraksi dengan pelarut diklorometana.

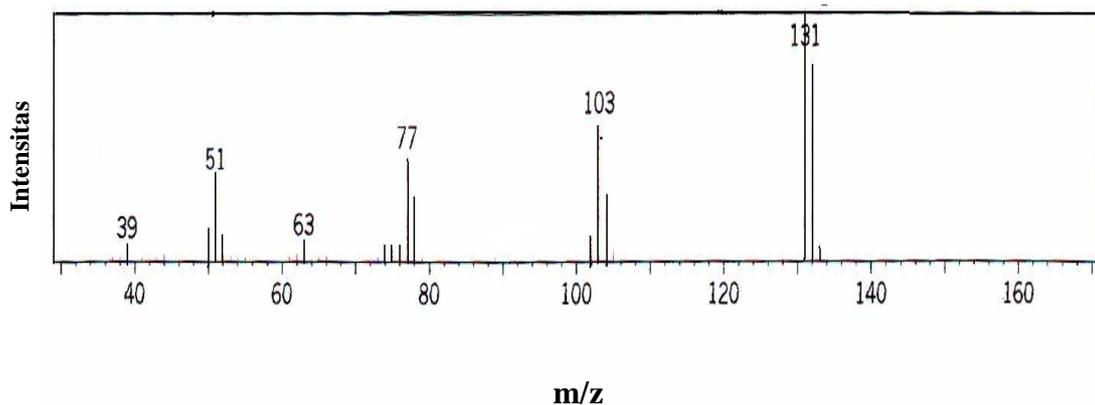
Sinamaldehyda yang telah berhasil diisolasi sebesar 69% dari jumlah minyak kayu manis yang diisolasi, akan tetapi kemurniannya mencapai 99,50%. Meningkatnya kadar sinamaldehyda dari 89,15% menjadi 99,50% menunjukkan bahwa teknik isolasi yang digunakan sudah cukup baik.

Kromatogram GC-MS hasil isolasi minyak kayu manis (sinamaldehyda) ditunjukkan pada gambar 4.2. Puncak utama (99,50%) dengan waktu retensi 11,748 menit adalah sinamaldehyda.



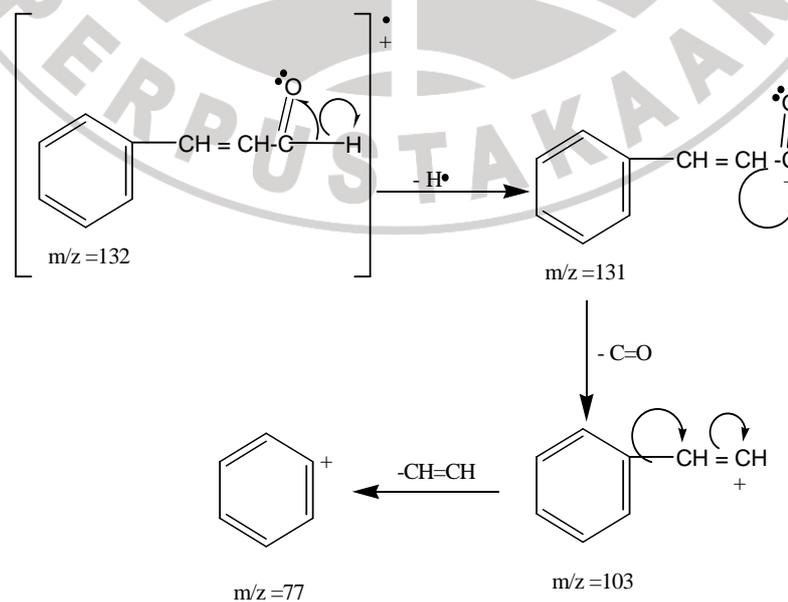
Gambar 4.2 Kromatogram GC dari sinamaldehyda

Analisis dilanjutkan dengan menggunakan Spektroskopi Massa. Hasil analisis kromatografi massa ditunjukkan pada Gambar 4.3. Puncak pada m/z 132 merupakan puncak ion molekular yang khas untuk sinamaldehida dan sesuai dengan massa atom relatif sinamaldehida.

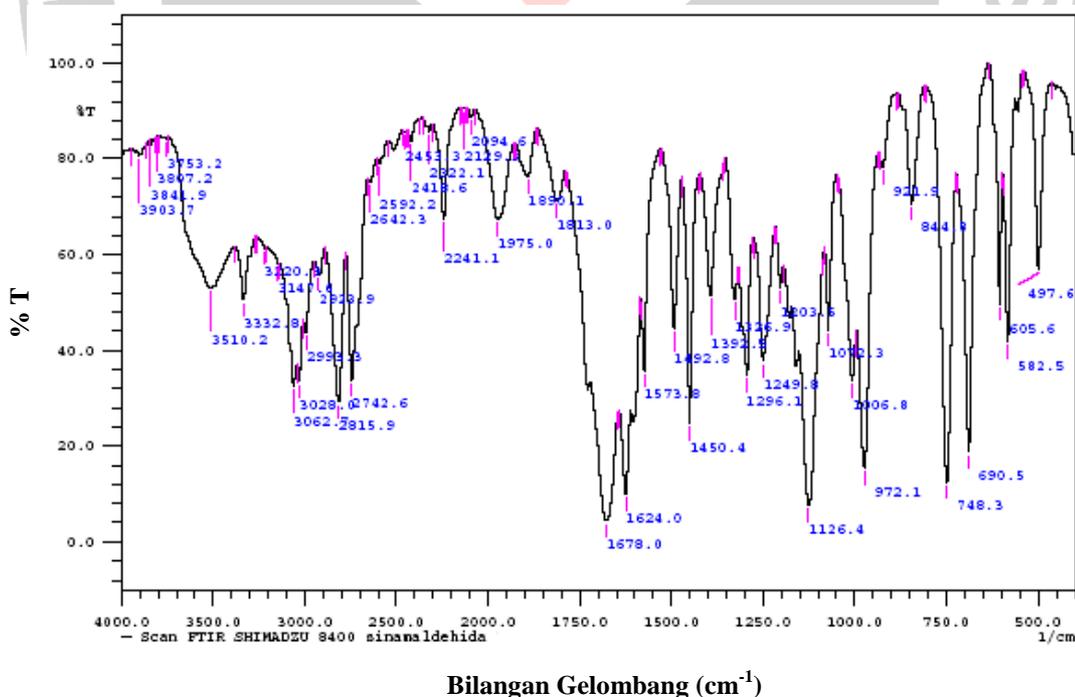


Gambar 4.3 Kromatogram Spektrometer Massa dari sinamaldehida

Puncak pada m/z 131 merupakan puncak utama (*base peak*) yang dihasilkan dari pelepasan radikal atom H, sedangkan puncak m/z 103 dihasilkan pelepasan $C=O$ dari aldehida dan seluruh fragmen pemecahan ion identik pada struktur sinamaldehida.



