

**PENGARUH VARIASI MASSA BIOCHAR DARI TANDAN KOSONG KELAPA
SAWIT TERHADAP KARAKTERISTIK NANOKOMPOSIT BIOCHAR
MAGNETIT SEBAGAI ADSORPSI *RHODAMIN B***

SKRIPSI



MARTALI ULI PASARIBU

F1C121046

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS JAMBI**

2025

**PENGARUH VARIASI MASSA BIOCHAR DARI TANDAN KOSONG KELAPA
SAWIT TERHADAP KARAKTERISTIK NANOKOMPOSIT BIOCHAR
MAGNETIT SEBAGAI ADSORPSI *RHODAMIN B***

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat dalam memperoleh Gelar Sarjana pada Program
Studi Kimia



MARTALI ULI PASARIBU F1C121046

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS
JAMBI**

2025

SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar karya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang telah lazim.

Tanda tangan yang tertera dalam halaman pengesahan adalah asli. Jika tidak asli, saya siap menerima sanksi sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Jambi, 01 Juli 2025

Yang Menyatakan



Martani Ul Pasaribu

NIM. F1C121046

HALAMAN PENGESAHAN

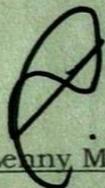
Skripsi dengan judul **PENGARUH VARIASI MASSA BIOCHAR DARI TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT TERHADAP KARAKTERISTIK NANOKOMPOSIT BIOCHAR MAGNETIT SEBAGAI ADSORBSI RHODAMIN B** yang disusun oleh **MARTALI ULI PASARIBU, NIM:F1C121046** telah dipertahankan di depan tim penguji pada 01 Juli 2025 dan dinyatakan lulus,

Susunan tim penguji :

Ketua : Dr. Ir. Lenny Marlinda, S.T., M.T
Sekretaris : Rahmi, S. Pd., M.Si.
Anggota : 1. Dr. Intan Lestari, S.Si., M.Si.
2. Ir. Edwin Permana S.T., M,T, IPM Asean Eng

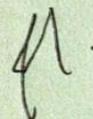
Disetujui,

Pembimbing I



Dr. Ir. Lenny Marlinda, S.T., M.T
NIP. 197907062008122002

Pembimbing II



Rahmi, S. Pd., M.Si.
NIP.199001232019032014

Diketahui,

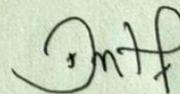
Dekan,

Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Jambi



Drs. Jefri Marzal, M, Sc., D.I.T.
NIP. 196806021993031004

Ketua Jurusan MIPA,
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Jambi



Dr. Intan Lestari, S.Si., M.Si.
NIP. 197409221999032002

RIWAYAT HIDUP



Martali Uli Pasaribu lahir pada tanggal 08 Februari 2003 di Kota Jambi, Provinsi Jambi. Penulis merupakan anak ketiga dari pasangan Benara Pasaribu dan Jermina Simanjutak. Nomor telepon yang dapat dihubungi adalah 085173280208. Penulis memulai pendidikan di SD Negeri 116 Kota Jambi pada tahun 2009. Pada tahun 2015, penulis melanjutkan pendidikan di SMP Negeri 22 Kota Jambi

dan berhasil menyelesaikannya pada tahun 2018. Di tahun yang sama, penulis melanjutkan ke pendidikan di SMA Negeri 12 Kota Jambi dengan jurusan MIPA dan lulus pada tahun 2021. Setelah menyelesaikan pendidikan menengah, penulis melanjutkan ke pendidikan Tinggi di Universitas Jambi pada tahun 2021 melalui jalur SBMPTN, terdaftar sebagai mahasiswa di Program Studi Kimia, Jurusan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Fakultas Sains dan Teknologi. Selama masa perkuliahan, penulis aktif berpartisipasi dalam organisasi, termasuk Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKI), serta mengikuti berbagai kegiatan perlombaan.

Pada tahun 2023, penulis berhasil lolos pendanaan Program Kreativitas Mahasiswa (PKM) yang diadakan oleh Kemendikbudristek di bidang riset eksakta, dengan topik inovatif mengenai material baru. Selanjutnya penulis berhasil mendapatkan pendanaan Program Pengabdian Mahasiswa Kepada Masyarakat (P2M2) 2023, di mana topik yang dikerjakan mengenai pengembangan teknologi biopori sebagai solusi teknologi biopori sebagai solusi teknologi yang ramah lingkungan. Pada tahun 2024, penulis melakukan magang di PT. Semen Padang dengan topik Evaluasi Pengaruh Kandungan Al_2O_3 Pada *Pozzolan* Terhadap Kuat Tekan Semen Tipe Pcc (*Portland Composite Cement*) 4z1 Di Laboratorium *Quality Control*, CCP Indarung Iv Pt. Semen

Padang, Selain itu penulis menjadi asisten laboratorium bidang Kimia Anorganik pada tahun 2024, dimana hal tersebut memperkuat kemampuan teknis dan akademiknya di bidang Kimia.

RINGKASAN

Penelitian ini berhasil mensintesis dan mengkarakterisasi biochar magnetit dari tandan kosong kelapa sawit dan Fe_3O_4 dari pasir besi Sungai Batang Hari sebagai adsorben *Rhodamin B*. Biochar diperoleh melalui karbonisasi pada $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam dan aktivasi KOH untuk meningkatkan porositas dan gugus fungsional. Dibanding karbon aktif, biochar memiliki struktur *amorf* dan luas permukaan sedang, namun lebih ramah lingkungan dan ekonomis. Fe_3O_4 disintesis secara ramah lingkungan dari pasir besi dengan menggunakan ekstrak kulit nanas sebagai *capping agent*, yang ditambahkan selama proses presipitasi untuk mengontrol pertumbuhan partikel dan mencegah aglomerasi. Selanjutnya, Fe_3O_4 dikompositkan dengan biochar melalui metode hidrotermal. Hasil FTIR menunjukkan adanya interaksi kimia antar komponen, sementara XRD mengonfirmasi kestabilan struktur kristal Fe_3O_4 meski intensitas menurun akibat pelapisan biochar. Karakterisasi VSM menunjukkan sifat *superparamagnetik*, dengan nilai M_s menurun seiring peningkatan rasio biochar. Uji adsorpsi *Rhodamin B* menunjukkan efisiensi tertinggi (85%) pada rasio 2:1 dengan massa adsorben 150–200 mg. Mekanisme adsorpsi melibatkan interaksi elektrostatik, ikatan hidrogen, π - π stacking, dan pertukaran ion. Rasio 3:1 masih efektif, tetapi menunjukkan kecenderungan saturasi dan aglomerasi. Secara keseluruhan, hasil ini menunjukkan potensi besar biochar magnetit sebagai adsorben yang efisien dan berkelanjutan.

SUMMARY

This study successfully synthesized and characterized magnetic biochar derived from oil palm empty fruit bunches and Fe_3O_4 obtained from iron sand of the Batang Hari River as an adsorbent for Rhodamine B. The biochar was produced through carbonization at 500 °C for 2 hours and activated using KOH to enhance porosity and functional groups. Compared to activated carbon, the biochar exhibits an amorphous structure and moderate surface area, while offering greater environmental and economic advantages. Fe_3O_4 was synthesized via a green synthesis approach using iron sand, with pineapple peel extract added during the precipitation process as a *capping agent* to stabilize particle growth and prevent agglomeration. The resulting Fe_3O_4 was then composited with biochar using a hydrothermal method. FTIR analysis revealed chemical interactions between components, while XRD confirmed the crystalline structure of Fe_3O_4 remained stable despite reduced intensity due to biochar coating. VSM analysis showed superparamagnetic properties, with saturation magnetization (Ms) decreasing as the biochar ratio increased. Adsorption tests for Rhodamine B indicated the highest efficiency (85%) at a 2:1 ratio with an adsorbent mass of 150–200 mg. The adsorption mechanism involved electrostatic interactions, hydrogen bonding, π - π stacking, and ion exchange. Although the 3:1 ratio remained effective, it exhibited signs of saturation and particle agglomeration. Overall, the results demonstrate that magnetic biochar has strong potential as an efficient and sustainable adsorbent.

PRAKATA

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa. Karena berkat kasih anugerah-Nya, serta penyertaan-Nya dalam setiap langkah, penulis diberikan kekuatan, hikmat, dan ketekunan hingga akhirnya dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Variasi Massa Biochar Dari Tandan Kosong Kelapa Sawit Terhadap Karakteristik *nanoComposite* Biochar Magnetit Sebagai Adsorpsi *Rhodamin B*”. Skripsi ini disusun berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan di Laboratorium Tugas Akhir Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Jambi. Namun, pelaksanaan dan penyusunan skripsi ini bukan semata-mata karena usaha keras dari penulis secara keseluruhan, melainkan banyak bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Sehingga penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

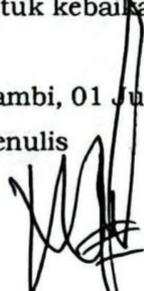
1. Drs. Jefri Marzal, M.Sc., D.I.T. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi yang telah memberikan izin untuk melaksanakan penelitian.
2. Ir. Bambang Hariyadi, M.Si., Ph.D. selaku Wakil Dekan Bidang Akademik, Kerjasama dan Sistem Informasi, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Jambi yang telah memberikan izin untuk melaksanakan penelitian.
3. Dr. Intan Lestari, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Jambi yang telah menyetujui lokasi pelaksanaan penelitian. Dan sekaligus sebagai penguji utama yang telah memberikan banyak masukan selama penelitian berlangsung.
4. Nurul Pratiwi, M.Si. selaku Koordinator Program Studi Kimia sekaligus dosen penguji anggota, yang telah memberikan arahan, masukan dan support selama penelitian berlangsung.
5. Dr. Ir. Lenny Marlinda, S.T., M.T. selaku Dosen Pembimbing 1 yang telah memberikan bimbingan, masukan dan motivasi kepada penulis sehingga penulis bisa menyelesaikan skripsi ini.
6. Rahmi, S.Pd., M.Si. selaku Dosen Pembimbing 2 yang telah bersedia melanjutkan peran pembimbing, serta telah memberikan bimbingan, arahan, dan masukan yang sangat berharga kepada penulis dalam penyusunan skripsi ini.
7. Restina Bemis, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing kedua yang telah memberikan bimbingan, masukan dan motivasi kepada penulis sehingga penulis bisa menyelesaikan skripsi ini.
8. Ir. Edwin Permana, ST., MT selaku penguji anggota yang sudah banyak memberikan penulis masukan selama penelitian berlangsung.

9. Orang tua tercinta, Bapak saya Benara Pasaribu dan mamak saya Jermina Simanjuntak yang selalu menjadi sumber kekuatan, doa, dan semangat bagi penulis. Terima kasih atas segala kasih sayang, pengorbanan, serta dukungan yang tak ternilai harganya, baik secara moral maupun material, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
10. Abang dan adik tercinta, Bang Taripar Pasaribu, Bang Dapit Pasaribu, dan Adik saya Juanda Pasaribu, yang selalu memberikan doa, semangat, serta dukungan moril yang tulus kepada penulis. Terima kasih atas kebersamaan, perhatian, dan motivasi yang senantiasa menguatkan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
11. Hotmaida Sari Nababan dan Maria Enjelica Butar-Butar sahabat tercinta yang telah menjadi bagian penting dalam perjalanan hidup penulis sejak kecil hingga saat ini.
12. Kepada sahabat-sahabat terbaik di masa perkuliahan, Reza, July, Rahul, Wahyu, Nora, vero, Welda, Tribuana, Reni, Eiren terima kasih atas kebersamaan, dukungan, dan semangat yang telah diberikan selama menempuh studi.
13. Kepada Daniel Baskara Putra, Terima kasih karena sudah menciptakan karya-karya yang sangat indah yang selalu menemani dan menjadi penguat bagi penulis setiap harinya.
14. Teman-teman Palladium yang selalu memberikan dukungan dan motivasi.
15. Semua pihak yang senantiasa membantu dan tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis berharap skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi yang membaca. Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam menyampaikan laporan magang ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk kebaikan laporan ini.

Jambi, 01 Juli 2025

Penulis



Martali Uli Pasaribu

NIM.F1C121046

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi dan Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Zat Warna <i>Rhodamin B</i> (RB).....	4
2.2 Adsorpsi	6
2.1 Biochar.....	9
2.2 Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)	11
2.3 Nanopartikel Besi (III) Oksida [Fe_3O_4].....	13
2.4 Karakterisasi	16
2.5 Penelitian Terdahulu.....	21
III. METODE PENELITIAN	24
3.1 Tempat dan waktu penelitian	24
3.2 Alat dan bahan	24
3.3 Prosedur percobaan	25
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	29
4.1 Sintesis Biochar.....	29
4.2 Sintesis Fe_3O_4	33
4.3 Sintesis Nanokomposit Biochar-magnetit Fe_3O_4	37
4.4 Karakterisasi	41
V. PENUTUP	80
5.1 Kesimpulan	80
5.2 Saran	80
DAFTAR PUSTAKA	87
LAMPIRAN	92

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur <i>Rhodamin B</i>	5
2. Adsorpsi Fisika dan Adsorpsi Kimia	7
3. Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS).	12
4. (a) ball and stick model dan (b) geometri tetrahedral dan octahedral untuk struktur invers spinel.	14
5. Kurva histerisis sifat superparamagnetit dan ferrimagnetit nanopartikel Fe_3O_4	15
6. Pembentukan sinar-X	17
7. Skema spektrofotometer UV-Vis	20
8. Absorpsi sinar UV-Vis	20

9. Prinsip Kerja VSM.	21
10. Alur sintesis Biochar	30
11. Hasil sintesis biochar	31
12. Ilustrasi Pembentukan Fe_3O_4	37
13. Hasil Sintesis Fe_3O_4	37
14. Ilustrasi Proses pembentukan Nanokomposit	42
15. Hasil sintesis Nanokomposit (a) 1:1, (b) 2:1, (c) 3:1	42
16. Spektrum FTIR Fe_3O_4	43
17. Spektrum FTIR Biochar	46
18. Spektrum FTIR Biochar Magnetit (a). 1:1, (b). 2:1, (c). 3:1	49
19. Pola difraktogram XRD Fe_3O_4	52
20. Pola XRD Biochar	55
21. Pola XRD Biochar Magnetit (a). 1:1, (b). 2:1, (c) 3:1	58
22. Kurva histeresis magnetit	61
23. Hasil SEM Fe_3O_4	63
24. Hasil Karakterisasi SEM Biochar	65
25. Hasil SEM a). 1:1, b). 2:1, dan c). 3:1 pada perbesaran 5000×	67
26. Spektrum UV-Vis Rhodamin B	70
27. Kurva kalibrasi	72
28. Larutan <i>Rhodamin B</i> pada berbagai konsentrasi 5,10,15,20 (ppm).....	74
29. Ilustrasi adsorpsi <i>Rhodamin B</i> oleh Nanokomposit biochar	77
30. Hasil adsorpsi <i>Rhodamin B</i> di berbagai variasi massa nanokomposit (a) 1:1, (b) 2:1, dan (c) 3:1.....	79

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Penelitian terdahulu	22
2. Hasil Kadar air Biochar	32
3. Hasil Kadar abu Biochar	33
4. Hasil skrining fitokimia ekstrak kulit nanas	35
5. Interpretasi spektrum FTIR Fe_3O_4	44
6. Interpretasi spektrum FTIR Biochar	46
7. Interpretasi spektrum FTIR Biochar Magnetit (1:1, 2:1, 3:1)	49
8. Data hasil karakterisasi XRD	53
9. Data hasil karakterisasi XRD Biochar	56
10. Data hasil karakterisasi XRD Nanokomposit Biochar Magnetit	60
11. Ukuran Partikel hasil analisa SEM	67
12. Data Hasil Adsorpsi <i>Rhodamin B</i>	76
13. perbandingan karakteristik fisikokimia dan kapasitas adsorpsi biochar, karbon aktif, Fe_3O_4 nanopartikel, dan nanokomposit biochar magnetik. ...	80

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Umum Penelitian	92
2. Skema Kerja	93
3. Perhitungan	99
4. Karakterisasi Material	101
5. Dokumentasi Penelitian.....	113

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pencemaran lingkungan perairan oleh zat pewarna sintetis merupakan permasalahan lingkungan yang semakin mengkhawatirkan secara global, seiring dengan meningkatnya aktivitas industri seperti tekstil, plastik, kertas, dan kosmetik (Kharisma Subagyo, 2021). Salah satu zat pewarna yang paling banyak digunakan adalah *Rhodamin B*, yaitu zat pewarna kationik *berfluoresensi* yang dikenal karena warnanya yang cerah, stabilitas kimia tinggi, serta biaya produksinya yang relatif rendah. Namun demikian, *Rhodamin B* bersifat toksik, *karsinogenik*, dan sulit terdegradasi secara alami, sehingga keberadaannya dalam air limbah menimbulkan ancaman serius terhadap kesehatan manusia dan keseimbangan ekosistem perairan. Sifat kimia yang kompleks dan kestabilan struktur molekul *Rhodamin B* membuatnya sulit dihilangkan secara efektif menggunakan metode konvensional, seperti *koagulasi-flokulasi* atau proses biologis (Inyinbor *et al.*, 2016). Oleh karena itu, diperlukan pendekatan alternatif yang lebih efisien, berkelanjutan, dan mudah diterapkan. Salah satu metode yang menjanjikan adalah adsorpsi, yang dinilai unggul dalam hal efisiensi, kesederhanaan, dan biaya operasional rendah,

Seiring dengan kebutuhan akan teknologi adsorpsi yang efektif, penting pula untuk mempertimbangkan ketersediaan bahan baku lokal yang berpotensi dikembangkan sebagai material adsorben. Di Indonesia, khususnya Provinsi Jambi, aktivitas perkebunan kelapa sawit menghasilkan limbah biomassa dalam jumlah besar, salah satunya adalah tandan kosong kelapa sawit (TKKS). Menurut Badan Pusat Statistik (BPS) Provinsi Jambi (2024), pada tahun 2023 luas area perkebunan sawit di Jambi mencapai hampir 1,2 juta hektar dengan produksi lebih dari 2,7 juta ton minyak kelapa sawit (CPO). Jumlah usaha pertanian perorangan yang mengusahakan kelapa sawit mencapai lebih dari 271 ribu unit, menjadikan sawit sebagai sumber pendapatan utama petani di Jambi (Badan Pusat Statistik Provinsi Jambi, 2024). Peningkatan produksi ini berbanding lurus terhadap jumlah limbah Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) yang dihasilkan. Limbah ini kerap menjadi permasalahan lingkungan akibat penumpukan, pembakaran terbuka, serta degradasi tidak terkontrol yang dapat menghasilkan emisi gas rumah kaca dan pencemaran tanah (Dewanti, 2018). Namun, dari sisi lain, TKKS menyimpan potensi besar sebagai bahan baku alternatif untuk produk bernilai tambah. Salah satu upaya pemanfaatan limbah TKKS yang selaras dengan prinsip ekonomi sirkular adalah konversinya menjadi biochar, yakni arang aktif yang dihasilkan melalui proses pirolisis. Pemanfaatan

ini tidak hanya dapat mengurangi volume limbah, tetapi juga mendukung strategi pengelolaan limbah berkelanjutan (Febriyanti *et al.*, 2019).

Biochar yang diperoleh melalui proses pirolisis TKKS memiliki karakteristik fisik dan kimia yang sangat mendukung sebagai adsorben, seperti luas permukaan yang besar, porositas tinggi, serta keberadaan gugus fungsi aktif pada permukaannya. Karakteristik ini memungkinkan biochar untuk mengikat molekul organik berbahaya seperti *Rhodamin B* melalui mekanisme interaksi fisik dan kimia (Savitri *et al.*, 2022). Keberadaan gugus fungsi aktif seperti hidroksil, karboksilat, dan karbonil pada permukaannya. Karakteristik ini memungkinkan biochar berinteraksi dengan polutan organik maupun anorganik melalui mekanisme adsorpsi fisik (*van der Waals*, pori kapiler) dan kimia (ikatan ionik, hidrogen, serta π - π *interaction*) (Tan *et al.*, 2015). Berbeda dengan karbon aktif, biochar umumnya memiliki struktur yang lebih *amorf* dan porositas yang lebih rendah, namun tetap efektif dalam aplikasi lingkungan karena dapat dimodifikasi atau diaktivasi lebih lanjut untuk meningkatkan kinerjanya. Selain itu, biochar lebih ramah lingkungan, ekonomis, dan dapat diproduksi dari limbah pertanian seperti tandan kosong kelapa sawit (TKKS), sehingga mendukung prinsip keberlanjutan dan ekonomi sirkular (Inyang *et al.*, 2016). Dengan demikian, pemanfaatan biochar dari TKKS tidak hanya menjadi solusi terhadap permasalahan limbah, tetapi juga sebagai pendekatan ramah lingkungan dalam remediasi air tercemar. Oleh karena itu, biochar dari TKKS menjadi kandidat kuat sebagai bahan dasar untuk pengembangan material adsorben canggih, terutama di daerah penghasil kelapa sawit seperti Jambi.