Analisis lebih lanjut digunakan spektrofotometer infra merah dari senyawa hasil isolasi (sinamaldehida). Pada spektra IR (Gambar 4.4) dari sinamaldehida tersebut terdapat serapan pada bilangan gelombang $1678,0 \text{ cm}^{-1}$ dari gugus karbonil terkonjugasi yang diperkuat dengan adanya dua serapan kembar pada $2742,6 \text{ cm}^{-1}$ dan $2815,9 \text{ cm}^{-1}$ yang khas untuk adsorpsi $\text{C}_{\text{sp}}^2\text{-H}$ pada gugus karbonil aldehida. Ikatan rangkap dua ($\text{C}=\text{C}$) ditunjukkan oleh serapan pada 1624 cm^{-1} dan pita – pita lain yang berada antara $3100 - 3000 \text{ cm}^{-1}$ berasal dari serapan $=\text{C}_{\text{sp}}^2\text{-H}$ dari senyawa aromatis dan alifatis. Selain itu, serapan kuat pada $748,3 \text{ cm}^{-1}$ dan $690,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bahwa senyawa aromatis tersebut merupakan senyawa aromatis monosubstitusi (5 H berdampingan). Jadi dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi mempunyai gugus karbonil aldehida, ikatan rangkap dua pada senyawa aromatis dan alifatis dan cincin benzena monosubstitusi.



Gambar 4.4 Spektra Infra Merah sinamaldehida

4.2 Sintesis Kaliks[4]Resorsinarena

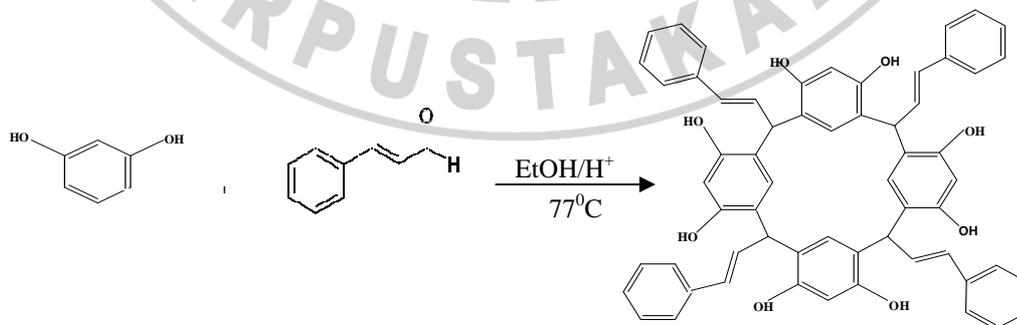
4.2.1 Sintesis C-Sinamal Kaliks[4]Resorsinarena (CSK4R)

Sinamaldehida yang telah diisolasi dari minyak kayu manis tersebut dijadikan bahan baku dalam sintesis C-Sinamal Kaliks[4]resorsinarena (CSK4R). CSK4R disintesis dengan menggunakan pelarut etanol 95% dan asam Bronsted (HCl) sebagai katalis. CSK4R berupa padatan berwarna merah yang dihasilkan dari reaksi antara resorsinol dan sinamaldehida pada suhu 77°C yang dilakukan dengan variasi waktu selama 20 jam, 24 jam dan 30 jam (Gambar 4.5). Persentase hasil sintesis C-Sinamal Kaliks[4]resorsinarena ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Persentase hasil sintesis CSK4R

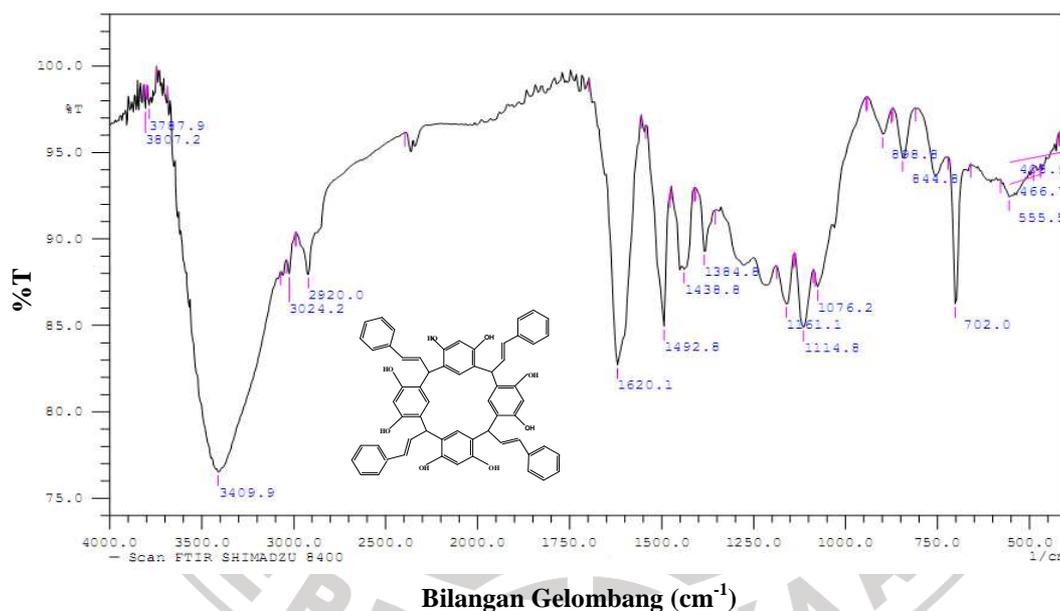
No	Suhu Reaksi	Waktu reaksi	Persentase hasil
1	77°C	20 jam	69,42%
2	77°C	24 jam	75,08%
3	77°C	30 jam	71,23%

Pada Tabel 4.1 di atas menunjukkan bahwa waktu reaksi optimum dalam sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena adalah 24 jam.