Namun, untuk meningkatkan efisiensi pemisahan dan penggunaan ulang biochar sebagai adsorben, diperlukan modifikasi lebih lanjut terhadap material tersebut. Salah satu strategi yang telah banyak diteliti adalah integrasi biochar dengan partikel magnetit, seperti Fe_3O_4 , guna membentuk nanokomposit biochar magnetit. Kombinasi ini memungkinkan proses pemisahan adsorben dari larutan limbah dilakukan secara cepat dan efisien menggunakan medan magnet eksternal, sehingga mengurangi biaya operasional dan potensi pencemaran sekunder. Selain kemampuannya sebagai pemisah magnetit, Fe_3O_4 juga diketahui memiliki kemampuan adsorptif terhadap berbagai kontaminan logam berat dan zat warna melalui interaksi permukaan dan muatan *elektrostatik*, sehingga berkontribusi dalam meningkatkan kapasitas adsorpsi nanokomposit (Yao *et al.*, 2019). Dalam proses sintesis Fe_3O_4 , penambahan ekstrak kulit nanas sebagai *capping agent* berperan penting dalam mengontrol pertumbuhan dan kestabilan ukuran partikel magnetit. Senyawa aktif yang terkandung dalam ekstrak kulit nanas, seperti fenol dan

flavonoid, dapat membentuk lapisan pelindung di sekitar permukaan partikel, mencegah aglomerasi, dan meningkatkan stabilitas dispersi magnetit selama proses sintesis.

Untuk memperoleh nanokomposit dengan distribusi partikel yang merata dan keterikatan yang kuat antara biochar dan Fe_3O_4 , digunakan metode hidrotermal. Proses ini dilakukan dengan memanaskan campuran reaktan dalam autoklaf pada suhu dan tekanan tinggi, sehingga mempercepat reaksi dan memungkinkan terbentuknya struktur nanokomposit yang homogen. Metode hidrotermal dikenal mampu menghasilkan material dengan kristalinitas tinggi, ukuran partikel seragam, dan ikatan antar fase yang kuat. Dalam konteks sintesis biochar magnetik, pendekatan ini mendorong terjadinya pelapisan partikel Fe_3O_4 ke permukaan biochar secara efisien, sehingga meningkatkan stabilitas dan kapasitas adsorpsi dari material akhir. Dengan memanfaatkan potensi biochar TKKS sebagai matriks karbon, Fe_3O_4 sebagai penguat magnetik dan aktif secara kimia, ekstrak kulit nanas sebagai agen ramah lingkungan, serta metode hidrotermal sebagai pendekatan sintesis yang terkontrol dan efisien, penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan material adsorben baru yang efektif, ekonomis, dan berkelanjutan untuk mengatasi pencemaran *Rhodamin B* di perairan.

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh variasi massa biochar dari TKKS terhadap karakteristik fisikokimia dan efisiensi adsorpsi nanokomposit biochar magnetit dalam menghilangkan *Rhodamin B* dari larutan air. Penelitian ini penting untuk mengoptimalkan proses sintesis dan memaksimalkan potensi adsorben berbasis biomassa lokal dalam skala yang lebih luas. Dengan memahami hubungan antara massa biochar dan kinerja komposit, diharapkan dapat dikembangkan teknologi adsorpsi yang lebih adaptif dan efisien, terutama untuk daerah-daerah penghasil limbah biomassa seperti Jambi. Dengan demikian, penelitian ini tidak hanya berkontribusi dalam pengembangan teknologi pengolahan air limbah yang ramah lingkungan, tetapi juga memberikan solusi terhadap permasalahan limbah pertanian yang belum tertangani secara optimal. Integrasi antara pemanfaatan limbah TKKS dan teknologi nanokomposit magnetit merupakan langkah strategis dalam mewujudkan inovasi berbasis sumber daya lokal untuk menghadapi tantangan lingkungan global.

1.2 Identifikasi dan Rumusan Masalah

Pencemaran limbah tekstil, khususnya yang mengandung zat warna sintesis seperti *Rhodamin B*, telah menjadi masalah serius dalam pencemaran lingkungan perairan. Zat warna ini dikenal persisten, sulit terurai secara alami, dan bersifat toksik bagi organisme akuatik. Pembuangan limbah pewarna ke sungai atau tanah tanpa pengolahan yang memadai dapat menyebabkan terganggunya ekosistem, merusak kualitas air, serta berdampak negatif terhadap kesehatan manusia. Salah satu pendekatan yang berkembang dalam mengatasi permasalahan ini adalah dengan menggunakan material adsorben

berbasis karbon yang dimodifikasi, seperti biochar magnetit. Biochar dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS), sebagai limbah pertanian yang melimpah di Provinsi Jambi, berpotensi dimanfaatkan sebagai adsorben karena memiliki struktur berpori dan stabil secara kimia.

Dengan memodifikasi biochar menggunakan Fe_3O_4 dalam bentuk serbuk, diperoleh biochar magnetit yang memiliki keunggulan dalam hal efisiensi adsorpsi dan kemudahan pemisahan menggunakan medan magnet. Kombinasi antara sifat karbon aktif dari biochar dan sifat magnetit dari Fe_3O_4 memungkinkan proses penyerapan *Rhodamin B* dari larutan lebih efektif dan ramah lingkungan.

Berdasarkan latar belakang tersebut didapatkan rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi massa biochar terhadap karakteristik nanokomposit biochar magnetit?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa biochar terhadap efisiensi nanokomposit biochar magnetit sebagai penyerap *Rhodamin B* ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah tersebut didapatkan tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Menganalisis pengaruh variasi massa biochar terhadap karakteristik nanokomposit biochar magnetit.
2. Menganalisis pengaruh variasi massa biochar terhadap efisiensi nanokomposit biochar magnetit sebagai penyerap *Rhodamin B*.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

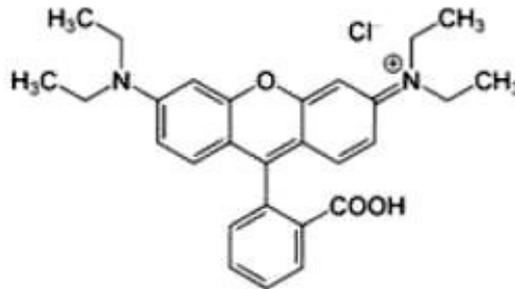
1. Penggunaan biochar yang dimodifikasi Fe_3O_4 sebagai penyerap *Rhodamin B* dapat menjadi solusi yang ramah lingkungan dalam membersihkan limbah industri, mengurangi dampak negatif terhadap lingkungan hidup.
2. Meningkatkan pemahaman tentang penggunaan biochar yang dimodifikasi Fe_3O_4 sebagai bahan adsorben untuk *Rhodamin B*, membuka potensi penggunaan material tersebut dalam berbagai aplikasi lain yang memerlukan penyerap bahan kimia.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Zat Warna *Rhodamin B* (RB)

Rhodamin B merupakan pewarna sintesis yang termasuk dalam keluarga *xanthene*, dikenal karena warnanya yang merah muda cerah dan kelarutannya yang tinggi dalam air. Senyawa ini secara luas digunakan dalam berbagai industri

seperti tekstil, kertas, makanan, dan kosmetik karena sifat pewarnaannya yang kuat dan stabilitas kimianya yang baik. Namun, di balik manfaat industrinya, penggunaan *Rhodamin B* secara masif telah menimbulkan permasalahan lingkungan yang serius, terutama terkait dengan persistensinya dalam lingkungan akuatik serta potensi toksisitasnya terhadap organisme dan manusia (Wulandari *et al.*, 2022).



Gambar 1. Struktur *Rhodamin B* (Wulandari *et al.*, 2022) Salah satu isu utama yang ditimbulkan oleh keberadaan *Rhodamin B* di lingkungan perairan adalah sifat toksiknya. Berbagai penelitian telah menunjukkan bahwa *Rhodamin B* dapat memberikan dampak negatif terhadap organisme akuatik, termasuk menyebabkan gangguan fisiologis dan perilaku pada ikan maupun invertebrata. Paparan *Rhodamin B* juga dapat menyebabkan stres oksidatif, perubahan fungsi organ, serta gangguan pada sistem saraf spesies air tawar, yang pada akhirnya mengganggu keseimbangan ekosistem. Selain itu, *Rhodamin B* juga dilaporkan memiliki sifat *karsinogenik*, yang meningkatkan risiko kesehatan bagi manusia, khususnya ketika terakumulasi dalam rantai makanan melalui konsumsi air atau organisme yang terkontaminasi (Sulistina & Martini, 2020). Selain toksisitasnya, ketahanan *Rhodamin B* terhadap proses degradasi alami menjadikannya sebagai polutan yang sangat persisten. Tidak seperti banyak senyawa organik lainnya, *Rhodamin B* sulit terurai secara biologis, sehingga dapat bertahan dalam badan air dalam jangka waktu yang lama. Keberadaan zat ini dalam ekosistem air dapat menyebabkan bioakumulasi dalam jaringan organisme, yang pada akhirnya berdampak pada tingkat trofik yang lebih tinggi, termasuk manusia (Ernawati *et al.*, 2020). Hal tersebut menjadikan Pentingnya pengembangan

5
teknologi pengolahan air limbah yang lebih efisien, mengingat bahwa metode konvensional seperti filtrasi, sedimentasi, dan pengolahan biologis sering kali tidak mampu menghilangkan *Rhodamin B* secara efektif.

Berbagai upaya telah dilakukan untuk mengatasi keberadaan *Rhodamin B* dalam air limbah, namun sebagian besar metode konvensional masih menunjukkan keterbatasan. Metode seperti *koagulasi-flokulasi* dan pengolahan biologis umumnya tidak cukup efektif karena kompleksitas struktur molekul *Rhodamin B* dan stabilitasnya dalam larutan. Hal ini mendorong peningkatan

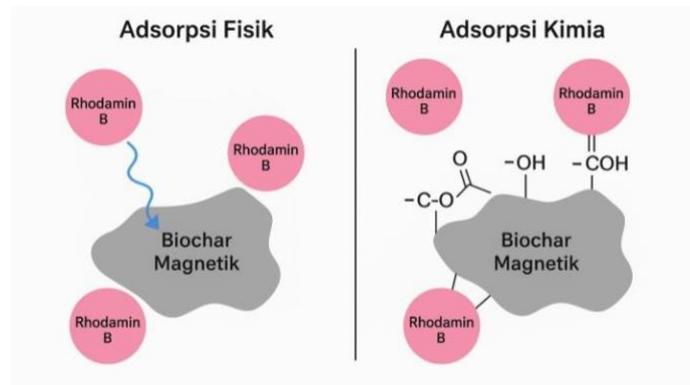
perhatian terhadap metode alternatif, salah satunya adalah proses adsorpsi. Adsorpsi dinilai lebih praktis, efisien, dan ekonomis, serta memiliki kemampuan tinggi dalam menghilangkan zat warna organik dari air tercemar (Agarwala & Mulky, 2023).

Seiring berkembangnya riset mengenai proses adsorpsi, sejumlah bahan telah diuji kemampuannya sebagai adsorben *Rhodamin B*, salah satunya adalah karbon aktif. Karbon aktif dikenal memiliki luas permukaan dan porositas tinggi, sehingga sangat efektif dalam menangkap molekul polutan (Lubis *et al.*, 2020). Namun, harga yang relatif mahal dan kesulitan dalam proses regenerasi menjadi kendala utama dalam penerapan karbon aktif secara luas, terutama di negara berkembang. Hal tersebut menjadi dasar perlunya pencarian bahan alternatif yang lebih murah dan ramah lingkungan sebagai adsorben *Rhodamin B*. Mekanisme adsorpsi *Rhodamin B* umumnya melibatkan berbagai jenis interaksi, seperti gaya elektrostatik, ikatan hidrogen, serta interaksi π - π antara struktur aromatik pewarna dengan gugus fungsi pada permukaan adsorben. Efektivitas mekanisme ini sangat dipengaruhi oleh kondisi lingkungan, termasuk pH larutan, waktu kontak, serta konsentrasi awal pewarna (BazanWozniak *et al.*, 2024). Keberadaan gugus fungsi seperti $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, dan $-\text{NH}_2$ pada permukaan adsorben juga berperan penting dalam peningkatan kapasitas adsorpsi. Oleh karena itu, optimalisasi parameter sintesis dan kondisi operasi menjadi hal yang krusial untuk mencapai efisiensi penghilangan *Rhodamin B* yang maksimal.

2.2. Adsorpsi

Adsorpsi merupakan salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam pengolahan air limbah, khususnya untuk menghilangkan polutan organik seperti zat warna sintetis *Rhodamin B*. Proses ini melibatkan akumulasi molekul zat warna dari fase cair ke permukaan padatan yang disebut adsorben. Efektivitas metode adsorpsi dalam menurunkan konsentrasi *Rhodamin B* dipengaruhi oleh berbagai faktor, termasuk sifat kimia dan fisik dari adsorben, karakteristik molekul zat warna, serta kondisi operasi seperti pH, waktu kontak,

dan konsentrasi awal. Mekanisme dasar dari adsorpsi dapat dibedakan menjadi dua, yaitu adsorpsi fisik (fisisorpsi) dan adsorpsi kimia (kimisorpsi). Adsorpsi fisik melibatkan *gaya van der Waals* yang lemah dan bersifat *reversibel*, di mana molekul *Rhodamin B* menempel pada permukaan adsorben tanpa membentuk ikatan kimia yang kuat. Proses ini cenderung terjadi pada suhu rendah dan sangat dipengaruhi oleh luas permukaan dan porositas adsorben. Sebaliknya, adsorpsi kimia melibatkan pembentukan ikatan kimia antara molekul zat warna dengan gugus fungsional yang terdapat pada permukaan adsorben. Interaksi ini biasanya bersifat *ireversibel* dan menghasilkan ikatan yang lebih kuat serta kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi. Adsorpsi dapat terjadi karena adanya gaya tarik-menarik. Ada 2 tipe adsorpsi, yaitu adsorpsi fisik, dan adsorpsi kimia (Lismawati *et al.*, 2024). Gambar skema adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Adsorpsi Fisika dan Adsorpsi Kimia (Botahala, 2019)

Adsorpsi merupakan proses yang terjadi ketika suatu fluida, cairan maupun gas terikat pada suatu padatan atau cairan (zat penyerap, adsorben) dan akhirnya membentuk suatu lapisan tipis atau film (zat terserap, adsorbat) pada permukaannya. Berbeda dengan absorpsi yang merupakan penyerapan fluida oleh fluida lainnya dengan membentuk suatu larutan. Adsorpsi secara umum adalah proses penggumpalan substansi terlarut (*soluble*) yang ada dalam larutan oleh permukaan zat atau benda penyerap, dimana terjadi suatu ikatan kimia fisika antara substansi dengan penyerapnya (Sumanto *et al.*, 2020). Gambar menunjukkan perbedaan mendasar antara kedua jenis adsorpsi tersebut, baik dari segi kekuatan ikatan, sifat reversibilitas, maupun kebutuhan energinya (Botahala, 2019). Pemahaman mengenai kedua mekanisme ini sangat penting dalam menentukan efisiensi dan aplikasi adsorpsi, seperti dalam proses pemurnian air, pemisahan gas, maupun penghilangan zat warna menggunakan material berbasis biochar.

Mekanisme peristiwa adsorpsi meliputi molekul adsorbat berdifusi melalui suatu lapisan batas ke permukaan luar adsorben (disebut difusi eksternal). Sebagian ada yang teradsorpsi di permukaan luar namun sebagian besar terdifusi lanjut ke dalam pori-pori adsorben (disebut difusi internal). Bila kapasitas adsorpsi masih sangat besar, sebagian akan teradsorpsi dan terikat dipermukaan, namun bila permukaan sudah jenuh atau mendekati jenuh dengan adsorbat, dapat terjadi dua kemungkinan. Pertama, terbentuk lapisan adsorpsi kedua dan seterusnya di atas adsorbat yang telah terikat di permukaan. Gejala ini disebut adsorpsi *multi layer*. Kedua, tidak terbentuk lapisan kedua dan seterusnya sehingga adsorbat yang belum teradsorpsi berdifusi keluar pori dan kembali ke arus fluida.

Ada dua metode adsorpsi yaitu adsorpsi secara fisika (*physiosorption*) dan adsorpsi secara kimia (*chemisorption*). Kedua metode ini terjadi bila molekul molekul dalam fase cair diikat pada permukaan suatu fase padat sebagai akibat dari gaya tarik menarik pada permukaan padatan (adsorben), mengatasi energi kinetik dari molekul-molekul kontamina dalam cairan (adsorbat). Adsorpsi secara fisik adalah adsorpsi yang *reversibel* (bolak-balik) dengan interaksi lemah, energi untuk adsorpsi secara fisik besarnya kurang dari 63-84 kJ/mol. Sedangkan adsorpsi kimia, yaitu interaksi antara adsorben dan adsorbatnya lebih kuat karena terjadi reaksi antara permukaan adsorben dengan adsorbatnya, energi untuk adsorpsi secara kimia biasanya lebih besar dari 84-126 kJ/mol (Atkins, 1999).

Isoterm Adsorpsi Freundlich

Bagi suatu sistem adsorpsi tertentu, hubungan antara banyaknya zat yang teradsorpsi persatuan luas atau persatuan berat adsorben dengan konsentrasi zat terlarut, pada suhu tertentu, disebut isoterm adsorpsi Freundlich menyatakan isotherm adsorpsi ini sebagai

berikut :

$$\frac{x}{m} = k \cdot C^{1/n}$$

Dimana : x : Jumlah zat yang teradsorpsi (gram)

m : Jumlah adsorben (gram)

C : Konsentrasi zat terlarut dalam larutan setelah terjadi kesetimbangan adsorbs

K dan n : Tetapan persamaan $x/m = k \cdot C^{1/n}$ dapat diubah menjadi $\log x/m = \log k + 1/n \log C$. Persamaan ini mengungkapkan bahwa bila suatu proses adsorpsi mengikuti isotherm Freundlich maka $\log x/m$ terhadap $\log C$ akan menghasilkan garis lurus. Selanjutnya akan dapat ditentukan tetapan k dan tetapan n."

Isoterm Adsorpsi Langmuir

Isoterm adsorpsi Langmuir mengasumsikan bahwa pada permukaan adsorben terdapat situs-situs aktif, yang masing-masing situs aktif tersebut hanya satu molekul saja yang teradsorpsi. Pengikatan adsorben oleh adsorbat dapat terjadi secara kimia atau fisika, tetapi harus cukup kuat untuk mencegah terjadinya perpindahan molekul adsorpsi pada permukaan. Untuk mengevaluasi adsorpsi adsorbat dengan adsorben digunakan persamaan Langmuir:

$$W = \frac{b \cdot K \cdot C}{1 + K \cdot C}$$

Untuk mengevaluasi keberlakuan data yang diperoleh, persamaan di atas dapat diubah ke dalam bentuk persamaan linear sebagai berikut:

$$\frac{C}{W} = \frac{1}{b \cdot K} + \frac{1}{b} \cdot C$$

Dimana : C_e = Konsentrasi kesetimbangan larutan (mg/L)

W = Jumlah zat yang teradsorpsi per gram adsorben (mg/g)

b = Konsentrasi Langmuir yaitu kapasitas adsorpsi (mg/g)

K = Parameter afinitas

Konstanta b dan k dapat diperoleh dari perpotongan dan kemiringan pada plot linear antara C_e/W terhadap C_e .

Adsorpsi, umumnya diklasifikasikan ke dalam *physisorption* (dicirikan oleh kekuatan van der Waals yang lemah) dan *chemisorption* (ditandai oleh ikatan kovalen). Adsorpsi fisik adalah adsorpsi yang terjadi apabila adsorbat dan permukaan adsorben terikat dengan gaya *Van der Waals*. Adsorpsi kimia terjadi apabila adsorbat dan permukaan adsorben bereaksi secara kimiawi atau membentuk ikatan kimia. Secara normal bahan yang teradsorpsi membentuk lapisan di atas permukaan berupa molekul-molekul yang tidak bebas bergerak dari permukaan satu ke permukaan lainnya (Matos *et al.*, 2017).

Pada proses adsorpsi terjadi ada beberapa faktor yang mempengaruhi kapasitas adsorpsi yaitu pH larutan, waktu kontak, suhu dan berat adsorben (Adesina *et al.*, 2019). Berat adsorben berpengaruh pada jumlah gugus aktif yang membuat semakin banyak jumlah adsorben maka akan memberikan luas permukaan yang semakin besar bagi adsorbat untuk teradsorpsi. Kapasitas adsorpsi menyatakan banyaknya adsorbat yang mampu terakumulasi pada permukaan adsorben sehingga ketika proses adsorpsi berlangsung pada kondisi optimum maka akan diperoleh adsorben dengan kapasitas adsorpsi maksimum (Cheng *et al.*, 2018).

2.1. Biochar

Biochar (*Bio-Charcoal*) merupakan arang hitam hasil dari proses pemanasan *biomassa* pada keadaan oksigen terbatas atau tanpa oksigen.

Biochar merupakan bahan organik yang memiliki sifat stabil dapat dijadikan pembenah tanah lahan kering (Geckgel *et al.*, 2013). Biochar sendiri merupakan istilah yang digunakan untuk menggambarkan arang berpori yang terbuat dari sampah organik yang ditambahkan ke tanah. Dari hasil pembakaran dari sampah organik tersebut, biochar memiliki karakteristik seperti, pori-pori makro dan mikro, permukaan yang besar, kerapatan isi, serta kapasitas mengikat air yang tinggi (Liang *et al.*, 2021).

Biochar merupakan produk yang kaya akan karbon (C) yang dihasilkan oleh dekomposisi termal dari *biomassa* pada suhu relatif dibawah 700°C dan dengan sedikit oksigen, dalam proses yang disebut pirolisis. Pirolisis merupakan proses pemanasan suatu zat tanpa adanya oksigen sehingga terjadi penguraian komponen-komponen penyusun kayu keras. Penguraian terjadi dari senyawa-senyawa kompleks yang menyusun kayu keras dan menghasilkan zat dalam tiga bentuk, yaitu padatan, cairan dan gas. Selama proses pemanasan, gas-gas yang mudah terbakar dan cairan diproduksi Bersama dengan residu padatan biochar. Bahan baku biochar dapat berasal dari bahan organik atau bahan berlignoselulosa, seperti kayu, tempurung kelapa, tongkol jagung, kulit singkong, tandan kosong kelapa sawit, limbah pertanian dan lainnya (Santi, 2017).

Biochar memiliki matriks karbon yang relatif terstruktur dengan tingkat porositas tinggi dan luas permukaan yang luas, menunjukkan hal itu mungkin bertindak sebagai adsorben permukaan yangserupa dalam beberapa aspek dengan karbon aktif dan memainkan peran penting dalam mengendalikan kontaminan di lingkungan. Penggunaan biochar teraktivasi untuk adsorpsi dapat dianggap sebagai teknik kontrol yang ramah lingkungan dan menghilangkan racun lingkungan dengan konsentrasi rendah dari media berair seperti air limbah, limbah dan air minum (Nworie *et al.*, 2019).

Karakteristik biochar sangat bergantung pada proses pembuatan (pirolisis). Kondisi pirolisi dibagi menjadi empat jenis yang berbeda yaitu gasifikasi, pirolisi cepat, menengah dan lambat. Kondisi gasifikasi (>800 °C) menghasilkan produk dominan berupa gas. Kondisi pirolisis cepat(600-700°C) dan menengah (500-600 °C) menghasilkan produk dominan berupa bio-oil (minyak). Sedangkan, untuk pirolisis lambat dengan suhu (<400°C) menghasilkan produk dominan berupa padatan atau biochar. Biochar memiliki beberapa manfaat yang menarik perhatian publik, seperti penyerapan karbon dan meningkatkan kesuburan tanah, remediasi lingkungan (Mohan *et al.*, 2014) dan produksi *bio-energi* (Field *et al.*, 2013).

Salah satu bagian penting dari pembuatan biochar yaitu aktivasi. Proses aktivasi biochar sangat berpengaruh pada hasil akhir biochar yang diperoleh. Aktivasi dilakukan terhadap biochar agar dapat memperbesar pori dengan cara

memecah ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul-molekul permukaan sehingga biochar akan mengalami perubahan sifat kimia maupun fisika. Perubahan yang terjadi yaitu bertambahnya luas permukaan dan meningkatkan daya adsorpsi. Peningkatan daya adsorpsi disebabkan karena biochar hasil karbonisasi kemungkinan masih mengandung zat yang menutupi permukaan pori. Jadi, jelas bahwa aktivasi dengan uap panas tidak hanya memindahkan material yang tidak dikelola tetapi juga cukup efektif dalam membentuk dan melebarkan mikropori dengan naiknya suhu). Aktivasi kimia merupakan proses penukaran ion-ion rantai karbon dari senyawa organik dengan pemakaian bahan-bahan kimia sehingga kapasitas adsorpsi biochar meningkat. Merupakan proses pengembangan struktur pori dan memperbesar luas permukaan biochar dengan bantuan panas, uap oksigen dan nitrogen (Matos *et al.*, 2017).

Proses aktivasi terjadi karena adanya interaksi antara zat pengaktivasi dengan atom-atom karbon dari hasil karbonisasi. Aktivator dapat meningkatkan daya serap adsorben dengan mekanisme sebagai berikut :

- Aktivator menembus pori-pori diantara pelat-pelat kristalin karbon aktif yang membentuk heksagonal dan menyebar di dalam pori-pori tersebut, sehingga pengikisan terjadi pada permukaan kristalin karbon.
- Menurut teori interkalasi, jika struktur dari suatu komposisi senyawa disisipi ion atau atom lain maka struktur tersebut akan mengalami modifikasi. Pada proses aktivasi, ion atau atom yang disisipkan adalah aktivator.
- Aktivasi dapat dilakukan secara kimia dan fisika. Aktivasi kimia menggunakan aktivator dari bahan kimia untuk meningkatkan luas permukaan adsorben dengan cara menghilangkan senyawa non karbon dari pori-pori. Sedangkan, aktivasi fisik menggunakan gas-gas inert seperti uap air (steam), CO₂, dan N₂ (Serrano *et al.*, 1996).

2.2. Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Tandan Kosong Kelapa Sawit Kelapa sawit sebagai tanaman penghasil minyak kelapa sawit (*CPO-CrudePalm Oil*) dan inti kelapa sawit merupakan salah satu primadona tanaman perkebunan yang menjadi sumber penghasil devisa non-migas bagi Indonesia (Nasrul dan Maimun, 2009). Tanaman kelapa sawit (*Elaeis guineensis Jack.*) merupakan tanaman perkebunan yang memegang peranan penting dalam industri pangan. Produksi kelapa sawit di Indonesia pada tahun 2011 meningkat dibandingkan tahun sebelumnya hingga mencapai 22.508.011 ton (BPS 2012).

Pengolahan kelapa sawit menjadi minyak sawit menghasilkan beberapa jenis limbah padat yang meliputi tandan kosong sawit, serat mesocarp dan cangkang (Yunindanova *et al.*, 2013).Tandan kosong kelapa sawit merupakan sumber bahan organik yang kaya unsur hara N, P, K dan Mg. Jumlah tandan kosong kelapa sawit diperkirakan sebanyak 23% dari jumlah tandan buah segar

yang diolah. Setiap ton tandan kosong kelapa sawit mengandung hara N 1,5%, P 0,5%, K 7,3% dan Mg 0,9% yang dapat digunakan sebagai substitusi pupuk pada tanaman kelapa sawit (Sarwono, 2008).

Pada saat ini tandan kosong kelapa sawit digunakan sebagai bahan organik bagi pertanaman kelapa sawit secara langsung maupun tidak langsung. Pemanfaatan secara langsung ialah dengan menggunakan tandan kosong sebagai mulsa sedangkan secara tidak langsung dengan mengomposkan terlebih dahulu sebelum digunakan sebagai pupuk organik. Pengembalian bahan organik ke tanah akan mempengaruhi populasi mikroba tanah secara langsung dan tidak langsung akan mempengaruhi kesehatan dan kualitas tanah (Widiastuti dan Panji, 2007). Jenis limbah kelapa sawit pada generasi pertama adalah limbah padat yang terdiri dari tandan kosong, pelepah, cangkang dan lain-lain. Selain limbah padat juga dihasilkan limbah cair. Limbah padat dan cair pada generasi berikutnya dapat diolah lagi menjadi suatu produk yang dapat memiliki manfaat serta nilai ekonomi. Salah satu potensi tandan kosong kelapa sawit yang cukup besar adalah sebagai bahan pembenah tanah dan sumber hara bagi tanaman. Potensi ini didasarkan pada kandungan tandan kosong kelapa sawit yang merupakan bahan organik dan memiliki kadar hara yang cukup tinggi.



Gambar 3. Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) (Darmosarkoro dan Rahutomo, 2007).

Selama ini pemanfaatan tandan kosong kelapa sawit (EFB) secara konvensional hanya sebatas digunakan sebagai mulsa yang berfungsi sebagai media penutup permukaan untuk menjaga kelembaban, dan suhu tanah pada perkebunan kelapa sawit. Setelah mengalami pembusukan, mulsa ini juga berperan sebagai penyuplai unsur hara bagi tanah dan tanaman. Proses pemanfaatan TKKS sebagai mulsa kurang menguntungkan dan kurang memberikan nilai tambah karena proses degradasinya sangat lambat. Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya untuk mencari alternatif inovasi dalam penanganan atau pemanfaatan limbah industri kelapa sawit ini. Salah satu alternatif pemanfaatan TKKS yang dinilai prospektif adalah dengan mengubahnya menjadi biochar.

Konversi TKKS menjadi biochar dapat dilakukan melalui proses karbonasi hidrotermal untuk mengubah lignoselulosa menjadi karbon padat dengan rasio

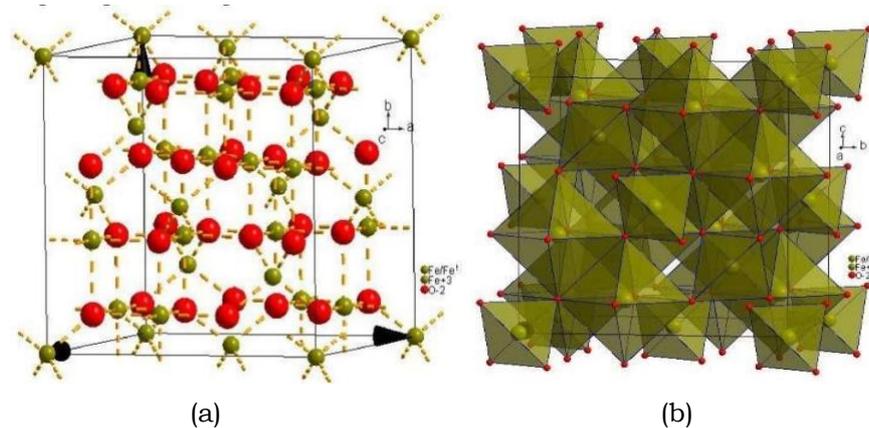
oksigen terhadap karbon rendah. Proses ini dikenal dengan istilah pirolisis dan dapat meningkatkan kepadatan energi yang terkandung di dalamnya dibandingkan dengan kepadatan energi biomassa aslinya. Pirolisis TKKS pada suhu 200-700 °C menghasilkan biochar sebanyak 29,39-42,74% (Raju *et al* 2016), penelitian pirolisis pada berbagai suhu untuk mengetahui pengaruh suhu terhadap produk pirolisis yang akan dihasilkan. Peningkatan suhu pirolisis menurunkan persentase biochar yang dihasilkan karena berlanjutnya *devolatilisasi* sisa bahan mudah menguap dalam arang. Sebaliknya, suhu pirolisis akan meningkatkan produksi cairan dan gas. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa biochar dapat digunakan sebagai adsorben metilen biru, logam berat berupa senyawa Cu, Pb, Zn, As, Cd dan herbisida. Namun kapasitas adsorpsi biochar relatif rendah karena luas permukaannya yang relatif rendah. Pirolisis TKKS pada suhu 300-700 °C tanpa perlakuan awal menghasilkan biochar dengan luas permukaan rendah yaitu 3,34-5,76 m²/g (Thoe *et al.*, 2019). Tahapan praperlakuan dan pascaperlakuan pada proses produksi biochar dari TKKS dapat meningkatkan luas permukaan biochar yang dihasilkan sehingga meningkatkan kapasitas adsorpsinya.

2.3. Nanopartikel Besi (III) Oksida [Fe₃O₄]

Nanopartikel adalah nanomaterial yang berupa partikel, Berdasarkan sifat-sifat fisika dan kimia, nanopartikel dikelompokkan. menjadi beberapa group, yaitu: 1) nanopartikel berbasis karbon (*carbon-based nanoparticles*) contohnya *graphene*; 2) nanopartikel semikonduktor contohnya TiO₂; 3) nanopartikel keramik contohnya BaTiO₃; 4) nanopartikel polimerik contohnya nonpori- SiO₂; dan 5) nanopartikel logam contohnya Fe₃O₄ (Khan *et al.*, 2017). Nanopartikel Fe₃O₄ merupakan salah satu kelompok material oksida besi (*Iron oxide*), dalam bidang geologi diistilahkan dengan mineral magnetit. Material Fe₃O₄, dapat ditemukan secara bebas dan melimpah di alam dalam deposit pasir besi, serta memiliki berbagai potensi aplikasi. Potensi aplikasi Nanopartikel Fe₃O₄ Sifat fisika meliputi: sifat mekanik, optik, magnetit, elektromagnetit, akustik, dan termodinamik. Sementara sifat kimia meliputi: reaktivitas, laju reaksi, ikatan kimia, dan stabilitas dalam reaksi kimia.

Secara struktur, nanopartikel Fe₃O₄ memiliki struktur kristal kubik invers spinel. Rumus molekul Fe-O, dapat dituliskan sebagai (Fe) (Fe)O₄. Berdasarkan Gambar 4, maka terdapat 8 *kation divalen* Fe menempati *site oktahedral*, 8 *kation trivalen* Fe menempati *site tetrahedral*, dan 8 kation Fe juga menempati *site oktahedral*, Kation Fe yang menempati *site tetrahedral* dan oktahedral memiliki resultan momen magnetit yang sama besar, namun orientasi berlawanan (Khan *et al.*, 2011). Oleh karena itu, struktur kristal yang unik ini menghasilkan sifat fisika yang unik pula pada nanopartikel Fe₃O₄ . Contoh sifat magnetit yang dimiliki oleh nanopartikel Fe₃O₄ adalah *ferrimagnetit*. Sifat *ferrimagnetit* akan

menghasilkan nilai magnetisasi saturasi tinggi ± 92 emu/gram (Koo *et al.*, 2019), magnetisasi remanen kecil, dan medan *koersivitas* juga kecil (Gambar 4). Artinya, sifat ferrimagnetit Fe_3O_4 menghasilkan potensi aplikasi nanopartikel Fe_3O_4 sebagai *switch*. Dalam bidang *biomedis*, potensi aplikasi ini dapat dimanfaatkan sebagai material *termomagnetit*. untuk penghancur sel kanker akibat energi panas yang dihasilkan Fe_3O_4 , karena dikontrol oleh medan magnet luar.

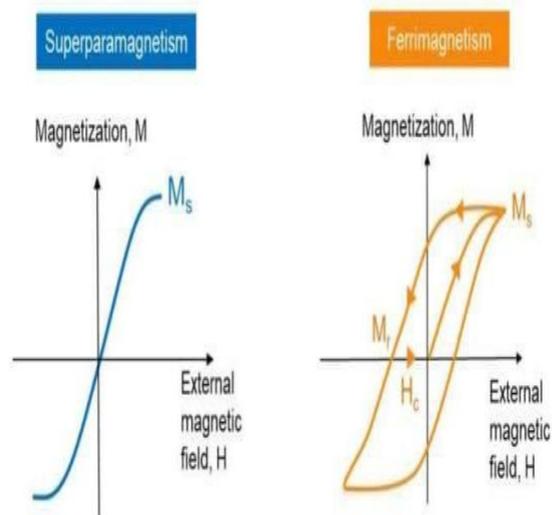


Gambar 4. (a) *ball and stick model* dan (b) *geometri tetrahedral dan octahedral* untuk struktur *invers spinel* (Montoro, 1938).

Magnetit adalah jenis oksida besi dengan formula kimia Fe_3O_4 . Partikel berwarna hitam yang bersifat *ferimagnetit* dengan nilai magnetisasi tertinggi yaitu sebesar 92 emu/g (Retno *et al.*, 2017). Magnetit merupakan oksida besi campuran yang terbentuk dari reaksi antara oksida besi (II) dan besi (III) dimana hasil pencampuran ini memberikan sifat yang unggul dibandingkan oksida besi (II) dan oksida besi (III) masing-masing. Keunggulan yang dimiliki magnetit dibandingkan oksida besi adalah sifat magnetitnya yang lebih kuat, hal ini yang menyebabkan magnetit populer dikalangan material sains maupun material terapan (Sari, 2017). Pada ukuran bulk-nya, material ini merupakan kelompok bahan *ferrimagnetit*. Namun, pada ukuran nanometer, material ini menjadi bahan *superparamagnetit*, dan memiliki sifat-sifat yang lebih baik seperti magnetisasi saturasi yang tinggi (90 emu/gram), *biological compatibility*, dan *environmental stability*. Selain itu, pada ukuran di bawah 20 nm dengan morfologi partikel berbentuk bulat, material ini dapat diaplikasikan dengan lebih baik untuk kebutuhan *biomedis* karena kemampuannya untuk mempengaruhi nilai relaksasi proton pada air (Saragi *et al.*, 2017).

Sifat magnetit nanopartikel sangat bergantung pada ukuran nanopartikel. Pada kondisi tertentu, dimana ukuran partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4 \leq 10$ nm, maka Fe_3O_4 mampu menampilkan sifat *superparamagnetit* sekalipun dalam kondisi itu suhu nanopartikel Fe_3O_4 di bawah suhu Curie, $T_c = 577$ C (Wu *et al.*, 2015). Pada kondisi ini, nanopartikel Fe_3O_4 berada dalam keadaan berdomain tunggal. Sifat *superparamagnetit* dicirikan oleh respon kemagnetan nanopartikel Fe_3O_4 sangat

tinggi terhadap medan magnetit eksternal. Secara visual, nilai medan koersivitas dan magnetisasi remanen pada kurva histeresis Fe_3O_4 adalah nol (Gambar 5).



Gambar 5. Kurva histeresis sifat *superparamagnetit* dan *ferrimagnetit* nanopartikel Fe_3O_4 (Koo *et al.*, 2019)

Pengembangan dalam penggunaan magnetit telah mencapai beberapa bidang seperti pada bidang medis, magnetit digunakan sebagai *drug delivery*, terapi hyperthermia, dan *Magnetic Resonance Imageing* (MRI) (Nikitin *et al.*, 2017). Pada bidang industri, magnetit digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpanan data dalam bentuk hard disk dan pigmen warna. Pada bidang lingkungan, magnetit digunakan sebagai adsorben kontaminan air karena memiliki daya serap yang besar dan kemampuannya dalam merespons medan magnet sehingga memudahkan proses pemisahan adsorben dari dalam larutan (Retno *et al.*, 2017).

Besi oksida ini memiliki kemampuan membentuk kompleks logamorganik dimana kation logam akan terikat oleh kelompok gugus fungsional seperti -COOH, =CO, -OH, -OCH₃, -NH₂, -SH, dan sifatnya sangat stabil yang disebut *khelat*. Di dalam tanah, besi oksida dapat dibedakan berdasarkan struktur kristal dan sifat lainnya (Annisa, 2013). Adapun prinsip dari adsorpsi ion oleh oksida besi adalah ikatan *binuklear* yang kuat di permukaan oksida besi. Permukaan oksida Fe yang meliputi: wilayah permukaan spesifik (*specific surface area*), muatan permukaan (*surface charge*), porositas permukaan (*surface porosity*) dan permukaan geometri (*surface geometry*) (Liu 1999). Mekanisme serapan anion (contohnya fosfat) oleh oksida besi yaitu melalui penggantian satu ion fosfat oleh dua ion hidroksil permukaan (atau molukel air) dari oksida besi. Kemudian dua atom oksigen dari ion fosfat tersebut akan berkoordinasi dengan masing masing ion Fe^{3+} yang menghasilkan kompleks permukaan *binuklear* dengan model jerapannya adalah: Fe-O-P(O₂)-OFe (Parfitt *et al.*, 1975).