Gambar 4.5 Skema reaksi sintesis CSK4R

Spektra analisis IR untuk CSK4R (Gambar 4.6) menunjukkan rentangan OH sebagai pita lebar kuat pada $3409,9 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu tidak terdapat atau hilangnya spektrum regangan karbonil (C=O) pada daerah $1678,0 \text{ cm}^{-1}$ dan hilangnya serapan yang khas untuk aldehida (serapan kembar pada daerah sekitar $2742,6 \text{ cm}^{-1}$ dan $2815,9 \text{ cm}^{-1}$) yang berasal dari sinamaldehida. Pita-pita lain yang muncul dalam spektrum IR adalah $1620,1$ (regang C=C aromatis), $702,0 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan masih adanya ikatan C rangkap dua yang seluruhnya sesuai dengan struktur CSK4R.



Bilangan Gelombang (cm^{-1})
Gambar 4.6 Spektra IR CSK4R

CSK4R memiliki kelarutan yang sangat kecil sekali dan hampir tidak larut dalam banyak pelarut yang telah dicoba, seperti NaOH, etanol, metanol, DMSO, asetonitril, kloroform, diklorometana, n-heksana, NaOH, etil asetat dan aseton .

Hal inilah yang menjadi kesulitan di dalam analisis menggunakan spektrometer ^1H NMR sehingga sinyal – sinyal yang ditampilkan pun tidak dapat teridentifikasi. Dengan demikian, diperlukan pelarut yang tepat atau dilakukan suatu cara sehingga mampu meningkatkan kelarutannya dalam suatu pelarut.

4.2.2 Sintesis C-Vanilin Kaliks[4]Resorsinarena (CVK4R)

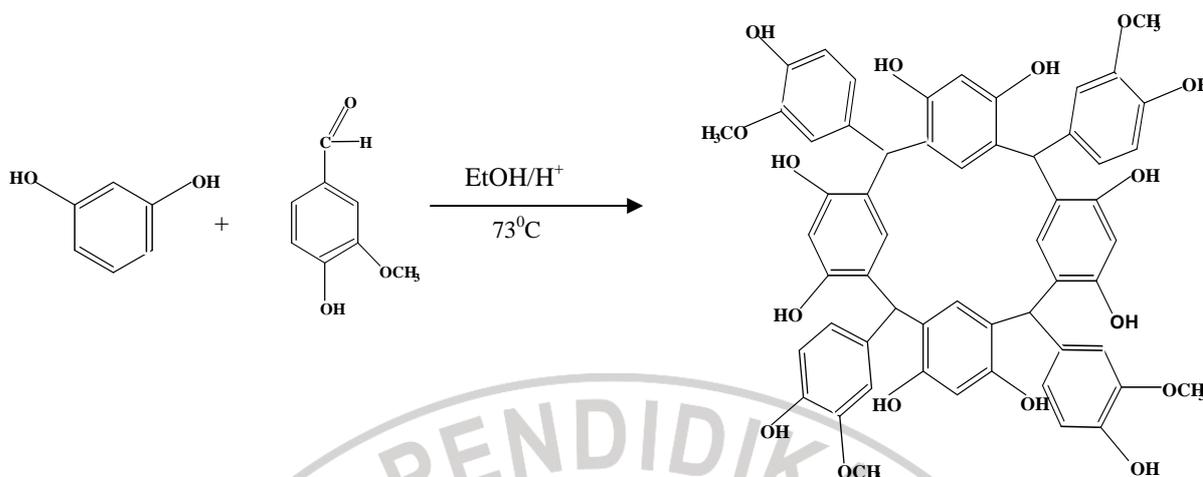
C-Vanilin Kaliks[4]Resorsinarena (CVK4R) dihasilkan dari reaksi antara resorsinol dan vanilin (4-hidroksi-3-metoksi benzaldehida) dalam suasana asam. Hasil dari reaksi tersebut berupa padatan berwarna merah muda yang langsung terpisah dari campuran reaksi karena tidak larut dalam pelarut yang digunakan (etanol) (Gambar 4.7). Persentase hasil CVK4R yang diperoleh dengan variasi waktu reaksi selama 20 jam, 24 jam dan 30 jam ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.2 Persentase hasil sintesis CVK4R

No	Suhu Reaksi	Waktu reaksi	Persentase hasil
1	73 ⁰ C	20 jam	97,25%
2	73 ⁰ C	24 jam	96,93%
3	73 ⁰ C	30 jam	94,24%