Sifat-sifat fisika dan kimia nanopartikel Fe_3O_4 tidak terlepas dari pemilihan metode dan parameter sintesis. Metode dan parameter sintesis sangat

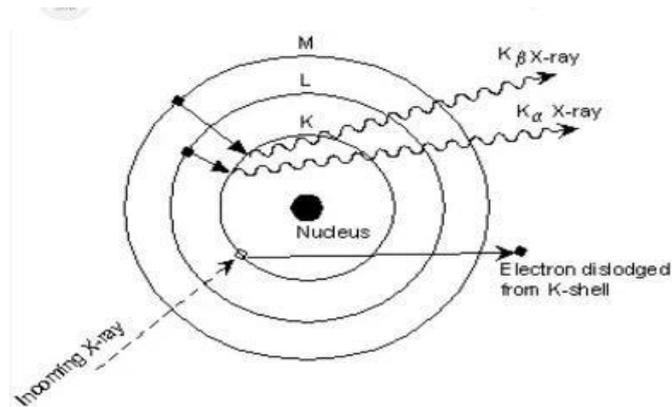
berperan dalam menentukan ukuran partikel, bentuk, morfologi, kristalinitas, serta *polydispersivitas* partikel. Parameter tersebut berdampak secara langsung terhadap sifat-sifat fisika dan kimia nanopartikel Fe_3O_4 . Hasil penelitian (Salviano *et al.*, 2018) membuktikan bahwa laju pengadukan (*stirring rate*) campuran prekursor dan suhu sintesis mempengaruhi morfologi nanopartikel Fe_3O_4 . Pada dasarnya nanopartikel Fe_3O_4 disintesis secara kimiawi menggunakan prekursor *anhidrat*, seperti $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Selain prekursor sintetis, Fe_3O_4 juga dapat disintesis menggunakan prekursor alami pasir besi. Berbagai metode juga telah dikembangkan untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 , seperti metode kopresipitasi (Salviano *et al.*, 2018), metode sonokimia (Aliramaji *et al.*, 2015), metode titrasi hidrolisis (Chen *et al.*, 2009), metode dekomposisi termal (Girija dan Vasu, 2019), metode solvotermal (Wu *et al.*, 2015), dan metode reduksi kimia basah (Chaki *et al.*, 2015), Khusus untuk sintesis nanopartikel Fe_3O_4 , beberapa peneliti lebih memilih penggunaan metode kopresipitasi karena prosedur sintesisnya sangat sederhana, tidak memerlukan perlakuan suhu tinggi (sintesis $< 120^\circ\text{C}$), dan rendemen sintesis besar. Berdasarkan paparan tersebut, maka kajian detail metode sintesis, karakterisasi sifat fisika serta kimia nanopartikel Fe_3O_4 dari pasir besi menjadi sangat penting. Kajian tentang fungsionalisasi nanopartikel Fe_3O_4 juga perlu dilakukan untuk menginventarisasi metode dan material enkapsulan/polimer yang tepat untuk Fe_3O_4 , dalam rangka aplikasinya pada bidang tertentu.

2.4. Karakterisasi

X-Ray Diffraction (XRD)

XRD adalah instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa material kristalin, kristalinitas dan untuk mengetahui ukuran kristal dari partikel hasil sintesis. Tiap-tiap kristal memberikan pola khusus sehingga posisi puncak dalam difraktogram merupakan petunjuk akan kehadiran senyawa tertentu (Alviany *et al.*, 2018). Radiasi sinar-X dapat terjadi karena transisi elektron dari orbital yang memiliki tingkat energi lebih tinggi menuju orbital dengan tingkat energi yang lebih rendah dengan melalui tahapan berikut:

- a. Sebuah elektron yang terletak di kulit bagian dalam terpental ke luar atom karena adanya berkas cahaya atau berkas elektron dari luar.
- b. Kekosongan elektron ini selanjutnya digantikan oleh elektron dari kulit yang lebih luar disertai pemancaran sinar-X. Peristiwa ini diperlihatkan pada gambar 6.



Gambar 6. Pembentukan sinar-X (Setiabudi, 2012)

Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang (λ) berkisar 0,1 nm. Radiasi yang dipancarkan ini memiliki energi yang khas sesuai dengan transisi elektron yang terjadi. Sinar-X dapat diproduksi di dalam sebuah wadah (tabung) ke dalam udara dengan cara memanaskan filament sehingga mengeksitasi elektronnya yang kemudian diakselerasi (dipercepat) dengan listrik bertegangan tinggi sehingga elektron memiliki energi kinetik yang tinggi. Karena elektron bermuatan negatif, maka elektron akan bergerak menuju sebuah plat logam yang diletakkan pada bagian anoda yang bermuatan positif.

Berkas cahaya dapat mengalami penghamburan karena selain memiliki sifat gelombang, cahaya juga memiliki sifat sebagai partikel yang biasa disebut dengan *foton*. Karakter cahaya yang memiliki dua sifat ini dinamakan dualisme cahaya. Sebagai partikel, *foton* yang bergerak dapat menumbuk partikel lain yang terdapat dalam material sampel. Akibatnya, pada saat tumbukan *foton* tersebut dapat mengalami beberapa kemungkinan. Jika pada saat tumbukan masing-masing partikel tidak menyerap energi, maka akan dihasilkan tumbukan lenting sempurna. Sudut yang terbentuk dari arah datang dan arah pantulan *foton* pada saat terjadinya.

Tumbukan, dipengaruhi oleh orientasi partikel pada sampel yang ditumbuk oleh *foton* tersebut. Setiap sudut yang dibentuk oleh *foton* yang datang pada arah tertentu akan menghasilkan pantulan yang khas jika orientasi material sampelnya tidak berubah. Keunikan pola yang terbentuk inilah yang memungkinkan dilakukannya analisa kualitatif suatu senyawa dengan memanfaatkan sinar-X (Setiabudi, 2012).

Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan suatu alat karakterisasi yang digunakan untuk menganalisis morfologi permukaan bahan. Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi ini dapat dilihat secara langsung pada hasil SEM berupa bentuk tiga dimensi gambar atau foto (Bishop dan Smallman, 2000). SEM juga dapat digunakan untuk karakterisasi susunan

serbuk dan melihat retakan pada permukaan sampel. Pada SEM berkas elektron ditembakkan pada permukaan sampel, sedangkan imej nya diperoleh berdasarkan hasil deteksi elektron yang dihamburkan atau berdasarkan elektron sekunder. Elektron sekunder berasal dari permukaan sampel dan memiliki energi yang rendah sekitar 5- 50 eV. Sedangkan elektron yang dihamburkan berasal dari bagian sampel yang lebih dalam dan memberikan informasi tentang komposisi sampel karena elektron yang lebih berat menghamburkan secara lebih kuat dan tampak lebih terang pada *image* yang dihasilkan. Pengoperasian SEM dilakukan dalam keadaan vakum (10^{-6} bar) sehingga elektron hanya berinteraksi dengan sampel yang diteliti (Setiabudi, 2012).

Perangkat EDX yang terintegrasi dengan SEM memungkinkan dilakukannya mikroanalisis secara kualitatif dan semi kuantitatif untuk unsur-unsur mulai dari Litium (Li) sampai Uranium (U) (Setyaningsih, 2017). EDX dihasilkan dari Sinar X karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Perangkat lunak (*software*) akan secara otomatis mengidentifikasi jenis unsur/ elemen yang terkandung pada sampel yang dikenal dengan *element identification*. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase kandungan masing-masing elemen (Cahyana dan Marzuki, 2014).

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

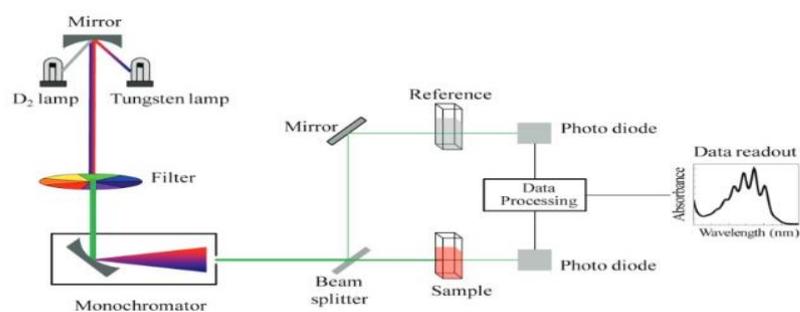
Spektroskopi merupakan studi antaraksi radiasi elektromagnetik dengan materi. Spektroskopi inframerah didasarkan pada fenomena terabsorpsinya radiasi elektromagnetik inframerah oleh vibrasi molekul. Spektroskopi vibrasi ini merupakan teknik yang cukup handal untuk menganalisis struktur molekul. Radiasi elektromagnetik adalah suatu bentuk dari energi yang diteruskan melalui ruang dengan kecepatan yang luar biasa (Setiabudi, 2012). *Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR)* yang merupakan salah satu metode pengukuran untuk mendeteksi struktur molekul senyawa melalui identifikasi gugus fungsi penyusun senyawa berdasarkan spektrum vibrasi molekul. Pengujian dengan spektroskopi FTIR tidak memerlukan persiapan sampel yang rumit dan bisa digunakan dalam berbagai fase baik padat, cair maupun gas. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode spektroskopi adsorpsi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi infra merah oleh molekul suatu materi. Adsorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat yakni kesesuaian antara frekuensi radiasi infra merah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Sulistiyani, 2017).

Komponen spektrofotometer inframerah terdiri dari lima bagian pokok yaitu (1) sumber radiasi, (2) wadah sampel, (3) monokromator, (4) detektor dan (5)

recorder. Terdapat dua macam spektrofotometer infra merah yaitu dengan berkas tunggal (*single-beam*) dan berkas ganda (*double-beam*). Radiasi infra merah dihasilkan dari pemanasan suatu sumber radiasi dengan listrik sampai suhu antara 1500 dan 2000 K. Sumber radiasi yang biasa digunakan berupa Nernst Glower, Globar dan Kawat Nikhrom (Setiabudi, 2012).

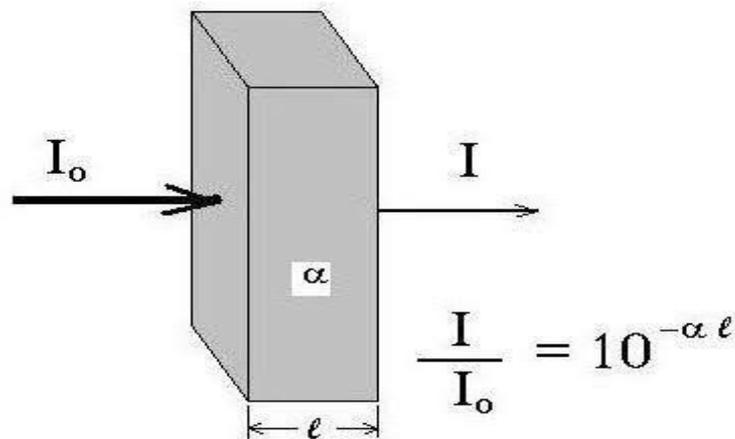
Spektrofotometer UV-VIS (*Ultra Violet-Visible*)

Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380) dan sinar tampak (380-780nm) dengan menggunakan instrument spektrofotometer. Prinsip dari spektrofotometri UV-Vis adalah mengukur jumlah cahaya yang diabsorpsi atau ditransmisikan oleh molekul-molekul di dalam larutan. Ketika panjang gelombang cahaya ditransmisikan melalui larutan, sebagian energi cahaya tersebut akan diserap. Spektrofotometer UV-Vis mempunyai dua sinar yang dibentuk oleh potongan cermin yang berbentuk V yang disebut pemecah sinar. Sinar pertama melewati larutan blanko dan sinar kedua secara serentak melewati sampel. Sumber sinar *polikromatis*, untuk sinar UV adalah lampu *deuterium*, sedangkan sinar *visibel* atau sinar tampak adalah lampu *wolfram*. *Monokromator* pada spektrometer UV-Vis digunakan lensa prisma dan filter optik. Sel sampel berupa kuvet yang terbuat dari kuarsa atau gelas dengan lebar yang bervariasi. Detektor berupa detektor foto atau detektor panas atau detektor dioda foto, berfungsi menangkap cahaya yang diteruskan dari sampel dan mengubahnya menjadi arus listrik.



Gambar 7. Skema spektrofotometer UV-Vis

Spektrum UV-Vis berbentuk pita lebar, pita melebar dari spektrum UV-Vis disebabkan karena energi yang diabsorpsi selain menyebabkan transisi elektronik terjadi pula transisi rotasi elektron dan vibrasi elektron ikatan dalam molekul.



Gambar 8. Absorpsi sinar UV-Vis

Gambar 8 menunjukkan perbandingan logaritma I_0 dengan I menyatakan seberapa besar sinar tersebut diabsorpsi oleh sampel. Hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi dapat ditentukan dengan hukum *Lambert-Beer*, dengan syarat bahwa sinar yang digunakan harus monokromatik. Sinar ultraviolet (UV) mempunyai rentang panjang gelombang dari 100-400 nm, sedangkan sinar tampak (Vis) 400-750 nm, sinar dimulai dari tidak berwarna-ungu-merah.

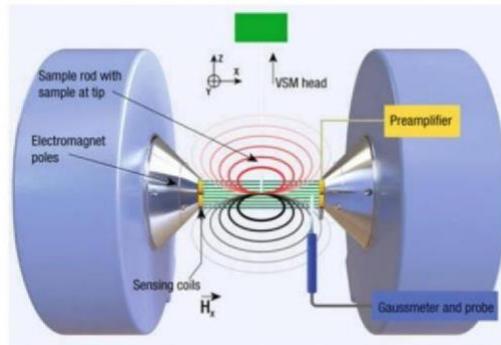
Hasil pengujian UV-Vis akan diolah dan analisis. Adapun cara pengolahan data hasil UV-Vis, sebagai berikut:

1. Data yang diperoleh dari hasil pengujian yaitu panjang gelombang dan nilai persentase Transmittan. Data yang telah diperoleh tersebut langsung diplot. Data ini harus diolah terlebih dahulu menggunakan *Ms. Excel*.
2. Data yang ada pada *Ms. Excel* akan diolah, proses awal dimulai dengan menentukan nilai transmittansi maksimum dan minimum, selanjutnya nilai diperoleh akan digunakan untuk menentukan nilai indeks dan ketebalan lapisan. Nilai ketebalan lapisan digunakan untuk menghitung koefisien serap. Setelah perhitungan koefisien serap diperoleh dengan nilai energi serap, maka selanjutnya akan membuat grafik.
3. Untuk membuat grafik digunakan *software* Origin dengan memplot nilai koefisien serap diperoleh dengan nilai energi serap.
4. Setelah diplot grafik maka langkah selanjutnya adalah menentukan *energy gap*, dengan cara menarik garis lurus pada garis yang landai, dan kemudian ditentukan nilai *energy gap* pada sumbu X.

Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Vibrating Sample Magnetometer (VSM) adalah salah satu jenis instrument yang digunakan untuk mengidentifikasi dan mempelajari sifat magnetik bahan. Karakterisasi dengan VSM memberikan informasi tentang besaran-besaran sifat magnetik sebagai akibat dari perubahan medan magnet luar, digambarkan dalam kurva histeresis. VSM merupakan salah satu jenis peralatan yang digunakan

untuk mempelajari sifat magnetik bahan. Sifat magnetik pada bahan terjadi sebagai akibat dari perubahan suhu, dan sifat-sifat magnetik sebagai fungsi sudut pengukuran atau kondisi anisotropik bahan (Tebriani, 2019).



Gambar 9. Prinsip Kerja VSM (Hussain *et al.*, 2019).

menunjukkan representasi skema dari VSM berbasis elektromagnet. Medan magnet variabel dalam arah x dihasilkan oleh elektromagnet yang diberi energi oleh satu daya bipolar yang sesuai. Deteksi *transversal* empat kumparan atau kumparan penginderaan dipasang pada permukaan kutub magnet, dua pada setiap permukaan. Kumparan diseimbangkan sehingga menghasilkan sinyal nol (tegangan) tanpa adanya sampel. Sebuah *probe hall*, yang terhubung ke *gaussmeter*, juga dipasang pada elektromagnet permukaan kutub untuk *control loop* tertutup medan magnet. Sampel dalam bentuk apapun ditempatkan dalam wadah sampel non-magnetik yang sesuai yang dilekatkan pada ujung batang sampel vsm, yang pada gilirannya dilekatkan pada kepala vsm. Sampel digetarkan dalam arah z di dalam kumparan, tegangan induksi yang dihasilkan dilewatkan melalui *preamplifier* dan kemudian ke dalam penguat penguncian *bandwidth*. Tegangan yang diinduksi dalam kumparan penginderaan VSM diberikan oleh:

$$V_{esm} = m A f S$$

Dimana m menyatakan sebagai magnetik momen, A adalah amplitudo dalam vibrasi, f adalah frekuensi dalam vibrasi dan S adalah sensitivitas fungsi dari penginderaan VSM.

2.5. Penelitian Terdahulu

Tabel 1. Penelitian terdahulu

No	Peneliti (Tahun)	Judul	Hasil
1	Ramesh <i>et al.</i> (2018)	Facile <i>Green synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles Using Aqueous Leaf Extract of Zanthoxylum Armatum DC For Efficient Adsorption of Methylene Blue.</i>	Penelitian ini membahas mengenai Nanopartikel Fe ₃ O ₄ berhasil disintesis dengan menggunakan ekstrak air daun <i>Zanthoxylum Armatum DC</i> . melalui metode jalur hijau. Phytochemical hadir dalam ekstrak air daun <i>Zanthoxylum armatum DC</i> . dapat bertindak sebagai agen pereduksi dan capping

agen untuk pembentukan Nanopartikel Fe_3O_4 . Morfologi sferis diamati untuk Nanopartikel Fe_3O_4 dengan ukuran partikel rata-rata 17 nm. Kurva magnetisasi suhu kamar mengungkapkan perilaku superparamagnetit pada nanopartikel Fe_3O_4 . Selanjutnya, Nanopartikel Fe_3O_4 yang diperoleh telah digunakan sebagai adsorben yang efisien untuk menghilangkan *Methylane Blue*. Kinetika Adsorpsi nanopartikel Fe_3O_4 menuju *Methylane Blue* mengikuti model orde dua semu, menunjukkan proses kemisorpsi. Mekanisme adsorpsi paling sesuai dengan model Langmuir yang menunjukkan pembentukan monolayer yang menutupi

			adsorbat pada permukaan luar Nanopartikel Fe_3O_4 .
2	Kurniawati dan Indriyanti, (2021)	Adsorpsi Pewarna Anionik Dan Kationik Pada Batik Air Limbah Menggunakan Adsorben Biomassa	Berdasarkan hasil penelitian, Kandungan selulosa tertinggi terdapat pada kulit kacang tanah (63,5%), hemiselulosa pada ampas kopi (40,55%), dan lignin pada serutan kayu (17–35%). Kandungan selulosa yang tinggi meningkatkan kapasitas adsorpsi, khususnya setelah modifikasi melalui karbonisasi, aktivasi fisik/kimia, dan pembentukan nanokomposit. Kapasitas adsorpsi biomassa teraktivasi berkisar 102,77–332,6 mg/g (karbonisasi), 26,67–236,6 mg/g (aktivasi kimia), dan 12,42 mg/g (nanokomposit). Parameter penting dalam proses adsorpsi zat warna anionik dan kationik meliputi pH, waktu kontak, massa adsorben, dan konsentrasi awal. Kondisi optimum adsorpsi anionik terjadi pada pH 2–4, waktu 30–40 menit, massa 0,1–0,2 g, dan konsentrasi 80–100 mg/L; sedangkan kationik optimal pada pH 5–9, waktu 60–90 menit, massa 0,2–0,3 g, dan konsentrasi 100–120 mg/L.