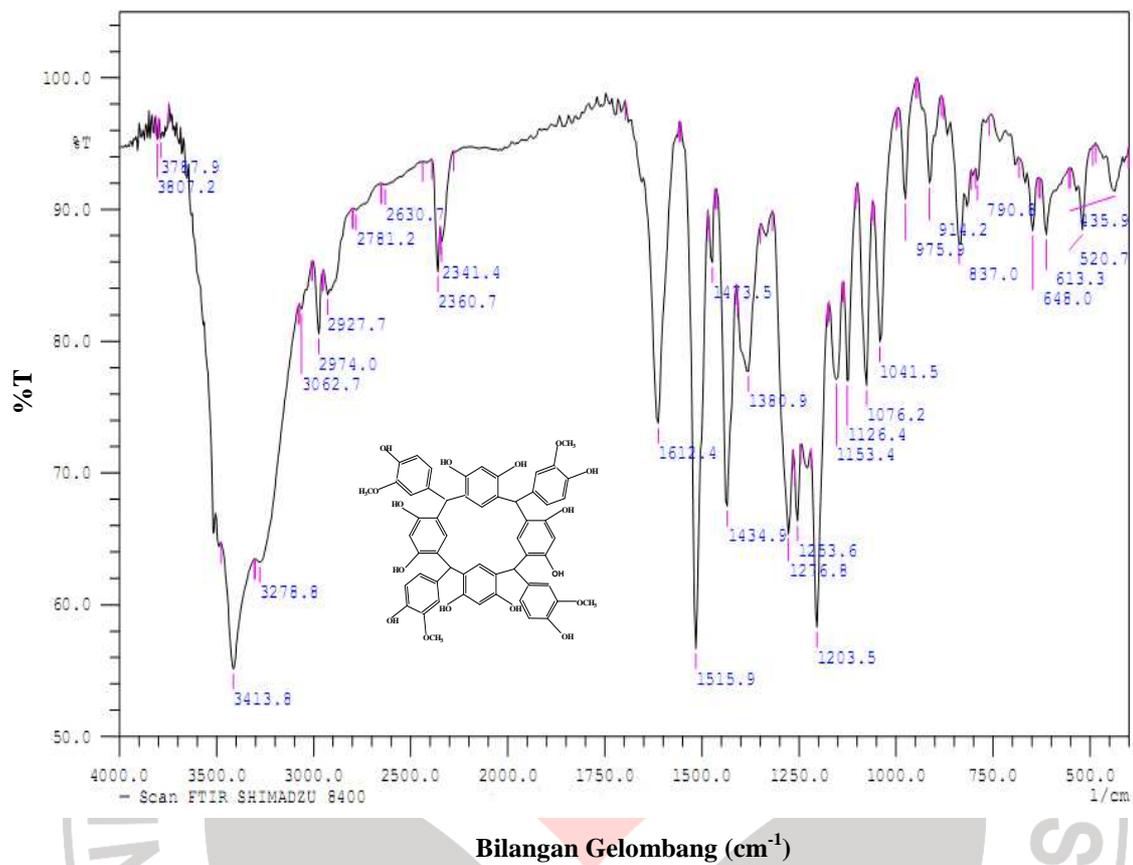
Pada Tabel 4.1 di atas menunjukkan bahwa waktu reaksi optimum dalam sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena adalah 20 jam.

Produk yang dihasilkan (CVK4R) tidak larut dalam air dan etanol serta beberapa pelarut organik seperti aseton, kloroform, dietil eter, diklorometana, n-heksana dan etil asetat. Tetapi larut dalam NaOH, aseton-air (1:1) dan dimetilsulfoksida (DMSO).



Gambar 4.7 Skema reaksi sintesis CVK4R

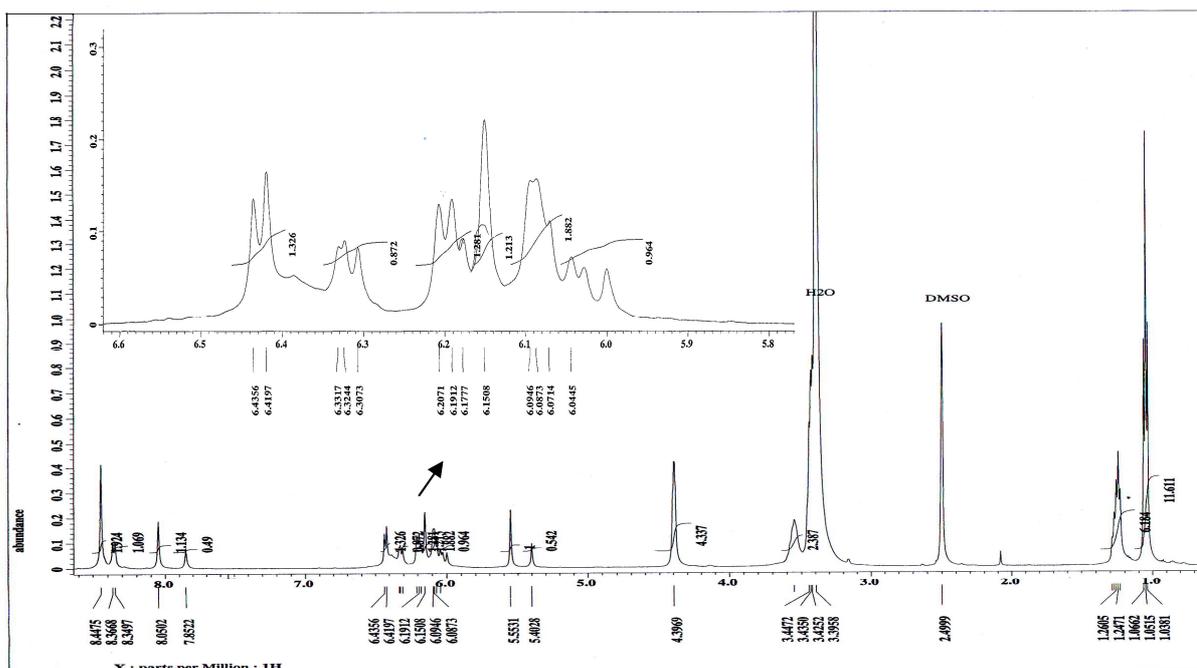
Spektra analisis IR untuk CVK4R (Gambar 4.8) menunjukkan rentangan OH sebagai pita lebar kuat pada $3413,8 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu tidak terdapat spektrum regangan karbonil ($\text{C}=\text{O}$) pada daerah sekitar $1900 - 1650 \text{ cm}^{-1}$ dan tidak adanya serapan yang khas untuk aldehida (serapan kembar pada daerah sekitar 2741 cm^{-1} dan 2806 cm^{-1}) yang berasal dari vanilin. Pita-pita lain yang muncul dalam spektrum IR adalah $1612,4 \text{ cm}^{-1}$ dan $1515,9 \text{ cm}^{-1}$ (regang $\text{C}=\text{C}$ aromatis), $1203,5$ ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$), $1380,9 \text{ cm}^{-1}$ (CH_3) yang seluruhnya sesuai dengan struktur CVK4R.



Gambar 4.8 Spektra IR CVK4R

Selanjutnya dilakukan analisis spektrometer ^1H NMR untuk lebih memperkuat struktur dari CVK4R tersebut. Spektra ^1H NMR untuk CVK4R ditunjukkan pada Gambar 4.9.