3	Machdar <i>et al.</i> , (2021)	Inovasi Magnetic <i>Activated Carbon</i> Untuk Pengolahan Limbah Zat Warna Dari Industri Batik Aceh	<p>Berdasarkan hasil penelitian, biochar merupakan metode pengolahan limbah yang sederhana dan cocok untuk industri skala kecil. Untuk meningkatkan kinerjanya, biochar konvensional (BC) dimodifikasi menjadi karbon aktif bermagnet (MB) dengan penambahan nanopartikel Fe_3O_4 melalui metode kopresipitasi. Modifikasi ini menggabungkan kemampuan adsorpsi karbon dan sifat magnetit Fe_3O_4, sehingga mempermudah proses pemisahan. MB terbukti lebih efektif dalam menghilangkan zat warna dari limbah batik dibandingkan BC. Studi kinetika dilakukan berdasarkan variasi dosis adsorben dan konsentrasi awal zat warna. Karakterisasi MB menggunakan SEM-EDX, FTIR, dan XRD. SEM-EDX menunjukkan keberadaan partikel besi yang mengurangi luas permukaan dan volume pori, namun tetap meningkatkan efisiensi adsorpsi. FTIR dan XRD mengonfirmasi keberadaan gugus Fe-O dan pola kristalin Fe_3O_4. BC menunjukkan efisiensi penghilangan hingga 88,82% dengan kapasitas adsorpsi 8,88 mg/g.</p>
---	--------------------------------	---	--

4	Tan <i>et al.</i> , (2012)	<i>Removal Of Cationik Dye By Magnetit Nanopartikel</i>	Berdasarkan hasil penelitian, dapat disimpulkan bahwa nanopartikel magnetit Fe ₃ O ₄ berhasil disintesis melalui metode kopresipitasi menggunakan larutan garam Fe ²⁺ dan Fe ³⁺ dalam media air dengan penambahan larutan amonia. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi potensi tongkol jagung yang dilapisi nanopartikel besi oksida magnetit (Fe ₃ O ₄) sebagai adsorben untuk menghilangkan zat warna metilen biru (MB) dari larutan. Proses adsorpsi MB oleh tongkol jagung teraktivasi yang dimodifikasi dengan Fe ₃ O ₄ (Fe ₃ O ₄ MCP) dikaji berdasarkan variasi pH larutan (3–8), dosis adsorben (0,2–1,0 g), konsentrasi awal MB (100–250 mg/L), dan waktu kontak. Percobaan dilakukan secara batch untuk menganalisis pengaruh setiap parameter terhadap kapasitas adsorpsi. Hasil menunjukkan bahwa efisiensi adsorpsi MB meningkat pada pH optimum 6,0. Data kinetika adsorpsi dianalisis menggunakan model pseudo-orde pertama dan kedua, dan hasilnya lebih sesuai dengan model kinetika pseudoorde kedua. Secara keseluruhan, pelapisan Fe ₃ O ₄ pada bubuk tongkol jagung aktif terbukti meningkatkan efisiensi penurunan konsentrasi metilen biru dalam proses adsorpsi.
---	-------------------------------	---	--

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan waktu penelitian

Riset dilaksanakan pada bulan Januari–Desember 2024 di Laboratorium Instrumentasi dan Tugas Akhir, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Jambi.

3.2 Alat dan bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari seperangkat alat gelas, *water bath*, timbangan analitik, oven, ayakan 100 mesh, mortar, *magnetic stirrer*, magnet eksternal, *Furnace*, Desikator, Cawan porselen, *thermometer*, evaporator dan Instrumen XRD, FTIR, UV-Vis, SEM dan instrumen VSM.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari tandan kosong kelapa sawit, kulit nanas, pasir besi, aquades, HCl, NH₄OH, NH₃, etanol, *Rhodamin B*, HCl dan NaOH, FeCl₃, KOH.

3.3 Prosedur percobaan

Teknik pengambilan sampel Tandan Kosong Kelapa Sawit

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tandan kosong kelapa sawit dengan teknik pengambilan sampel diambil oleh peneliti dari Sekitaran PT. Era Wira Forestama. Tandan kosong kelapa sawit yang berupa tandan besar dihancurkan hingga bentuknya menjadi serabut supaya hasil yang didapatkan maksimal.

Pembuatan biochar A. preparasi sampel

Preparasi sampel TKKS dicuci terlebih dahulu sampai bersih, kemudian dijemur di bawah sinar matahari selama 4-8 hari sampai TKKS kering maksimal sehingga memiliki kadar air maksimal 15%.

Proses pembuatan karbon aktif dari Tandan Kosong Kelapa Sawit

1. Karbonisasi

Prosedur kerja ini merujuk pada pada jurnal (Dyah *et al.*, 2022), Biochar dibuat dengan Memasukkan 100 gram sampel Tandan Kosong Kelapa sawit ke dalam cawan porselen sesuai dengan kebutuhan, kemudian dibakar dalam *Furnace* diatur suhunya maksimal 350°C selama 45 menit. Dilakukan satu kali pembalikan supaya arang yang dihasilkan merata. setelah didapatkan hasil seperti arang, Kemudian arang diaktivasi.

2. Aktivasi

Diayak Biochar dari hasil pembakaran menggunakan ayakan 120 mesh, kemudian diaktivasi biochar menggunakan perbandingan 1:4 campuran Biochar : KOH. Seluruh variasi campuran dipanaskan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer hotplate* dengan kecepatan 200rpm suhu 80°C selama 4 jam, Didiamkan endapan 24 jam. Kemudian biochar dicuci dengan aquades sampai pHnya mendekati Netral. Setelah itu, Biochar dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110 °C selama 4 jam. Setelah didapatkan Biochar yang teraktivasi KOH, kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan

FTIR, XRD dan dihitung kadar air serta kadar debunya.

Preparasi dan Aktivasi Ekstrak Kulit Nanas serta Sintesis Fe₃O₄

Ekstrak kulit nanas digunakan sebagai *capping agent* dalam sintesis Fe₃O₄ karena kandungan senyawa bioaktifnya seperti flavonoid, fenol, dan tanin yang dapat berfungsi sebagai agen pereduksi dan penstabil nanopartikel. Proses pembuatan ekstrak kulit nanas dimulai dengan mencuci kulit nanas hingga bersih, kemudian ditimbang sebanyak 2000 gram. Kulit nanas tersebut

dikeringkan menggunakan oven pada suhu 40 °C hingga diperoleh simplisia kering, lalu dipotong menjadi ukuran 0,5–1 cm. Potongan simplisia dimasukkan ke dalam botol tertutup dan dimaserasi selama 5 hari menggunakan 1845 mL etanol 96%. Setelah proses maserasi selesai, larutan disaring menggunakan kertas saring dan kemudian diuapkan menggunakan *rotary evaporator* pada suhu 35 °C hingga diperoleh ekstrak kental. Ekstrak ini selanjutnya diuji skrining fitokimia dan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui keberadaan gugus fungsi aktif yang berperan dalam sintesis nanopartikel.

Pasir besi sebagai sumber ion Fe diperoleh dari Sungai Batanghari, Jambi, yang berlokasi di Jl. Lintas Sumatera, Penyengat Rendah, Aur Duri, Kecamatan Telanaipura, Kota Jambi. Proses pengambilan pasir besi dilakukan dengan memanfaatkan sifat magnetik mineral magnetit, menggunakan magnet permanen untuk memisahkan pasir besi dari pasir non-logam. Metode ini mengacu pada (Nurjanah, 2018), di mana pasir kering disaring untuk memperoleh fraksi berukuran kecil dan seragam, kemudian didekatkan pada magnet permanen dan dilakukan penarikan sebanyak 15 kali guna memperoleh pasir besi murni. Pasir besi yang telah dikumpulkan disaring kembali menggunakan ayakan 100 mesh untuk memperoleh ukuran seragam, lalu digerus menggunakan mortar agar menjadi lebih halus. Sintesis Fe_3O_4 dilakukan berdasarkan metode *green synthesis* yang dimodifikasi dari (Ramesh *et al.*, 2018). Sebanyak 40 gram pasir besi dilarutkan ke dalam 38 mL larutan HCl 12 M pada suhu 70°C dan diaduk selama 60 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah homogen, sebanyak 10 mL ekstrak kulit nanas 5% ditambahkan secara cepat ke dalam larutan sebagai agen penstabil dan pereduksi. Campuran kemudian direfluks selama 30 menit. Selanjutnya, larutan NH_4OH diteteskan perlahan untuk menaikkan pH hingga mencapai pH 10. Reaksi ini menghasilkan endapan berwarna hitam berupa partikel Fe_3O_4 yang disaring menggunakan magnet batang. Endapan disucikan dengan cara pencucian tiga kali menggunakan aquades dan sekali dengan etanol hingga pH netral, lalu dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam. Produk Fe_3O_4 yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, SEM, dan VSM untuk mengetahui struktur, morfologi, dan sifat magnetiknya. Dengan pendekatan ini, diperoleh nanopartikel Fe_3O_4 yang ramah lingkungan, stabil secara struktural, dan cocok untuk dikompositkan lebih lanjut dengan biochar dalam rangka pembentukan nanokomposit biochar magnetik yang akan digunakan untuk proses adsorpsi *Rhodamin B*. Sintesis Biochar magnetit. Prosedur kerja ini merujuk pada jurnal (Julianti *et al.* 2022), yang dimodifikasi massa Biochar. Suspensi biochar magnetit dibuat dengan mencampurkan Fe_3O_4 dengan variasi massa biochar yaitu 1, 2, 3 dimasukkan ke dalam reaktor

hidrotermal. Ditambahkan 50 mL akuades dan 25 mL Etanol. Reaktor ditutup rapat dan dipanaskan perlahan hingga suhu 150 °C selama 3 jam. Setelah dingin, campuran disaring, dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada suhu 110 °C selama 6 jam. Komposit yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR, SEM, XRD dan VSM.

Sintesis Biochar-magnetit

Prosedur kerja ini merujuk pada jurnal (Julianti *et al.* 2022), yang dimodifikasi massa Biochar. Suspensi biochar magnetit dibuat dengan mencampurkan Fe₃O₄ dengan variasi massa biochar yaitu 1, 2, 3 dimasukkan kedalam reaktor hidrotermal. Ditambahkan 50 mL akuades dan 25 mL Etanol. Reaktor ditutup rapat dan dipanaskan perlahan hingga suhu 150 °C selama 3 jam. Setelah dingin, campuran disaring, dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada suhu 110 C selama 6 jam. Komposit yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR, SEM, XRD dan VSM.

Uji Removal Rhodamin B a. Pembuatan larutan induk Rhodamin B

Sebanyak 1gram *Rhodamin B* ditimbang kemudian dilarutkan dalam labu 1000 mL dengan cara melarutkan *Rhodamin B* dalam aquades 100 mL lalu dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas, didapatkan konsentrasi larutan *Rhodamin B* 1000 ppm.

b. Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Rhodamin B.

Larutan *Rhodamin B* 1000 ppm diencerkan menjadi konsentrasi 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm. Lalu diukur absorbansi pada larutan *Rhodamin B* konsentrasi 20 ppm menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 400-800 nm untuk menentukan panjang gelombang maksimum *Rhodamin B* (λ maks). Selanjutnya diukur absorbansi larutan *Rhodamin B* 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ maks yang telah diperoleh. Nilai absorbansi yang diperoleh selanjutnya di plot ke dalam grafik kurva kalibrasi (konsentrasi vs absorbansi).

c. Penentuan Massa optimum Adsorpsi

Proses ini diawali dengan membuat larutan RB sebanyak 10 mL dilakukan variasi konsentrasi 10, mg/L, kemudian ditambahkan 50,100,150, dan 200 mg Biochar Magnetit Fe₃O₄ dan diaduk dengan kecepatan 150 rpm dengan waktu pengadukan optimum. Larutan kemudian disaring dan filtrat dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. **e. Analisis data**

Untuk menghitung efisiensi dan kapasitas adsorpsi yang dihasilkan menggunakan rumus berikut :

$$\text{- Kadar Air} = \frac{a-b}{a} \times 100\%$$

Keterangan :

a = Berat sebelum pemanasan (g) b
 = Berat Setelah pemanasan (g)

$$\text{-Kadar Abu} = \frac{b}{a} \times 100\%$$

Keterangan :

a = Berat sebelum furnace (g) b
 = Berat Setelah furnace (g)

- % Efisiensi Adsorpsi

Penentuan efisiensi adsorpsi dilakukan untuk mengetahui persentase penyerapan dari pewarna kationik *Rhodamin B* yang teradsorpsi oleh Biochar magnetit.

$$\% E = \frac{(C_{awal} - C_{akhir})}{C_{awal}} \times 100\%$$

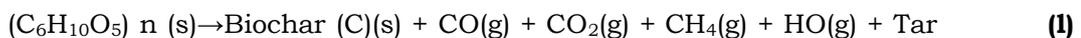
Keterangan :

% E = Efisiensi adsorpsi
 C_{awal} = Konsentrasi awal
 C_{akhir} = Konsentrasi akhir

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Biochar

Biochar merupakan bahan karbon padat yang dihasilkan dari karbonisasi biomassa dalam kondisi terbatas oksigen. Dalam penelitian ini, bahan baku biochar berasal dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS), limbah padat hasil industri kelapa sawit yang mengandung lignoselulosa tinggi. Komponen utama TKKS meliputi selulosa (30–40%), hemiselulosa (20–30%), dan lignin (20–35%) (Dewanti, 2018). Struktur lignoselulosa ini sangat ideal untuk membentuk material karbon berpori saat mengalami dekomposisi termal. Proses diawali dengan Tandan kosong kelapa sawit yang dikeringkan dan dipotong kecil, kemudian dikarbonisasi dalam furnace pada suhu 450°C selama 45 menit dalam kondisi terbatas oksigen. Pada suhu ini, terjadi dekomposisi termal bahan organik menjadi padatan karbon dengan struktur aromatik yang relatif stabil. Struktur tersebut penting untuk mendukung kekuatan adsorpsi karena menyediakan permukaan aktif yang luas serta pori-pori mikro dan meso yang dapat menjebak molekul polutan. Proses ini juga bertujuan untuk mengubah biomassa menjadi material karbon berpori yang stabil secara termal dan kimiawi. Reaksi utama yang terjadi selama karbonisasi dapat disajikan pada persamaan reaksi (1):



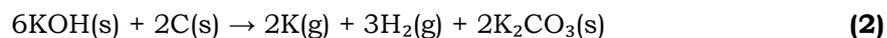
Dimana $(C_6H_{10}O_5)_n$ mewakili struktur dasar dari selulosa. Pada proses ini rantai Panjang selulosa terdegradasi melalui reaksi termal, menghasilkan tiga komponen utama berupa, biochar pada fase padat, CO, CO₂, dan CH₄ pada fase gas, serta tar (asap terembun) pada fase cair. Reaksi ini menghasilkan biochar sebagai residu padat yang kaya karbon dan bersifat *amorf*. Proses ini berperan dalam meningkatkan luas permukaan spesifik dan jumlah gugus aromatik, menjadikan biochar berpotensi tinggi sebagai adsorben. Setelah pendinginan, biochar dihaluskan dan diayak hingga diperoleh partikel halus.

Langkah selanjutnya adalah aktivasi kimia menggunakan larutan KOH. Aktivasi dilakukan dengan mencampur biochar, KOH, dan air dalam rasio 1:1:4 (w/w/v). KOH merupakan agen aktivasi yang bekerja secara kimia dan fisik, proses ini bertujuan dalam menciptakan biochar dengan kemampuan adsorpsi tinggi terhadap molekul organik seperti *Rhodamin B*, terutama melalui interaksi fisik, ikatan hidrogen, dan gaya elektrostatik sehingga memperkaya gugus fungsi aktif seperti –OH dan –COOH yang berperan dalam interaksi dengan zat warna (Yuliani *et al.*, 2023). Tahapan aktivasi ini sangat penting untuk meningkatkan luas permukaan dan porositas biochar, yang merupakan parameter utama dalam menentukan kapasitas adsorpsinya. Aktivasi dengan

KOH melibatkan reaksi kimia antara KOH dan struktur karbon pada biochar, yang menghasilkan senyawa seperti kalium karbonat dan garam kalium lainnya. Reaksi ini tidak hanya meningkatkan luas permukaan, tetapi juga menambah jumlah gugus fungsi pada permukaan biochar, sehingga meningkatkan afinitas terhadap zat warna kationik seperti *Rhodamin B* (Yuliani *et al.*, 2023). Hal ini didukung oleh penelitian (Qu *et al.*, 2021) yang menunjukkan bahwa biochar yang diaktivasi menggunakan KOH memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi terhadap berbagai polutan organik karena peningkatan luas permukaan dan keberadaan gugus fungsi aktif.

Proses ini juga bertujuan untuk membuka pori-pori *mikro* dan *meso* melalui reaksi antara KOH dan karbon pada suhu tinggi, yang menghasilkan gas-gas seperti CO, CO₂, dan H₂, yang mendorong terbentuknya porositas tinggi.

Reaksi utamanya dapat dirumuskan dengan persamaan (2) berikut:

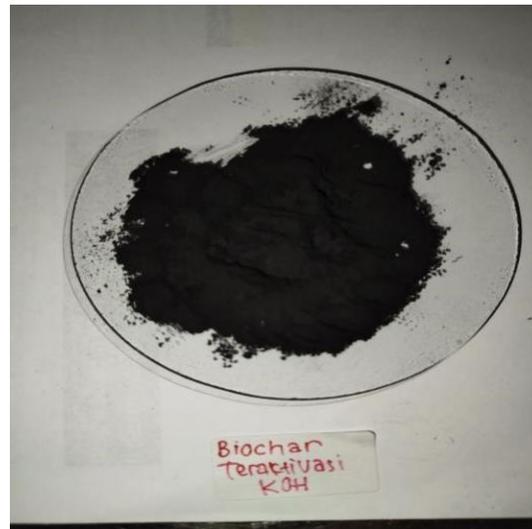


Produk sampingan seperti K₂CO₃ dan K akan keluar selama pencucian, meninggalkan struktur karbon berpori. Pencucian dilakukan hingga pH larutan filtrat mencapai nilai netral (sekitar pH 7) untuk memastikan bahwa seluruh sisa bahan kimia yang bersifat basa telah tereliminasi. Setelah itu, biochar yang telah dicuci dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 6 jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menghilangkan air bebas dari struktur biochar. Penggunaan suhu 110 °C dipilih karena cukup tinggi untuk menguapkan air tanpa merusak struktur pori atau gugus fungsi yang telah terbentuk selama proses aktivasi kimia. Adapun alur proses sintesis biochar dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Alur sintesis Biochar

Hasil sintesis kemudian di uji kadar air dan kadar abu, kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM. Adapun biochar hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Hasil sintesis biochar

Setelah proses sintesis selesai, evaluasi terhadap kadar air biochar menjadi langkah penting untuk mengetahui seberapa efektif air berhasil dihilangkan dari struktur material. Secara umum, biochar yang memiliki Kadar air merupakan salah satu parameter penting dalam karakterisasi biochar, terutama setelah tahap aktivasi kimia dan pengeringan. Kadar air menunjukkan persentase massa air yang tersisa dalam biochar setelah proses pengolahan (Pratiwi *et al.*, 2021). Parameter ini sangat berpengaruh terhadap stabilitas penyimpanan, daya adsorpsi, dan interaksi permukaan antara biochar dengan zat pencemar dalam aplikasi adsorpsi. kadar air terlalu tinggi (>20%) berisiko mengalami *degradasi mikrobiologis*, penggumpalan, serta penurunan efektivitas adsorpsi karena air dapat menempati situs aktif di permukaan material. Oleh karena itu, berdasarkan SNI No 06-3730-1995 yang mengatur tentang syarat dan Metode Uji Biochar, kadar air yang ideal untuk biochar adalah di bawah 15%, agar tetap stabil dan efisien dalam aplikasinya. Dalam penelitian ini, kadar air diukur setelah tahap aktivasi menggunakan larutan KOH dan pengeringan dengan oven pada suhu 110°C selama 6 jam. Tahapan ini bertujuan untuk menghilangkan sisa air bebas maupun air terikat yang masih menempel pada permukaan dan pori biochar akibat proses pencucian dengan aquades. Hasil dari pengukuran kadar air ini menjadi indikator keberhasilan proses pengeringan serta kualitas akhir dari biochar teraktivasi yang akan digunakan untuk sintesis komposit magnetit. Perhitungan kadar air dapat dilihat melalui persamaan berikut:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{(\text{massa sebelum pengeringan} - \text{massa sesudah pengeringan})}{\text{massa sebelum pengeringan}} \times 100\%$$

Berdasarkan rumus tersebut, dilakukan pengukuran dan pencatatan massa biochar sebelum dan sesudah proses pengeringan untuk memperoleh nilai kadar air. Hasil perhitungan kadar air biochar ditampilkan pada Tabel (2) berikut:

Tabel 2. Hasil Kadar air Biochar

Massa Biochar Sebelum Pengeringan (g)	Massa Biochar Setelah Pengeringan (g)	Kadar Air (%)
--	--	----------------------

5.00	4.35	13.00
5.00	4.25	15.00
5.00	4.30	14.00

Berdasarkan data pada **Tabel 2**, terlihat bahwa massa biochar mengalami penurunan setelah proses pengeringan, yang mengindikasikan terjadinya penguapan air bebas dari struktur biochar. Penurunan massa ini dihitung sebagai kadar air, dengan nilai rata-rata sebesar 14 %, yang masih berada dalam kisaran kadar air standar untuk biochar hasil aktivasi kimia. Dimana hal tersebut menunjukkan bahwa proses pengeringan pada suhu 110°C selama 6 jam telah cukup efektif dalam menghilangkan air bebas tanpa merusak struktur pori atau gugus fungsi yang terbentuk selama aktivasi. Hal ini penting untuk memastikan biochar siap digunakan dalam aplikasi adsorpsi, terutama dalam kondisi lingkungan berair seperti limbah cair tekstil.

Selain kadar air, salah satu parameter penting dalam karakterisasi biochar adalah kadar abu. Parameter ini memberikan gambaran mengenai kandungan anorganik yang tersisa setelah proses karbonisasi. Kadar abu merupakan fraksi residu anorganik yang tersisa setelah biomassa organik mengalami pembakaran sempurna dalam kondisi suhu tinggi (Pratiwi *et al.*, 2021). Abu terdiri dari unsur-unsur mineral seperti kalsium (Ca), kalium (K), magnesium (Mg), fosfor (P), silika (Si), dan besi (Fe) yang secara alami terdapat dalam struktur biomassa. Dalam konteks pembuatan biochar dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS), kadar abu menjadi salah satu parameter penting untuk mengevaluasi kualitas biochar (Siswati *et al.*, 2022). Nilai kadar abu yang terlalu tinggi dapat menurunkan performa biochar sebagai adsorben karena abu cenderung menyumbat pori-pori aktif dan menurunkan luas permukaan spesifik. Sebaliknya, kadar abu yang terlalu rendah dapat mengindikasikan proses karbonisasi yang tidak optimal, atau berkurangnya kandungan mineral yang justru diperlukan sebagai situs aktif dalam proses adsorpsi.

Secara umum, kadar abu biochar yang baik berada pada kisaran 3%– 8%, tergantung pada jenis biomassa, kondisi karbonisasi (suhu dan waktu), serta perlakuan pasca-produksi seperti aktivasi kimia (Curcio *et al.*, 2025).

Suhu karbonisasi yang terlalu tinggi (>600°C) cenderung meningkatkan kadar abu akibat dekomposisi total senyawa volatil, sedangkan suhu rendah (<400°C) mungkin menghasilkan kadar abu rendah namun dengan biochar yang masih mengandung material organik yang belum terkarbonisasi sempurna. Pengujian kadar abu dilakukan dengan membakar sampel biochar dalam *furnace* pada suhu tinggi (600 °C) selama beberapa jam hingga seluruh komponen organik terbakar habis dan tersisa hanya komponen anorganik. Perhitungan kadar abu dinyatakan dalam persen berat (wt%) terhadap massa biochar awal setelah pengeringan. Kadar abu (%) dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Kadar Abu} = \frac{\text{Berat Abu}}{\text{Berat Sampel Awal}} \times 100\%$$

Data hasil pengukuran kadar abu disajikan pada Tabel 3 berikut:

Tabel 3. Hasil Kadar abu Biochar

Massa Biochar kering (g)	Massa abu (g)	Kadar abu (%)
5.00	0,310	6,20
5.00	0,275	5,50
5.00	0,295	5,90

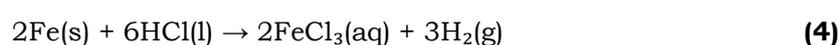
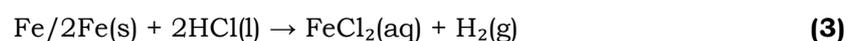
Berdasarkan **Tabel 3**, Hasil kadar abu biochar dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) yang diperoleh dalam penelitian ini menunjukkan nilai rata-rata sebesar 5,87%. Nilai ini termasuk dalam kisaran ideal untuk biochar yang digunakan sebagai adsorben, yaitu antara 3% hingga 8%. Hasil penelitian ini sejalan dengan studi terdahulu, Dimana Menurut (Purnomo *et al.*, 2017), kadar abu biochar dari TKKS yang dikarbonisasi pada suhu 450–500°C berkisar antara 5,5% hingga 6,5%, tergantung pada waktu pembakaran dan kondisi tertutupnya sistem karbonisasi. Kadar abu yang terlalu tinggi dapat menunjukkan bahwa sebagian besar bahan organik telah terdegradasi menjadi residu mineral, yang dapat mengurangi efisiensi adsorpsi karena menurunkan luas permukaan dan menyumbat pori-pori aktif. Sebaliknya, kadar abu yang terlalu rendah dapat menunjukkan proses karbonisasi yang tidak sempurna, di mana masih banyak senyawa volatil atau bahan organik yang tersisa.

4.2 Sintesis Fe₃O₄

Proses sintesis partikel Fe₃O₄ yang digunakan untuk memodifikasi biochar dalam penelitian ini dilakukan melalui metode *Greensynthesis* menggunakan bahan baku pasir besi yang diambil dari Sungai Batanghari di Provinsi Jambi. Pasir besi ini mengandung mineral yang memiliki sifat magnetit yang khas, sehingga memungkinkan untuk dimodifikasi menjadi partikel magnetit yang bermanfaat dalam proses adsorpsi, khususnya dalam interaksi dengan biochar yang telah diaktivasi. Proses sintesis Fe₃O₄ melibatkan beberapa tahap kimiawi yang penting dan memerlukan pengendalian parameter untuk memastikan hasil yang optimal. Langkah pertama dalam proses sintesis Fe₃O₄ adalah pemisahan pasir besi dari material non-besi. Penggunaan magnet permanen dalam proses ini memanfaatkan sifat alami dari mineral magnetit yang memiliki sifat *ferromagnetit*. Kandungan mineral magnetit yang cukup tinggi memungkinkan pemisahan secara efektif sehingga diperoleh pasir besi yang lebih murni dengan ukuran yang lebih seragam.

Setelah pasir besi yang telah dipurifikasi dan disaring, tahap selanjutnya adalah proses sintesis nanopartikel Fe₃O₄. Pasir besi dilarutkan dalam HCl 12M pada suhu 70°C. Reaksi pelarutan ini bertujuan untuk menghilangkan kotorankotoran lain yang terkandung dalam pasir besi dan memfasilitasi pembentukan ion besi (Fe²⁺ dan Fe³⁺), yang nantinya akan bereaksi untuk membentuk Fe₃O₄.

Mekanisme reaksi dapat kita lihat pada persamaan (3) dan (4) berikut:



Larutan Fe^{2+} dan Fe^{3+} inilah yang menjadi prekursor dalam pembentukan nanopartikel Fe_3O_4 . Proporsi molar antara Fe^{2+} dan Fe^{3+} adalah 1:2, sesuai dengan stoikiometri Fe_3O_4 . Kehadiran kedua ion ini sangat penting dalam menjamin struktur kristal dan sifat magnetit dari produk akhir. Berdasarkan kondisi redoks yang terbentuk di lingkungan asam kuat (HCl), atom besi teroksidasi menjadi ion Fe^{2+} (ferro) dan sebagian menjadi Fe^{3+} (ferri), tergantung dari jumlah HCl dan lama pemanasan. Proporsi ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} yang tepat sangat penting karena Fe_3O_4 merupakan campuran dari FeO (Fe^{2+}) dan Fe_2O_3 (Fe^{3+}) dengan rasio molar 1:2. Maka, keberhasilan sintesis sangat ditentukan oleh kestabilan dan rasio ion besi yang diperoleh pada tahap ini.

Setelah larutan ion $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ terbentuk, ekstrak kulit nanas ditambahkan ke dalam larutan sebagai agen bioreduktor. Peran ekstrak ini adalah untuk menstimulasi reduksi sekaligus menstabilkan partikel Fe_3O_4 yang terbentuk melalui ikatan dengan gugus fungsional senyawa bioaktif di dalamnya. Senyawa fenolik, dapat mereduksi sebagian ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} sehingga menghasilkan rasio optimal untuk pembentukan Fe_3O_4 . Gugus hidroksil (-OH) dan ikatan rangkap dalam struktur aromatik senyawa ini memfasilitasi transfer elektron dalam kondisi reaksi yang terkontrol. Mekanisme ini sesuai dengan prinsip *green synthesis*, di mana agen reduksi berasal dari sumber alami yang dapat terurai di lingkungan dan tidak toksik.

Penggunaan bahan alami yaitu ekstrak kulit nanas menjadi pendekatan yang ramah lingkungan dan berkelanjutan, sejalan dengan prinsip *green Synthesis*, Dimana menurut (Ramesh *et al.*, 2018) Kulit nanas diketahui kaya akan senyawa metabolit sekunder seperti flavonoid, tanin, saponin, dan polifenol, yang memiliki kemampuan sebagai agen pereduksi dan pengompleks logam Sebelum digunakan, kulit nanas terlebih dahulu dikeringkan dan kemudian dihaluskan untuk memperbesar luas permukaannya. Peningkatan luas permukaan ini bertujuan agar senyawa aktif di dalam kulit nanas dapat terekstraksi secara maksimal. Serbuk kulit nanas kemudian diekstrak menggunakan metode maserasi dalam pelarut etanol, yang bertujuan untuk mengekstraksi senyawa - senyawa bioaktif dari kulit nanas. Setelah proses maserasi selesai, pelarut etanol diuapkan menggunakan *rotary evaporator*, yang bertujuan untuk memisahkan pelarut etanol dari ekstrak kulit nanas, sehingga diperoleh ekstrak yang lebih pekat. Ekstrak pekat yang dihasilkan kemudian diuji menggunakan uji skrining fitokimia untuk mengidentifikasi kandungan senyawa metabolit sekunder. Uji skrining fitokimia menunjukkan bahwa ekstrak kulit nanas mengandung berbagai senyawa bioaktif yang potensial.

Adapun hasil uji fitokimia dapat dilihat pada tabel 4 berikut:

Tabel 4. Hasil skrining fitokimia ekstrak kulit nanas

Metabolit Sekunder	Pereaksi	Hasil
Alkaloid	Mayer/Dregendroff	-/-
Flavonoid	Mg, HCl, etanol	+

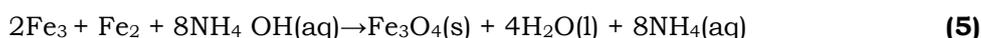
Fenolik	FeCl ₃ 1%	+
Kuinon	NaOH 1M	-
Saponin	Akuades	+
Terpenoid	H ₂ SO ₄	-

Keterangan: (+) mengandung senyawa metabolit sekunder, (-) tidak mengandung senyawa metabolit sekunder.

Berdasarkan data pada **Tabel 4** menunjukkan hasil positif ekstrak kulit nanas yaitu mengandung metabolit sekunder seperti flavonoid, fenolik, saponin. Sedangkan hasil negatif yaitu senyawa alkaloid, kuinon dan terpenoid. Kandungan senyawa tersebut membuktikan bahwa ekstrak kulit nanas berpotensi sebagai agen bioreduktor alami dalam pembentukan nanopartikel logam oksida. Senyawa fenolik dan flavonoid khususnya dikenal memiliki gugus hidroksil (-OH) dan struktur aromatik yang mengandung atom oksigen dan ikatan rangkap. Struktur ini memungkinkan mereka bertindak sebagai agen pereduksi alami, karena elektron bebas dari gugus hidroksil dapat mentransfer elektron ke ion logam, dalam hal ini Fe³⁺ dan Fe²⁺. Proses ini menghasilkan pembentukan partikel logam nol valensi atau oksida logam stabil.

Menurut (Ramesh *et al.*, 2018), senyawa fenolik sangat efektif dalam mereduksi ion Fe³⁺/Fe²⁺ menjadi Fe (0), yang kemudian membentuk partikel Fe₃O₄ melalui jalur presipitasi. Selain itu, senyawa seperti tanin dan saponin juga berkontribusi dalam menstabilkan nanopartikel karena kemampuannya berikatan dengan permukaan partikel melalui interaksi hidrogen atau gaya elektrostatik. Dengan demikian, senyawa metabolit sekunder dalam ekstrak kulit nanas tidak hanya memfasilitasi pembentukan Fe₃O₄, tetapi juga berperan dalam mengontrol ukuran partikel, morfologi, dan kestabilan suspensi yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa pendekatan *green synthesis* menggunakan bahan alam seperti kulit nanas memiliki prospek yang tinggi dalam sintesis nanopartikel, termasuk dalam pengembangan material adsorben ramah lingkungan.

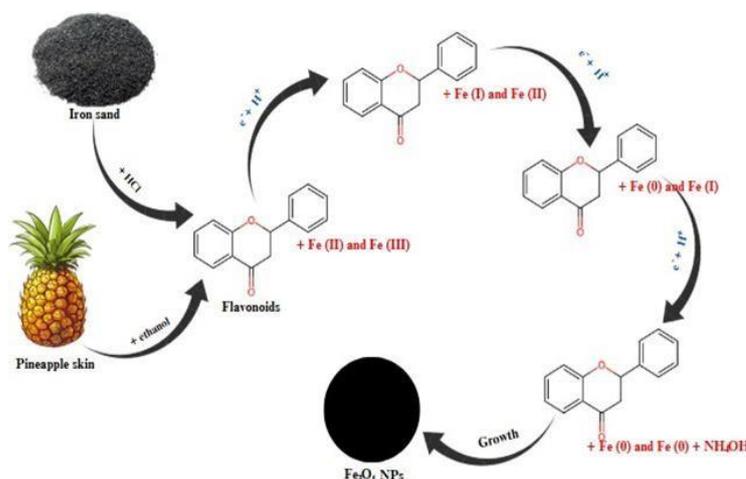
Selanjutnya, dilakukan penambahan larutan NH₄OH secara tetes demi tetes hingga mencapai pH 10. Penambahan tersebut bertujuan agar reaksi presipitasi terjadi secara perlahan untuk menghindari pembentukan agregat besar dan memastikan pembentukan inti partikel (*nucleation*) berlangsung merata serta menaikkan pH sistem reaksi hingga sekitar pH 10, yang merupakan kondisi optimum untuk presipitasi ion Fe²⁺ dan Fe³⁺ menjadi Fe₃O₄. Reaksi presipitasi dapat dituliskan dengan persamaan (5) berikut:



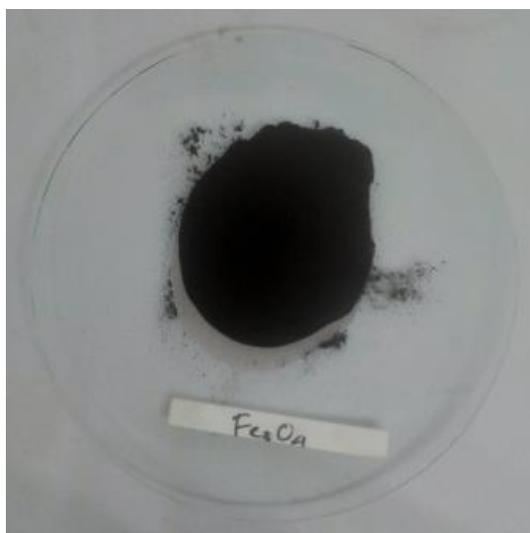
Dalam suasana basa, ion OH⁻ dari NH₄OH bereaksi dengan ion besi yang membentuk besi oksida yang memiliki warna hitam khas, menunjukkan keberhasilan presipitasi magnetit. Proses ini disertai dengan refluks dan pengadukan selama 30 menit, menjaga kestabilan suhu dan meningkatkan homogenitas. Selama reaksi, senyawa bioaktif dalam ekstrak kulit nanas

berikatan dengan permukaan partikel Fe_3O_4 yang baru terbentuk, berfungsi sebagai *capping agent* yang menghambat agregasi partikel sehingga menghasilkan nanopartikel dengan distribusi ukuran yang lebih sempit dan morfologi yang lebih seragam.

Setelah reaksi selesai, endapan disaring kemudian dicuci beberapa kali menggunakan aquades dan etanol untuk menghilangkan sisa reagen, ion-ion bebas, serta senyawa pengotor lainnya. Pencucian dilakukan hingga pH larutan mendekati netral, menandakan bahwa tidak ada residu asam yang tersisa. Tahap terakhir dari sintesis adalah pengeringan partikel Fe_3O_4 pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Suhu ini dipilih agar tidak menyebabkan perubahan fasa atau sintering partikel, sehingga ukuran nanopartikel tetap terjaga. Produk kering yang diperoleh adalah nanopartikel Fe_3O_4 berwarna hitam dengan sifat magnetit yang khas. Adapun mekanisme reaksi pembentukan Fe_3O_4 dapat dilihat pada gambar (12).



Gambar 12. Ilustrasi Pembentukan Fe_3O_4 (Kodarta *et al.*, 2024) Hasil sintesis Fe_3O_4 kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, VSM, SEM dan FTIR. Adapun hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 13.



Gambar 13. Hasil Sintesis Fe_3O_4

4.3 Sintesis Nanokomposit Biochar-magnetit Fe₃O₄

Pembuatan nanokomposit biochar magnetit Fe₃O₄ dilakukan dengan metode hidrotermal, yaitu suatu metode reaksi dalam kondisi suhu dan tekanan tinggi dalam lingkungan tertutup yang memungkinkan terbentuknya material dengan struktur yang lebih homogen, kristalin, serta interaksi kimia yang kuat antara komponen penyusun. Dalam penelitian ini, metode hidrotermal digunakan untuk menggabungkan biochar yang berasal dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dengan serbuk Fe₃O₄ hasil presipitasi pasir besi dari Batanghari, Jambi. Pada tahap awal sintesis komposit biochar magnetit dilakukan pencampuran antara biochar dengan serbuk magnetit (Fe₃O₄).

Campuran tersebut kemudian dimasukkan ke dalam reaktor hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 180 °C selama 12 jam. Pemanasan dalam autoklaf menghasilkan kondisi tekanan uap yang tinggi dan lingkungan tertutup, yang mempercepat laju reaksi dan mendorong proses difusi partikel Fe₃O₄ ke permukaan biochar. Proses ini tidak hanya membantu mendistribusikan partikel Fe₃O₄ secara merata ke permukaan pori-pori biochar, tetapi juga memungkinkan terjadinya interaksi kuat antara gugus fungsional pada biochar (seperti –OH dan –COOH) dengan partikel magnetik, sehingga meningkatkan kestabilan struktur nanokomposit. Dengan demikian, penggunaan metode hidrotermal berbasis autoklaf menjadi kunci penting dalam menghasilkan material biochar magnetit yang unggul secara struktural dan fungsional untuk aplikasi adsorpsi *Rhodamin B*.

Biochar sebagai material karbon *amorf* berpori berfungsi sebagai *support matrix* atau substrat tempat melekatnya partikel Fe₃O₄. Meningkatnya massa biochar diharapkan dapat menyediakan luas permukaan yang lebih besar serta jumlah pori yang lebih banyak, sehingga mendukung penyebaran dan fiksasi partikel Fe₃O₄ secara merata. Hal ini penting karena sebaran partikel yang homogen akan menghasilkan material komposit dengan aktivitas permukaan yang tinggi dan efisiensi adsorpsi yang lebih baik. Dari sisi sifat material, biochar memiliki gugus fungsional seperti hidroksil (–OH), karbonil (C=O), dan karboksilat (–COOH) pada permukaannya yang dapat berinteraksi dengan ion logam seperti Fe²⁺ dan Fe³⁺ melalui ikatan hidrogen, gaya elektrostatik, atau bahkan interaksi koordinatif. Hubungan ini memungkinkan terjadinya *surface anchoring* dari partikel Fe₃O₄ pada permukaan biochar, sehingga partikel logam tidak hanya terjebak secara fisik di dalam pori, tetapi juga terikat secara kimiawi lemah dengan dinding pori biochar.