Intensitas



Gambar 4.9 Spektra ^1NMR CVK4R (DMSO, 500 MHz)

Spektra ^1H NMR CVK4R (Gambar 4.9) menampilkan puncak-puncak pada δ 4,39 yang berasal dari gugus metoksi (3H), δ 5,55 – 5,40 berasal dari CH metin (1H), δ 6,43 – 6,08 berasal dari cincin aromatis (5H) dan δ 8,44 – 7,85 yang berasal dari gugus hidroksil (3H). Berdasarkan integrasi terhadap puncak – puncak tersebut maka diperoleh perbandingan jumlah proton yang sesuai dengan perkiraan senyawa CVK4R yang diharapkan, yaitu 3 : 1 : 5 : 3 (proton dari OH : proton dari CH metin : proton dari aril : proton dari metoksi). Senyawa yang dihasilkan memiliki dua konformasi yaitu C_{4v} (*crown* atau *cone*) dan C_{2v} (*chair* atau *partial cone*) dengan perbandingan berturut – turut sebesar 2 : 1. Hal ini teridentifikasi munculnya dua puncak singlet pada δ 5,55 dan 5,40 yang merujuk kepada spektra model C-Fenil kaliks[4]resorsinarena dari Tunstad dkk (1998) secara berturut – turut sebagai puncak untuk konformasi C_{4v} dan C_{2v} . Sinyal – sinyal lain yang muncul pada δ 3,44 – 3,39 dan 2,49 berasal dari pelarut (DMSO dan H_2O) sedangkan sinyal – sinyal medan atas muncul pada δ 1,06 – 1,03 berupa

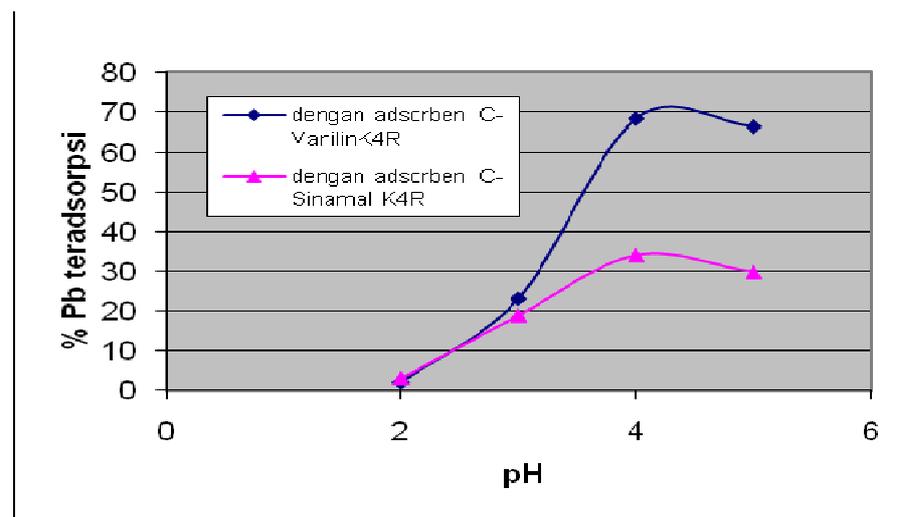
puncak triplet (dari CH_3) dan δ 1,28 – 1,23 berupa puncak kuartet (dari CH_2) berasal etanol yang terperangkap dalam molekul C-Vanilin K4R (CVK4R).

4.3 Adsorpsi Kation Logam Pb(II) oleh CVK4R dan CSK4R

4.3.1 Pengaruh Tingkat Keasaman (pH)

Percobaan adsorpsi dilakukan dengan sistem *Batch* menggunakan 0,0600 gram untuk masing-masing adsorben (CVK4R dan CSK4R) dan 10 mL larutan logam Pb(II) dengan konsentrasi 10 ppm. Larutan logam Pb dibuat dengan pengenceran larutan standar timbal nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) 500 ppm. Pengaturan keasaman dilakukan dengan penambahan larutan NaOH 0,1 M dan larutan HCl 0,1 M. NaOH dipilih karena memiliki ukuran kation logam yang relatif sangat kecil sehingga diharapkan dapat meminimalkan persaingan dengan kation logam adsorbat (Pb^{2+}). Percobaan dilakukan pada daerah pH 2 sampai pH 5. Setelah dikocok dengan menggunakan *shaker* selama 3 jam pada temperatur ruangan, adsorben dipisahkan melalui peyaringan dan filtrat yang diperoleh ditentukan konsentrasinya dengan AAS.

Gambar 4.10 ditampilkan hasil percobaan adsorpsi Pb(II) pada variasi kondisi pH tertentu yang telah dikurangi dengan dengan hasil percobaan kontrol (blanko) sebagai koreksi terjadinya pengendapan pada percobaan adsorpsi, terutama pada pH yang tinggi.



Gambar 4.10 Pengaruh tingkat keasaman (pH) pada adsorpsi Pb(II) oleh adsorben CVK4R dan CSK4R

Pada gambar 4.10 tersebut menunjukkan bahwa persentase adsorpsi Pb(II) oleh kedua adsorben tersebut rendah pada tingkat keasaman tinggi (pH rendah) dan akan semakin meningkat seiring dengan dengan tingkat keasaman yang semakin menurun (pH rendah) hingga tingkat keasaman tertentu. Pola grafik persentase adsorpsi Pb(II) oleh kedua adsorben memiliki kecenderungan yang sama, yaitu pada pH rendah (pH 2) terjadi adsorpsi logam Pb(II) yang paling kecil dan sekitar pH 4 terjadi adsorpsi logam Pb(II) paling besar. Pada gambar 4.8 dapat dilihat pula bahwa setelah pH 4 kembali terjadi penurunan adsorpsi logam Pb(II). Hal ini menunjukkan bahwa hanya pada daerah pH tertentu yang akan menghasilkan adsorpsi logam Pb(II) secara optimum. Dengan demikian, pH sekitar 4 merupakan pH yang optimum dalam adsorpsi logam Pb(II) dengan menggunakan CVK4R dan CSK4R.

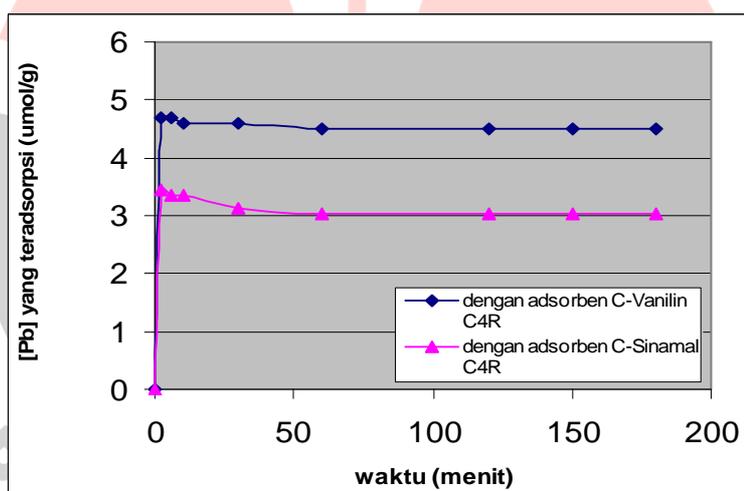
Persentase adsorpsi logam Pb(II) oleh adsorben CVK4R dan CSK4R mencapai nilai yang paling besar pada pH sekitar 4, yaitu secara berurutan

67,41% dan 33,71%. Dengan demikian persentase adsorpsi logam Pb(II) dengan menggunakan adsorben CVK4R jauh lebih besar dibandingkan dengan menggunakan adsorben CSK4R. Hal ini disebabkan interaksi antara adsorben dan Pb(II) diperkirakan melibatkan interaksi antara orbital kosong pada Pb(II) dengan pasangan elektron bebas dari oksigen dan awan elektron π cincin aromatis. Pada CVK4R terdapat lebih banyak gugus hidroksil dan metoksi yang berasal dari vanilin sehingga akan menjadi donor elektron yang lebih banyak dibandingkan dengan CSK4R yang hanya dibantu oleh awan elektron π dari ikatan karbon rangkap dua (C=C) yang berasal dari sinamaldehyda.

Data hasil penelitian menunjukkan bahwa tingkat keasaman (pH) merupakan salah satu faktor yang sangat penting dalam adsorpsi karena perubahan tingkat keasaman larutan logam dapat menyebabkan perubahan muatan dari permukaan adsorben maupun perubahan spesies ion logam. Pada tingkat keasaman yang tinggi (pH rendah), jumlah ion H^+ sangat melimpah sehingga dapat menyebabkan sebagian besar pasangan elektron bebas pada oksigen akan berikatan dengan H^+ . Hal ini dapat menyebabkan terjadinya tolakan elektrostatis antara adsorben dan adsorbat yang sama – sama bermuatan positif. Akan tetapi, tingkat keasaman yang terlalu rendah (pH tinggi) akan menyebabkan persentase logam yang terserap akan semakin berkurang karena akan terjadinya pengendapan logam. Dengan demikian penentuan pH optimum dalam adsorpsi logam sangat perlu diperhatikan agar adsorpsi logam oleh adsorben tidak terganggu dan akan dicapai hasil yang maksimum.

4.3.2 Pengaruh Waktu Interaksi

Percobaan untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap adsorpsi logam Pb(II) dilakukan pada nilai pH optimum (sekitar pH 4) dan variasi waktu yang digunakan dari 2 menit sampai 180 menit. Waktu interaksi yang diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi digunakan untuk mengetahui laju adsorpsi. Semakin singkat waktu yang diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi maka semakin tinggi laju adsorpsinya. Kesetimbangan adsorpsi dicapai apabila penambahan waktu interaksi tidak lagi menambah jumlah logam yang teradsorpsi pada adsorben.



Gambar 4.11 Pengaruh waktu interaksi terhadap adsorpsi logam Pb(II)

Grafik pada Gambar 4.11 menunjukkan pengaruh waktu interaksi terhadap adsorpsi logam Pb(II) oleh adsorben CVK4R dan CSK4R. Dari data tersebut diperoleh bahwa adsorpsi logam Pb(II) berlangsung sangat cepat pada menit – menit awal interaksi sampai dengan 30 menit pertama dan adsorpsi hanya

sedikit berubah hingga akhirnya penambahan waktu tidak mempengaruhi lagi jumlah logam Pb(II) yang teradsorpsi oleh adsorben.

Grafik di atas memperlihatkan kecenderungan yang hampir sama antara adsorben CVK4R dengan CSK4R dalam adsorpsi logam Pb(II). Pada 2 menit pertama waktu interaksi terjadi adsorpsi logam Pb(II) sebesar 4,7017 $\mu\text{mol/g}$ (91,84%) dengan menggunakan adsorben CVK4R sedangkan sebanyak 3,4474 $\mu\text{mol/g}$ (67,34%) dapat teradsorpsi oleh CSK4R pada 2 menit pertama juga. Dengan demikian waktu interaksi optimum ditetapkan pada saat terjadi penyerapan paling tinggi, yaitu ketika reaksi telah berlangsung selama 2 menit.

Dari data hasil penelitian tersebut dapat dilihat bahwa jumlah adsorbat yang teradsorpsi berbanding lurus dengan banyaknya posisi aktif pada adsorben yang belum berikatan dengan adsorbat. Makin banyak posisi aktif pada adsorben yang masih kosong maka akan semakin mudah pula terjadi adsorpsi dan sebaliknya bila posisi aktif adsorben sudah banyak yang berikatan dengan adsorbat maka makin sulit untuk terjadi adsorpsi hingga pada akhirnya tidak ada lagi adsorbat yang dapat diserap oleh adsorben. Akan tetapi, grafik pada Gambar 4.11 mengalami sedikit penurunan sampai akhirnya konstan setelah dicapai suatu batas maksimum dalam adsorpsi logam Pb(II). Hal ini bisa terjadi akibat berkurangnya kemampuan adsorben untuk berikatan lagi dengan logam Pb(II) sehingga ikatan yang terjadi akan semakin lemah dan memungkinkan ada logam Pb(II) yang kembali terlepas dari ikatan pada adsorben.

Untuk mempelajari kinetika adsorpsi yang berlangsung, data adsorpsi pada berbagai waktu interaksi diolah dengan menggunakan beberapa model kinetika.