Komposisi massa biochar yang digunakan divariasikan dalam tiga variasi, yaitu 1, 2, dan 3 gram, sementara massa Fe₃O₄ dipertahankan konstan sebesar 1 gram. Strategi ini bertujuan untuk menentukan komposisi optimum yang dapat memberikan keseimbangan antara luas permukaan spesifik, jumlah situs aktif, dan sifat magnetik material. Beberapa studi sebelumnya mendukung pendekatan ini, di antaranya penelitian oleh (Dong *et al.*, 2022), yang menunjukkan bahwa

peningkatan rasio biochar terhadap Fe_3O_4 mampu meningkatkan kapasitas adsorpsi namun menurunkan sifat magnetik, sehingga diperlukan optimasi untuk memperoleh performa terbaik. Penelitian lain oleh (Intan *et al.*, 2022) juga melaporkan bahwa rasio 2:1 antara biochar dan Fe_3O_4 menghasilkan dispersi partikel magnetik yang lebih baik serta kapasitas adsorpsi maksimum terhadap fenol. Studi oleh (Balaji *et al.* (2019), yang menekankan bahwa distribusi Fe_3O_4 dalam matriks karbon sangat dipengaruhi oleh rasio massa komponen, yang selanjutnya memengaruhi efisiensi interaksi adsorptif seperti ikatan elektrostatik dan π - π stacking. Oleh karena itu, variasi rasio massa yang digunakan dalam penelitian ini tidak hanya penting dalam aspek sintesis material, tetapi juga krusial dalam mengidentifikasi korelasi antara struktur mikro, sifat kimia permukaan, dan performa fungsionalnya dalam proses adsorpsi. Biochar sebagai material karbon *amorf* berpori berfungsi sebagai *support matrix* atau substrat tempat melekatnya partikel Fe_3O_4 . Meningkatnya massa biochar diharapkan dapat menyediakan luas permukaan yang lebih besar serta jumlah pori yang lebih banyak, sehingga mendukung penyebaran dan fiksasi partikel Fe_3O_4 secara merata. Hal ini penting karena sebaran partikel yang homogen akan menghasilkan material komposit dengan aktivitas permukaan yang tinggi dan efisiensi adsorpsi yang lebih baik. Dari sisi sifat material, biochar memiliki gugus fungsional seperti hidroksil ($-\text{OH}$), karbonil ($\text{C}=\text{O}$), dan karboksilat ($-\text{COOH}$) pada permukaannya yang dapat berinteraksi dengan ion logam seperti Fe^{2+} dan Fe^{3+} melalui ikatan hidrogen, gaya elektrostatik, atau bahkan interaksi koordinatif. Hubungan ini memungkinkan terjadinya *surface anchoring* dari partikel Fe_3O_4 pada permukaan biochar, sehingga partikel logam tidak hanya terjebak secara fisik di dalam pori, tetapi juga terikat secara kimiawi lemah dengan dinding pori biochar.

Dalam tahap awal sintesis nanokomposit Biochar magnetit campuran biochar dan serbuk Fe_3O_4 ditambahkan dengan 50 mL akuades dan 25 mL etanol sebagai media pelarut. Penggunaan dua pelarut ini, yaitu akuades sebagai medium polar utama dan etanol sebagai pelarut ko-solven, memiliki peran penting secara kimia dan fisik dalam sistem reaksi. Akuades berfungsi sebagai pelarut universal yang mampu melarutkan sebagian besar senyawa ionik dan polar, serta menyediakan lingkungan hidrotermal yang sesuai untuk pembentukan ikatan dan interaksi antar-partikel selama proses pemanasan. Penambahan etanol berfungsi sebagai ko-surfaktan yang membantu meningkatkan dispersi partikel dalam larutan serta mencegah aglomerasi Fe_3O_4 selama proses pencampuran. Etanol juga memiliki tegangan permukaan yang lebih rendah dibandingkan air, sehingga mampu menembus struktur pori biochar dengan lebih efektif dan memfasilitasi interaksi antara partikel Fe_3O_4 dan permukaan biochar. Menurut penelitian (Zhang *et al.*, 2017), penggunaan etanol dalam media pelarut dapat meningkatkan homogenitas pencampuran serta memperkuat ikatan fisik antara material magnetik dan matriks karbon, yang pada akhirnya berdampak positif terhadap kestabilan

struktur dan efisiensi adsorpsi nanokomposit yang dihasilkan. Dalam kondisi reaksi hidrotermal yang mencapai suhu hingga 450°C, etanol dapat terdekomposisi secara parsial menghasilkan senyawa-senyawa seperti asetaldehida dan hidrogen aktif. Hidrogen aktif ini berpotensi mereduksi ion besi (Fe^{3+}) yang mungkin terbentuk akibat oksidasi parsial Fe_3O_4 selama pemanasan, sehingga membantu menjaga kestabilan fasa magnetit (Fe_3O_4) dan mencegah konversi menjadi hematit (Fe_2O_3), yang secara struktural dan sifat magnetiknya lebih lemah serta kurang stabil untuk aplikasi adsorpsi. Proses ini dapat dijelaskan secara sederhana melalui reaksi:



Dengan demikian, etanol tidak hanya berperan sebagai pelarut bantu, tetapi juga sebagai komponen kimia yang mendukung stabilisasi struktur Fe_3O_4 dalam bentuk fasa yang diinginkan. Kombinasi kedua pelarut ini menciptakan sistem reaksi yang homogen dan reaktif, sehingga memaksimalkan keberhasilan sintesis nanokomposit Biochar magnetit dengan karakteristik morfologi dan permukaan yang optimal untuk aplikasi adsorpsi zat warna seperti *Rhodamin B*.

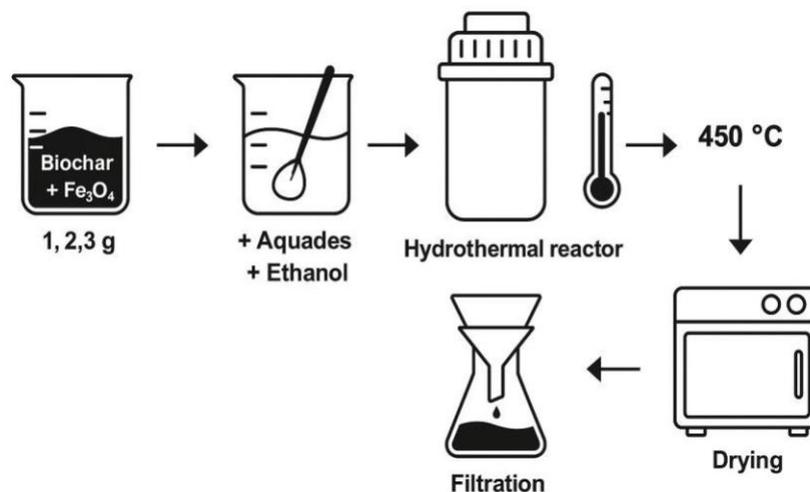
Tahap selanjutnya suspensi dimasukkan ke dalam reaktor autoklaf berbahan *stainless steel* dan dipanaskan hingga 150°C selama 3 jam. Pada kondisi ini, reaksi berlangsung dalam fase subkritis di mana air dan etanol bertindak sebagai medium *fluida superheated* yang memiliki viskositas rendah dan konduktivitas termal tinggi. Hal ini memungkinkan difusi, pelarutan, dan interaksi permukaan terjadi secara optimal. Suhu tinggi yang dihasilkan dalam reaktor memicu peningkatan energi kinetik partikel dalam suspensi. Partikel Fe_3O_4 , yang semula terdispersi secara acak dalam larutan, terdorong untuk bergerak aktif melalui mekanisme difusi termal ke dalam pori-pori biochar. Biochar, yang sebelumnya telah diaktivasi dan memiliki struktur berpori mesopori–makropori, menyediakan area permukaan luas yang sangat reaktif terhadap partikel asing. Proses ini dikenal sebagai impregnasi in-situ, yang mengandalkan gradien suhu dan konsentrasi dalam sistem tertutup. Permukaan biochar yang telah teraktivasi. Dalam larutan, permukaan Fe_3O_4 membawa muatan positif ($\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$) yang dapat berinteraksi secara elektrostatik dengan gugus negatif pada biochar. Selain itu, interaksi fisis seperti gaya van der Waals dan ikatan hidrogen dapat terbentuk antara –OH dan Fe-O pada permukaan Fe_3O_4 . Reaksi antara gugus fungsional biochar dan permukaan partikel magnetit dapat dilihat pada persamaan reaksi (10):



ini menggambarkan ikatan koordinasi lemah yang terbentuk antara atom oksigen dalam gugus karboksilat/karbonil dan pusat logam besi, mirip dengan mekanisme pada kompleksasi logam dalam kimia koordinasi. Meskipun bukan reaksi kimia redoks utama, proses ini menghasilkan fiksasi permukaan yang kuat dan permanen.

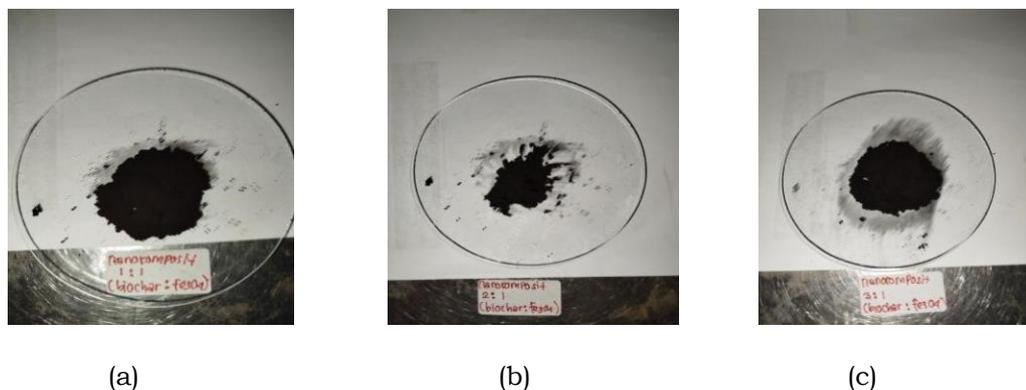
Secara kimiawi, tidak terjadi pembentukan senyawa baru, ikatan fisik dan interaksi permukaan antara gugus aktif pada biochar (seperti $-OH$ dan $-COOH$) dengan permukaan Fe_3O_4 tetap berlangsung. Proses ini melibatkan interaksi elektrostatis dan ikatan hidrogen, serta potensi koordinasi lemah yang menghasilkan keterikatan antara material karbon dengan partikel magnetit. Reaksi di atas menunjukkan pembentukan ikatan fisik antara permukaan biochar dengan oksida besi. Selain itu, tekanan tinggi dalam reaktor menyebabkan Fe_3O_4 terdifusi lebih dalam ke permukaan dan struktur pori biochar, memperbesar luas kontak spesifik yang sangat penting untuk proses adsorpsi.

Setelah terbentuk, ikatan-ikatan permukaan ini tidak hanya menjaga kestabilan Fe_3O_4 agar tidak terlepas dari biochar, tetapi juga meningkatkan integrasi antara komponen anorganik (Fe_3O_4) dan organik (karbon biochar). Karena Fe_3O_4 dapat dengan mudah teroksidasi menjadi Fe_2O_3 (*hematit*) atau beragregasi, lingkungan hidrotermal yang kaya etanol sekaligus bertindak sebagai agen pelindung (*stabilizer*) dan mencegah sintering partikel magnetit. Efek akhirnya adalah terbentuknya nanokomposit Biochar magnetit dengan partikel magnetit yang terdistribusi merata dan kuat pada permukaan dan dalam pori-pori biochar. Komposit ini menunjukkan keunggulan dalam aplikasi adsorpsi, baik karena luas permukaan tinggi, sifat magnetit, maupun gugus fungsional aktif yang dapat menarik molekul-molekul polutan seperti zat warna *Rhodamin B* melalui interaksi elektrostatis dan hidrofobik. Ilustrasi Pembentukan Nanokomposit Biochar magnetit dapat di lihat pada Gambar 14.



Gambar 14. Ilustrasi Proses pembentukan Nanokomposit Setelah reaksi selesai dan campuran didinginkan, proses pemisahan dilakukan melalui penyaringan dan pencucian menggunakan aquades hingga pH netral untuk menghilangkan residu etanol dan ion bebas yang tertinggal. Material hasil penyaringan kemudian dikeringkan di oven pada suhu $110^{\circ}C$ selama 6 jam untuk menghilangkan kelembapan dan menstabilkan struktur komposit yang terbentuk. Penggunaan metode hidrotermal dalam sintesis ini memberikan

keuntungan berupa sebaran Fe_3O_4 yang merata, peningkatan ikatan antar komponen. Ciri fisik dari biochar-magnetit yang terbentuk meliputi warna hitam pekat yang lebih mengilap dari biochar awal, tekstur lebih padat, dan memiliki sifat magnetit yang terlihat dari respon material terhadap medan magnet eksternal. Sifat magnetit ini menandakan keberhasilan integrasi partikel Fe_3O_4 ke dalam matriks karbon biochar. Hasil sintesis nanokomposit Biochar magnetit dapat ditampilkan pada Gambar 15.

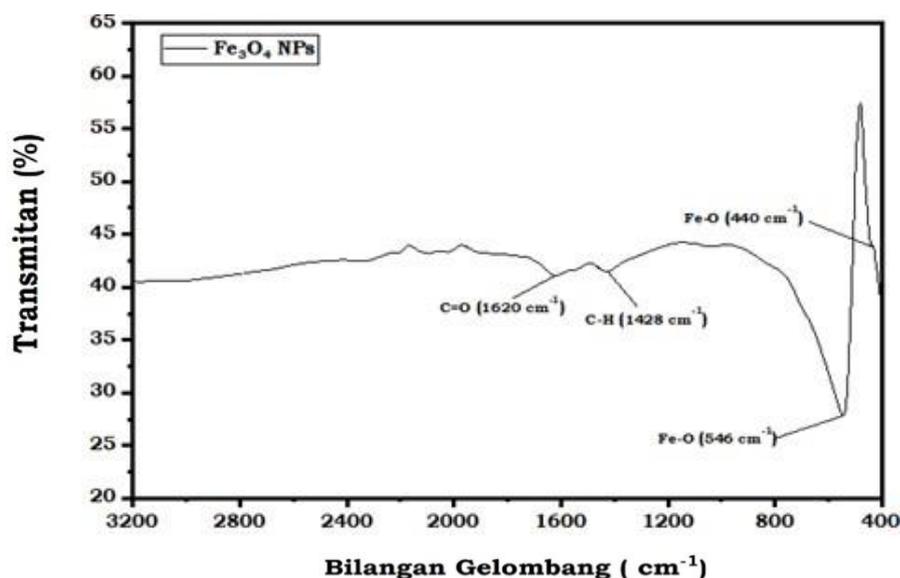


Gambar 15. Hasil sintesis Nanokomposit biochar magnetit (a) 1:1, (b) 2:1, (c) 3:1

4.4 Karakterisasi

Fourier Transform Infrared (FTIR)

Dilakukan analisis spektrum FTIR Fe_3O_4 bertujuan untuk mengidentifikasi keberadaan gugus-gugus fungsi khas yang menandakan terbentuknya senyawa magnetit (Fe_3O_4) dan memastikan tidak terdapat senyawa pengotor lain seperti hematit (Fe_2O_3) atau maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Spektrum FTIR memberikan informasi penting terkait interaksi ikatan kimia antar atom dalam struktur material, terutama pada daerah serapan spesifik yang menjadi ciri khas dari oksida logam. Berikut ditampilkan spektrum FTIR dari sampel Fe_3O_4 hasil sintesis pada Gambar 16.



Gambar 16. Spektrum FTIR Fe_3O_4

Interpretasi lanjutan terhadap *spektrum Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilakukan melalui analisis komparatif antara bilangan gelombang hasil

karakterisasi sampel dengan data pustaka dari penelitian terdahulu yang relevan. Pendekatan ini bertujuan untuk memastikan bahwa pita-pita serapan yang terdeteksi benar-benar merepresentasikan mode vibrasi khas dari ikatan kimia yang membentuk gugus fungsi penyusun utama nanopartikel Fe_3O_4 . Identifikasi gugus fungsi tersebut menjadi sangat penting dalam mengonfirmasi keberhasilan sintesis material serta memahami komposisi kimia dari senyawa hasil reaksi. Dalam penelitian ini, proses interpretasi dilakukan dengan merujuk pada referensi ilmiah yang telah dipublikasikan oleh (Nemr *et al.*, 2021) dan (Urian *et al.*, 2021), yang secara khusus membahas karakteristik spektral material berbasis magnetit (Fe_3O_4) dan karbon. Perbandingan dilakukan terhadap pita-pita serapan utama yang diharapkan muncul, antara lain vibrasi regangan (*stretching*) dari gugus Fe–O, serta kemungkinan keberadaan gugus karbon seperti C–H dan C=O yang mungkin berasal dari prekursor karbon atau hasil modifikasi permukaan. Hasil perbandingan tersebut kemudian disajikan dalam bentuk tabel untuk memberikan gambaran yang sistematis dan terstruktur mengenai posisi bilangan gelombang hasil sintesis serta korespondensinya dengan data pustaka. Dengan demikian, identifikasi terhadap gugus fungsi yang terbentuk dapat dilakukan secara lebih akurat dan dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah. Adapun ringkasan hasil interpretasi spektrum FTIR dari sampel Fe_3O_4 disajikan pada tabel 5.

berikut:

Tabel 5. Interpretasi spektrum FTIR Fe_3O_4

-1				
Sampel	Hasil Sintesis	(Nemr <i>et al.</i> , 2021)	(Urian <i>et al.</i> , 2021)	Keterangan
	dan			
	1428	1469	1434	
	1620	1645	1637	
Bilangan Gelombang (cm)				

Fe_3O_4	440	546	530	548	Fe-O
					C-H
					C=O

Berdasarkan spektrum FTIR yang diperoleh Gambar 16, terdapat dua pita serapan khas yang muncul masing-masing pada bilangan gelombang 440 cm^{-1} dan 546 cm^{-1} , yang diatribusikan pada vibrasi regangan ikatan logam– oksigen (Fe–O). Pita serapan pada 546 cm^{-1} berkaitan dengan getaran regangan simetris dari ion Fe dalam situs tetrahedral pada struktur spinel magnetit, sedangkan pita pada 440 cm^{-1} menunjukkan vibrasi regangan Fe–O dalam situs oktahedral. Keberadaan kedua pita ini merupakan indikasi kuat terbentuknya fasa magnetit (Fe_3O_4), yang dikenal memiliki struktur spinel campuran (*mixed spinel*) dengan distribusi ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} pada kedua situs koordinasi. Spektrum ini sesuai dengan temuan dalam literatur, di mana (Nemr *et al.*, 2021) melaporkan pita

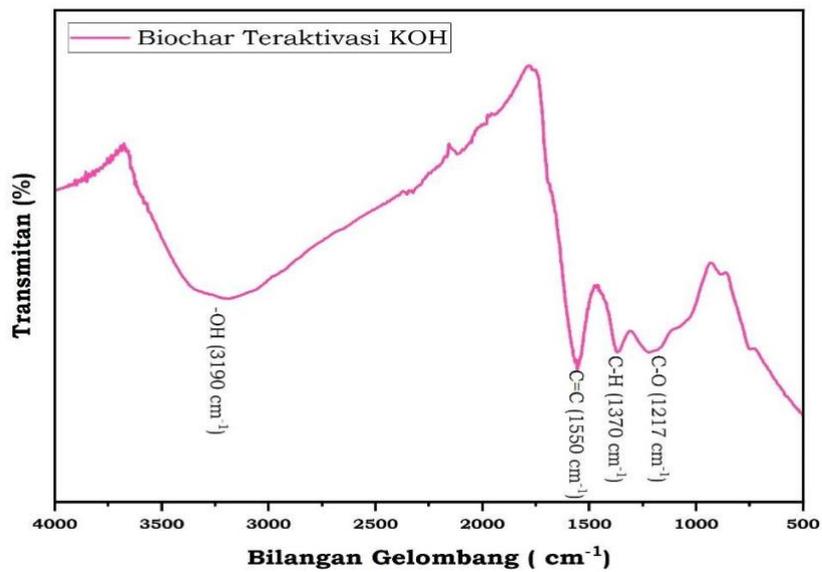
serapan Fe–O pada 530 cm^{-1} , dan (Urian *et al.*, 2021) melaporkan pada 548 cm^{-1} , sebagaimana dirangkum dalam Tabel 5 . Perbedaan nilai bilangan gelombang yang relatif kecil tersebut masih dapat diterima, mengingat bahwa posisi pita vibrasi sangat bergantung pada beberapa faktor, seperti ukuran partikel, kristalinitas, metode sintesis, serta adanya tegangan internal pada kisi kristal. Pita serapan yang bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah (*red shift*) dapat mengindikasikan ukuran partikel yang lebih kecil, atau perubahan panjang akibat distorsi kisi.

Selain pita-pita khas Fe–O, spektrum FTIR juga menunjukkan keberadaan pita serapan minor pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dan 1428 cm^{-1} . Pita pada 1620 cm^{-1} dikaitkan dengan vibrasi regangan gugus karbonil (C=O), sementara pita pada 1428 cm^{-1} berasal dari vibrasi lentur gugus metilena (C–H). Keberadaan kedua pita ini kemungkinan besar berasal dari sisa senyawa organik atau anorganik dari proses sintesis, seperti ion prekursor (FeCl_3 atau FeSO_4), pelarut, atau bahkan surfaktan atau agen penstabil yang digunakan dalam sintesis. Jika dibandingkan dengan referensi literatur Nemr *et al.* (2021), melaporkan gugus C=O dan C–H masing-masing pada 1645 cm^{-1} dan 1469 cm^{-1} , sementara Urian *et al.* (2021) melaporkan pada 1637 cm^{-1} dan 1434 cm^{-1} . Dengan demikian, meskipun terdapat pergeseran ringan ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah, keberadaan pita-pita tersebut tetap relevan dan sejalan dengan karakteristik nanopartikel hasil sintesis berbasis metode kopresipitasi.