Model kinetika yang digunakan adalah model kinetika pseudo orde satu dan pseudo orde dua. Istilah pseudo orde satu dan dua ini diperkenalkan sejak 1998 untuk membedakannya dari persamaan kinetika yang diturunkan berdasarkan konsentrasi adsorbat dalam larutan (Ho, 2004).

Model kinetika pseudo orde satu (Lagergren) dirumuskan :

$$\text{Log}(q_e - q) = \text{log } q_e - \left(\frac{k}{2,303} \right) t, \text{ } q_e \text{ dan } q \text{ (keduanya dalam } \mu\text{mol/g) adalah jumlah}$$

kation logam yang teradsorpsi pada kesetimbangan dan jumlah kation logam yang teradsorpsi pada waktu t (menit), sedangkan k adalah konstanta laju adsorpsi.

Melalui pengaluran data \log data $\log(q_e - q)$ terhadap t dapat diketahui kesesuaian data terhadap model kinetika, yaitu dari nilai korelasi (R^2), sedangkan nilai k diperoleh dari kemiringan (*slope*) grafik yang diperoleh. Sementara itu, persamaan

$$\text{pseudo orde dua dirumuskan : } \frac{t}{q} = \frac{1}{2.k.q_e^2} + \frac{1}{q_e} t. \text{ Dari persamaan tersebut nilai}$$

q_e dan k dapat dihitung dari kemiringan dan perpotongan (*intercept*) dari pengaluran t/q terhadap t (Lampiran 7)

Dari pengaluran data terhadap kedua persamaan model kinetika tersebut. model pseudo orde dua menampilkan nilai $R^2=1$ dengan menggunakan kedua adsorben (CVK4R dan CSK4R). Pada Tabel 4.2 ditunjukkan persamaan linear untuk masing-masing persamaan model kinetika dan nilai korelasinya (R^2).

Tabel 4.3 Hasil Pengaluran Linear terhadap persamaan model kinetika

Adsorbat	Adsorben	Persamaan model kinetika			
		Pseudo Orde satu	R ²	Pseudo orde dua	R ²
Pb(II)	CVK4R	y= 0,0009x - 0,3289	0,6552	y= 0,223 x + 0,0636	1
Pb(II)	CSK4R	y= 0,0005x-0,2553	0,6555	y= 0,3314x + 0,2099	1

Berdasarkan data tersebut dapat disimpulkan bahwa adsorpsi kation logam berat Pb(II) oleh adsorben CVK4R dan CSK4R berlangsung mengikuti model kinetika pseudo orde kedua. Dengan demikian, laju reaksi berbanding lurus dengan kuadrat dari dari posisi aktif pada adsorben yang belum digunakan untuk berinteraksi dengan adsorbat, oleh karena itu adsorpsi berlangsung sebagian besar pada saat awal interaksi (posisi aktif adsorben yang masih kosong terdapat dalam jumlah yang banyak).

Nilai konstanta laju adsorpsi (k) dan kapasitas adsorpsi pada kesetimbangan (q_e) yang dihitung dari nilai kemiringan dan perpotongan pengaluran linear model kinetika pseudo orde dua ditampilkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Nilai q_e dan k Model Kinetika Pseudo Orde Dua

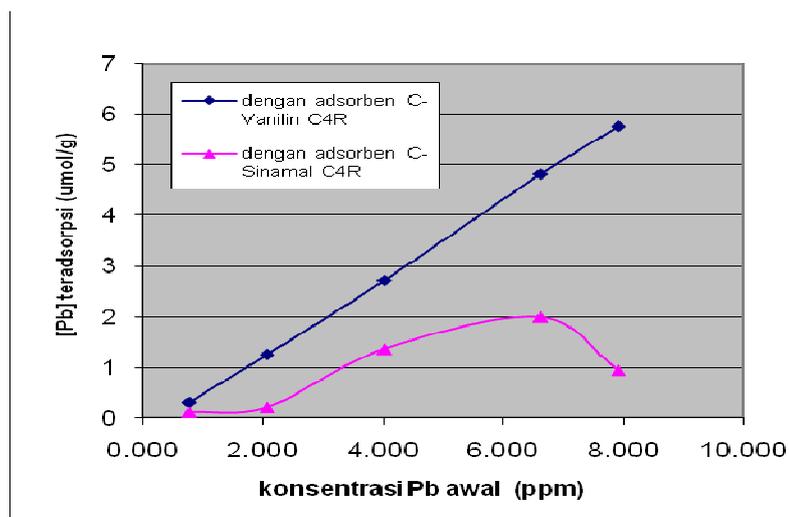
Adsorbat	Adsorben	Kemiringan	Perpotongan	q _e perhitungan (μmol/g)	q _e percobaan (μmol/g)	k (g μmol ⁻¹ menit ⁻¹)
Pb(II)	CVK4R	0,223	0,0636	4,4843	4,7017	0,391
Pb(II)	CSK4R	0,3314	0,2099	3,0211	3,4474	0,261

Nilai q_e hasil perhitungan dan percobaan pada interaksi antara Pb(II) dengan adsorben CVK4R menunjukkan nilai yang lebih tinggi dibandingkan

dengan interaksi Pb(II) dengan adsorben CSK4R. Hal ini menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi CVK4R lebih besar dibandingkan CSK4R karena CVK4R memiliki gugus pendonor elektron yang lebih banyak dibandingkan CSK4R sehingga tersedia banyak posisi aktif yang dapat diisi oleh adsorbat (logam Pb(II)). Disamping itu, nilai k untuk adsorpsi Pb(II) dengan menggunakan adsorben CVK4R lebih tinggi dibandingkan bila menggunakan adsorben CSK4R. Hal ini menunjukkan bahwa adsorpsi Pb(II) oleh CVK4R lebih cepat dibandingkan oleh CSK4R karena semakin banyaknya posisi aktif adsorben yang tersedia maka akan semakin mudah pula terjadi adsorpsi sehingga laju reaksinya akan semakin cepat. Dari fakta tersebut dapat disimpulkan bahwa adsorpsi logam Pb(II) lebih efektif dengan menggunakan adsorben CVK4R dibandingkan dengan CSK4R karena adsorben CVK4R memiliki nilai kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi sehingga mampu menyerap kation logam Pb^{2+} lebih banyak. Selain itu adsorben CVK4R memiliki konstanta laju adsorpsi yang lebih tinggi sehingga memiliki laju adsorpsi yang lebih tinggi pula dibandingkan dengan adsorben CSK4R.

4.3.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan Logam Pb(II)

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi larutan logam Pb(II) terhadap adsorpsi maka dilakukan beberapa percobaan dengan konsentrasi larutan logam Pb(II) yang bervariasi. Gambar 4.12 menunjukkan grafik adsorpsi Pb(II) oleh kedua adsorben (CVK4R dan CSK4R) dengan konsentrasi logam Pb(II) yang bervariasi.



Gambar 4.12 Pengaruh konsentrasi larutan logam dalam adsorpsi Pb(II)

Grafik pada Gambar 4.12 menunjukkan kecenderungan adsorpsi Pb(II) dengan menggunakan adsorben CVK4R maupun CSK4R. Dengan meningkatnya konsentrasi larutan logam Pb(II) maka akan semakin banyak pula adsorbat yang tersedia dan peluang adanya interaksi dengan adsorben akan semakin tinggi. Jumlah adsorbat yang teradsorpsi berbanding lurus dengan dengan banyaknya posisi aktif pada adsorben yang belum berikatan dengan adsorbat. Meskipun demikian, adsorben memiliki kapasitas maksimum dalam mengadsorpsi adsorbat sehingga pada saat posisi aktif adsorben telah berinteraksi dengan adsorbat seluruhnya maka penambahan konsentrasi logam tidak dapat lagi diadsorpsi oleh adsorben. Berdasarkan grafik pada Gambar 4.12 dapat disimpulkan bahwa kemampuan adsorpsi CVK4R lebih baik dibandingkan dengan CSK4R. Hal ini ditunjukkan dengan jumlah logam Pb(II) yang teradsorpsi oleh CVK4R lebih banyak dibandingkan oleh CSK4R. Selain itu, kapasitas adsorpsi CVK4R lebih

tinggi dibandingkan dengan CSK4R, yang ditunjukkan dari kecenderungan grafik kedua adsorben tersebut pada Gambar 4.12.

Distribusi kation logam berat pada saat kesetimbangan dalam adsorben dan larutan sangat penting untuk menentukan kapasitas adsorpsi maksimum. Beberapa model isoterm dapat digunakan untuk mendeskripsikan distribusi adsorpsi pada saat kesetimbangan. Model isoterm Freundlich dan Langmuir merupakan model isoterm yang sering digunakan untuk memahami sistem adsorpsi. Bentuk linear dari persamaan isoterm Freundlich adalah:

$$\log q_e = \log k + 1/n \log C_e$$

Bentuk linear persamaan isoterm Langmuir adalah

$$1/q_e = 1/(k \cdot q_0 \cdot C_e) + 1/q_0$$

Dimana q_e adalah jumlah logam yang teradsorpsi pada kesetimbangan ($\mu\text{mol/g}$), q_0 ($\mu\text{mol/g}$) adalah kapasitas adsorpsi maksimum, C_e ($\mu\text{mol/L}$) adalah konsentrasi larutan logam dalam kesetimbangan dan k adalah konstanta kesetimbangan adsorpsi. Hasil pengaluran linear $\log q_e$ terhadap $\log C_e$ (model Freundlich) dan $1/q_e$ terhadap $1/C_e$ (model Langmuir) dan persamaan serta korelasi (R^2) dari kedua persamaan tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Hasil pengaluran linear terhadap persamaan isoterm Freundlich dan Langmuir

Adsorbat	Adsorben	Freundlich		Langmuir	
		Persamaan Linear	R^2	Persamaan Linear	R^2
Pb(II)	CVK4R	$y = 4,3689x + 7,0739$	0,9559	$y = 0,1182x - 3,3879$	0,9110
Pb(II)	CSK4R	$y = 1,1615x + 0,8385$	0,6629	$y = 0,3194x - 0,5186$	0,9018

Dari Tabel 4.5 di atas menunjukkan bahwa pada umumnya adsorpsi yang berlangsung mempunyai nilai korelasi (R^2) yang cukup tinggi, baik pada

persamaan isoterm Freundlich maupun Langmuir sehingga kedua model persamaan ini dapat digunakan untuk memahami sistem adsorpsi Pb(II) oleh adsorben CSK4R dan CVK4R. Berdasarkan nilai R^2 yang diperoleh, bentuk linear isoterm Freundlich lebih sesuai untuk interaksi antara Pb(II) dengan adsorben CVK4R, sedangkan adsorpsi Pb(II) oleh adsorben CSK4R lebih cenderung mengikuti persamaan isoterm Langmuir.

Akan tetapi, nilai perpotongan grafik pada persamaan langmuir yang negatif, tidak memungkinkan untuk ditafsirkan, sehingga hanya persamaan Freundlich yang digunakan. Hasil perhitungan parameter linear isoterm Freundlich ditampilkan pada Tabel 4.6. Tabel tersebut menampilkan nilai n yang merupakan ukuran intensitas atau afinitas adsorbat terhadap adsorben dan nilai k yang merupakan konstanta kesetimbangan adsorpsi yang berhubungan dengan kapasitas adsorpsi. Nilai n dan k diperoleh dari kemiringan (*slope*) dan perpotongan (*intercept*) dari grafik pengaluran linear $\log q_e$ terhadap $\log C_e$.

Tabel 4.6 Parameter linear isoterm Freundlich

Adsorbat	Adsorben	n	k
Pb(II)	CVK4R	0,228	$1,18 \times 10^7$
Pb(II)	CSK4R	0,861	6,894

Berdasarkan nilai n , interaksi Pb(II) dengan adsorben CSK4R mempunyai intensitas atau afinitas yang lebih baik dibandingkan interaksi Pb(II) dengan adsorben CVK4R. Sedangkan nilai k menunjukkan bahwa interaksi Pb(II) dengan adsorben CVK4R mempunyai kapasitas adsorpsi paling tinggi.