Pergeseran posisi pita vibrasi ini dapat dijelaskan secara ilmiah sebagai akibat dari interaksi ikatan hidrogen antara gugus polar dengan molekul air teradsorpsi, perubahan konformasi struktural akibat ukuran nanopartikel, atau bahkan variasi kekasaran permukaan dan efek kristal. Dalam sistem nanopartikel, fenomena permukaan memiliki pengaruh dominan terhadap lingkungan kimia gugus fungsional, yang menyebabkan perubahan pada panjang dan kekuatan ikatan. Selain itu, keberadaan gugus C–H dan C=O pada permukaan nanopartikel juga bisa menjadi indikator keberadaan gugus fungsional aktif yang berpotensi untuk dimanfaatkan lebih lanjut, seperti untuk keperluan modifikasi permukaan atau pembentukan komposit dengan material karbon seperti biochar .

Secara keseluruhan, hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa nanopartikel Fe_3O_4 hasil sintesis telah berhasil terbentuk dengan baik, sebagaimana ditunjukkan oleh pita-pita karakteristik Fe–O pada bilangan gelombang rendah. Meskipun terdapat jejak gugus organik, hal ini tidak mengindikasikan kegagalan sintesis, melainkan merupakan konsekuensi umum dari proses kimia yang tidak sepenuhnya menghilangkan semua residu. Data ini memberikan landasan penting bahwa Fe_3O_4 dalam bentuk nanopartikel memiliki struktur kimia yang sesuai untuk digunakan dalam aplikasi lanjutan, termasuk sebagai komponen fungsional dalam material komposit untuk adsorpsi limbah.

Setelah dilakukan identifikasi gugus fungsi pada material Fe_3O_4 , analisis FTIR selanjutnya dilakukan terhadap sampel biochar. Tujuannya adalah untuk mengetahui jenis gugus fungsi permukaan yang terdapat pada biochar hasil pirolisis tandan kosong kelapa sawit (TKKS). Informasi ini penting untuk memahami potensi interaksi permukaan biochar terhadap senyawa lain, terutama dalam aplikasinya sebagai material adsorben. Berikut ditampilkan spektrum FTIR dari sampel biochar pada gambar 17.



Gambar 17. Spektrum FTIR Biochar

Hasil sintesis biochar kemudian dibandingkan dengan data bilangan gelombang karakteristik yang dilaporkan oleh berbagai peneliti terdahulu untuk mengkonfirmasi keberadaan gugus fungsi utama, seperti hidroksil (-OH), karbon rangkap dua (C=C), metilena atau metil (C-H), dan karbonil (C-O). Perbandingan hasil spektrum dengan literatur menjadi penting mengingat setiap gugus fungsi memiliki bilangan gelombang khas yang dapat sedikit bergeser tergantung pada struktur kimia, derajat aktivasi, dan kondisi sintesis material. Oleh karena itu, acuan pustaka yang relevan digunakan untuk interpretasi ini antara lain Christophe & Veronica (2025), yang meneliti karakteristik biochar dari bahan lignoselulosa, serta Liu *et al.* (2015), yang mengkaji gugus fungsi biochar dari residu pertanian. Kedua referensi ini memberikan kisaran nilai bilangan gelombang yang dapat dijadikan pembandingan terhadap hasil eksperimental. Adapun hasil perbandingan antara bilangan gelombang spektrum FTIR biochar hasil sintesis dengan bilangan gelombang menurut literatur, beserta identifikasi gugus fungsinya, disajikan secara sistematis dalam Tabel 6 berikut.

Tabel 6. Interpretasi spektrum FTIR Biochar

Bilangan Gelombang (cm-1)				
Sampel	Hasil Sintesis	(Christophe & Veronica, 2025)	(Liu <i>et al.</i>, 2015)	Keterangan
Biochar	1217	1230	1220	C-O
	1370	1384	1380	C-H
	1550	1575	1580	C=C
	3190	3420	3430	-OH

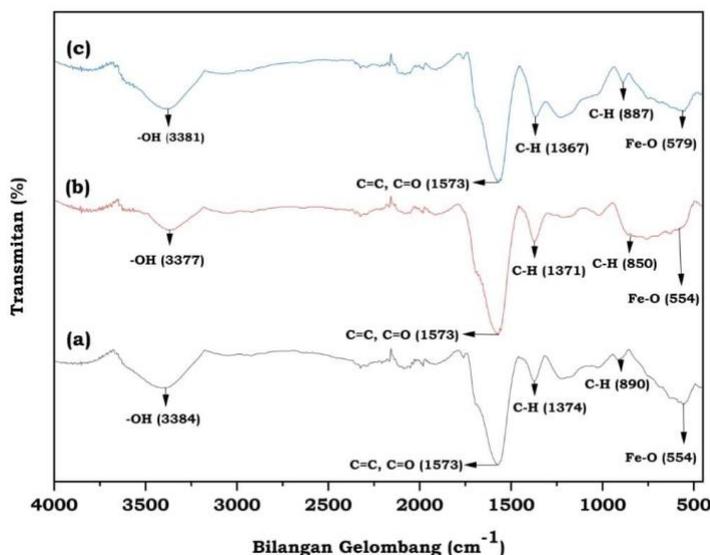
Spektrum FTIR dari biochar yang ditampilkan pada Gambar 17 menunjukkan sejumlah pita serapan khas yang mengindikasikan kehadiran berbagai gugus fungsi penting. Puncak yang muncul pada bilangan gelombang

3190 cm^{-1} mengindikasikan adanya getaran peregangan dari gugus hidroksil (OH). Keberadaan gugus hidroksil ini sangat umum ditemukan pada biochar dan dapat berasal dari kelembaban sisa, gugus fenolik, atau gugus karboksilat yang terikat pada permukaan karbon. Gugus -OH ini berperan penting dalam proses adsorpsi melalui pembentukan ikatan hidrogen dengan molekul polutan seperti *Rhodamin B*. Dibandingkan dengan data pustaka yang disampaikan oleh Christophe & Veronica (2025) dan Liu *et al.* (2015), yang menunjukkan bilangan gelombang masing-masing 3420 cm^{-1} dan 3430 cm^{-1} , posisi bilangan gelombang hasil sintesis ini sedikit lebih rendah. Pergeseran ini dapat diinterpretasikan sebagai hasil dari peningkatan kekuatan ikatan hidrogen atau adanya interaksi intermolekular antara gugus -OH pada permukaan biochar dengan molekul air atau gugus fungsional lain yang terbentuk selama aktivasi. Selanjutnya pita serapan pada 1550 cm^{-1} dikaitkan dengan getaran peregangan dari ikatan rangkap C=C yang berasal dari struktur aromatik. Gugus ini merupakan indikasi dari keberadaan cincin aromatik hasil degradasi termal lignoselulosa pada TKKS selama proses pirolisis. Dibandingkan dengan referensi Christophe & Veronica (2025) dan Liu *et al.* (2015) yang masing-masing mencatat bilangan gelombang 1575 cm^{-1} dan 1580 cm^{-1} , hasil sintesis menunjukkan kemiripan yang baik. Hal ini menegaskan bahwa biochar yang dihasilkan memiliki struktur karbon aromatik yang stabil, yang merupakan karakteristik umum dari biochar berkualitas tinggi. Gugus C=C ini juga berpotensi berinteraksi dengan molekul aromatik seperti *Rhodamin B* melalui mekanisme interaksi π - π stacking, yang mendukung kinerja adsorpsi.

Gugus C-H yang terdeteksi pada bilangan gelombang 1370 cm^{-1} mengindikasikan adanya getaran lentur dari gugus metil atau metilen yang masih tersisa. Nilai ini sangat mendekati referensi pustaka, yakni 1384 cm^{-1} (Christophe & Veronica, 2025) dan 1380 cm^{-1} (Liu *et al.*, 2015). Keberadaan gugus C-H ini menunjukkan bahwa struktur biochar masih mengandung sisasisa rantai alifatik atau fragmen senyawa organik volatil yang tidak sepenuhnya terdekomposisi selama pirolisis. Walaupun demikian, keberadaan gugus ini tidak merugikan dan bahkan dapat menambah keragaman situs aktif pada permukaan adsorben. Adapun pita serapan pada bilangan gelombang 1217 cm^{-1} diatribusikan kepada gugus C-O, yang dapat berasal dari ester, alkohol, atau gugus eter. Posisi ini konsisten dengan pustaka yang melaporkan bilangan gelombang pada 1230 cm^{-1} (Christophe & Veronica, 2025) dan 1220 cm^{-1} (Liu *et al.*, 2015). Gugus C-O ini memperkuat keberadaan gugus polar di permukaan biochar, yang memberikan kontribusi terhadap sifat hidrofilik serta memperluas mekanisme adsorpsi melalui interaksi elektrostatik dan pembentukan ikatan hidrogen dengan senyawa polutan.

Dengan demikian, berdasarkan spektrum FTIR dan interpretasi terhadap gugus-gugus fungsi yang muncul, dapat disimpulkan bahwa biochar yang disintesis dari tandan kosong kelapa sawit dengan aktivasi KOH telah berhasil mengandung gugus-gugus aktif yang penting bagi aplikasi adsorpsi. Kesesuaian bilangan gelombang dengan pustaka mendukung validitas sintesis, dan memperlihatkan bahwa metode aktivasi kimia menggunakan KOH efektif dalam menghasilkan biochar dengan struktur fungsional yang kompleks dan potensial sebagai adsorben polutan organik. Oleh karena itu, karakteristik kimia permukaan yang diidentifikasi melalui analisis FTIR ini memberikan dasar yang kuat untuk memahami mekanisme interaksi biochar dengan zat warna seperti *Rhodamin B* dalam aplikasi selanjutnya.

Setelah dilakukan karakterisasi terhadap biochar, tahap selanjutnya adalah menganalisis keberhasilan proses pembentukan nanokomposit biochar magnetit melalui pendekatan *spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier. Analisis* (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi perubahan atau penambahan gugus fungsi yang muncul akibat proses komposisi antara biochar dengan nanopartikel Fe_3O_4 . Perubahan tersebut ditandai dengan munculnya pita serapan baru, pergeseran bilangan gelombang, serta perubahan intensitas pita pada spektrum FTIR yang dihasilkan. Dengan menganalisis spektrum FTIR ini, maka dapat dikaji keberadaan interaksi kimia antara permukaan biochar dengan partikel magnetit Fe_3O_4 yang terbentuk melalui metode hidrotermal, seperti pembentukan ikatan permukaan dan kemungkinan adanya ikatan koordinasi antara gugus oksigen di permukaan biochar dengan ion besi. Spektrum FTIR dari nanokomposit biochar magnetit juga memberikan gambaran mengenai kestabilan dan keberhasilan immobilisasi partikel Fe_3O_4 pada matriks karbon, yang sangat penting untuk kinerja adsorpsi material tersebut terhadap polutan. Oleh karena itu, ditampilkan spektrum FTIR dari nanokomposit biochar magnetit dengan berbagai rasio perbandingan massa biochar terhadap Fe_3O_4 , untuk mengevaluasi sejauh mana pembentukan gugus fungsi baru serta peran biochar sebagai matriks pendukung. Hasil spektrum tersebut disajikan pada Gambar 18.



Gambar 18. Spektrum FTIR Biochar Magnetit (a). 1:1, (b). 2:1, (c). 3:1

Pada spektrum FTIR ketiga sampel, terdeteksi adanya pita serapan khas pada rentang 500–600 cm^{-1} yang mengindikasikan keberadaan ikatan logam Fe–O. Pada rasio 1:1 dan 2:1, pita ini muncul pada 554 cm^{-1} , sedangkan pada rasio 3:1 mengalami pergeseran ke 579 cm^{-1} . Pergeseran ini menunjukkan adanya perubahan lingkungan kimia ion besi dalam struktur Fe_3O_4 akibat peningkatan jumlah biochar. Meningkatnya massa biochar kemungkinan menyebabkan peningkatan interaksi permukaan serta dispersi partikel Fe_3O_4 yang lebih baik, sehingga memengaruhi energi vibrasi ikatan logam dan menyebabkan peningkatan bilangan gelombang. Kemudian disajikan tabel interpretasi spektrum FTIR biochar magnetit pada variasi perbandingan 1:1, 2:1, dan 3:1.

Tabel 7. Interpretasi spektrum FTIR Biochar Magnetit (1:1, 2:1, 3:1)

Sampel	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	
	Hasil Sintesis	Keterangan
Biochar Magnetit (1:1)	554	Fe-O
	890 dan 1374	C-H
	1573	C=C, C=O -
	3384	OH
Biochar Magnetit (2:1)	554	Fe-O
	850 dan 1371	C-H
	1573	C=C, C=O -
	3377	OH
Biochar Magnetit (3:1)	579	Fe-O
	887 dan 1367	C-H
	1573	C=C, C=O -
	3381	OH

Pada Gambar 18 diperlihatkan spektrum FTIR dari nanokomposit biochar magnetit dengan tiga variasi massa biochar terhadap Fe_3O_4 , yaitu 1:1, 2:1, dan 3:1. Identifikasi gugus fungsi lebih lanjut juga dapat dilihat pada Tabel 6 yang

memuat bilangan gelombang karakteristik masing-masing gugus. Pada spektrum FTIR ketiga sampel, terdeteksi adanya pita serapan khas pada rentang 500–600 cm^{-1} yang mengindikasikan keberadaan ikatan logam Fe–O. Pita serapan ini merupakan bukti adanya interaksi antara biochar dan partikel Fe_3O_4 , yang berperan penting dalam menentukan sifat magnetit dan adsorptif dari nanokomposit. Pergeseran posisi pita serapan ini, di mana pada rasio 1:1 dan 2:1 muncul pada 554 cm^{-1} dan pada rasio 3:1 mengalami pergeseran ke 579 cm^{-1} , menunjukkan adanya perubahan lingkungan kimia ion besi. Hal ini sejalan dengan penelitian oleh Zhang *et al.* (2018), yang menunjukkan bahwa peningkatan jumlah biochar dapat memengaruhi interaksi permukaan dan tingkat dispersinya, sehingga memengaruhi frekuensi vibrasi ikatan Fe–O dalam nanokomposit. Pergeseran ini dapat diinterpretasikan sebagai hasil dari peningkatan interaksi permukaan yang lebih baik antara biochar dan Fe_3O_4 , yang pada gilirannya dapat meningkatkan stabilitas dan efisiensi nanokomposit dalam aplikasi adsorpsi.

Selanjutnya, pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1370 cm^{-1} dan 850 cm^{-1} , yang mewakili getaran lentur dari gugus C–H, menunjukkan adanya pergeseran ke posisi lebih rendah ketika massa biochar bertambah. Hal ini mencerminkan adanya perubahan dalam densitas elektron lokal akibat interaksi antara gugus C–H pada biochar dengan permukaan partikel magnetit. Temuan ini sejalan dengan studi oleh Khan *et al.* (2019), yang mengonfirmasi bahwa interaksi antara gugus hidrokarbon pada biochar dan ion logam dapat memodifikasi posisi absorbansi FTIR. Pergeseran ini menunjukkan bahwa interaksi tersebut dapat menyebabkan gangguan pada struktur lokal, yang berpotensi meningkatkan kapasitas adsorpsi nanokomposit terhadap kontaminan. Selain itu, pita serapan kuat di sekitar 1573 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus C=C aromatik dan C=O tetap stabil dan tidak mengalami pergeseran signifikan setelah modifikasi. Hal ini menunjukkan bahwa struktur aromatik pada biochar tetap stabil secara kimia meskipun terjadi penambahan material magnetit. Penelitian oleh Zhou *et al.* (2020) juga mendukung temuan ini, di mana gugus aromatik pada biochar cenderung tidak berinteraksi langsung dengan partikel magnetit, sehingga perubahan FTIR lebih dominan terjadi pada gugus polar seperti hidroksil. Stabilitas struktur aromatik ini penting karena dapat berkontribusi pada kekuatan mekanik dan stabilitas termal dari nanokomposit, yang sangat penting dalam aplikasi lingkungan.

Pita lebar pada kisaran 3380 cm^{-1} menandakan keberadaan gugus –OH, dengan pergeseran pita yang lebih jelas pada rasio 2:1, yang menandakan interaksi lebih kuat antara gugus hidroksil dan Fe_3O_4 . Hal ini sejalan dengan penelitian oleh Li *et al.* (2021), yang mengungkapkan bahwa gugus –OH pada biochar dapat berinteraksi dengan partikel magnetit melalui pembentukan ikatan

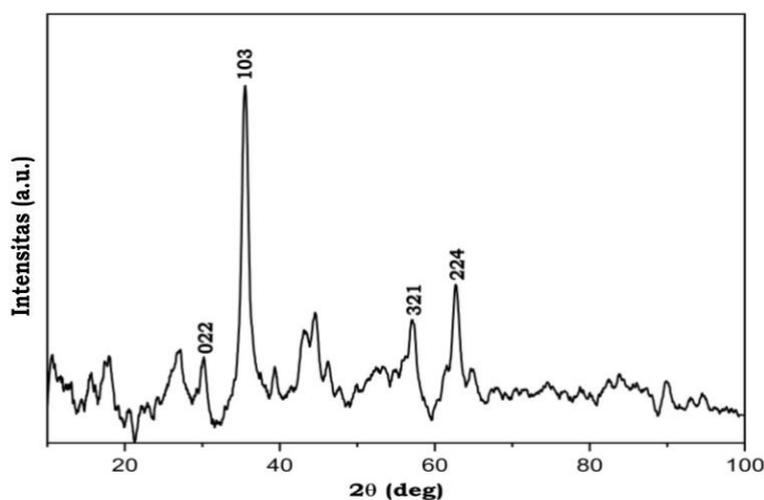
hidrogen atau ikatan donor-elektron. Interaksi ini sangat penting karena gugus –OH berperan besar dalam meningkatkan aktivitas adsorpsi nanokomposit, yang dapat meningkatkan efisiensi dalam aplikasi penyerapan kontaminan. Rasio biochar: Fe_3O_4 yang optimal, yaitu 2 : 1, memungkinkan interaksi ini berlangsung secara efektif, memberikan keseimbangan antara jumlah gugus aktif dan dispersibilitas Fe_3O_4 .

Lebih lanjut, analisis spektrum FTIR menunjukkan bahwa variasi komposisi biochar terhadap Fe_3O_4 tidak hanya memengaruhi posisi pita, tetapi juga intensitas dan lebar pita serapan. Peningkatan intensitas pita serapan pada bilangan gelombang tertentu dapat diartikan sebagai peningkatan jumlah gugus fungsional yang terlibat dalam interaksi, yang berkontribusi pada peningkatan kapasitas adsorpsi. Hal ini sangat relevan dalam konteks aplikasi lingkungan, di mana efisiensi adsorpsi terhadap kontaminan seperti logam berat dan senyawa organik berbahaya sangat diinginkan. Penelitian oleh Wang *et al.* (2022) menunjukkan bahwa penyesuaian komposisi biochar dapat meningkatkan kinerja adsorben dalam aplikasi nyata, termasuk dalam penjerapan zat warna seperti *Rhodamin B*. Dengan demikian, data spektrum FTIR dan analisis tabel memperlihatkan bahwa variasi komposisi biochar terhadap Fe_3O_4 memengaruhi posisi pita secara signifikan, terutama pada gugus Fe–O, C–H, dan –OH. Rasio 2:1 menunjukkan interaksi kimia yang paling efektif, yang berdampak pada sifat permukaan dan efisiensi adsorpsi, termasuk aplikasi untuk penjerapan zat warna seperti *Rhodamin B*. Temuan ini memberikan pemahaman tentang bagaimana modifikasi komposisi dapat digunakan untuk mengoptimalkan sifat adsorpsi dari nanokomposit biochar magnetit. Penelitian lebih lanjut diperlukan untuk mengeksplorasi mekanisme interaksi yang lebih mendalam dan untuk menguji kinerja adsorpsi dalam kondisi yang lebih beragam, sehingga dapat mengembangkan aplikasi praktis yang lebih luas untuk nanokomposit ini dalam pengolahan limbah dan remediasi lingkungan.

X-ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi struktur kristal merupakan salah satu tahap penting dalam analisis material, khususnya untuk mengetahui keberhasilan sintesis suatu senyawa berbasis nanokomposit. Dalam penelitian ini, analisis struktur kristal dilakukan menggunakan teknik *X-ray Diffraction (XRD)*, yaitu suatu metode difraksi sinar-X yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dari material padatan berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan ketika sinar-X berinteraksi dengan bidang-bidang atom dalam kisi kristal. Teknik ini mampu

memberikan informasi mendalam mengenai fase kristal yang terbentuk, indeks bidang kristal (hkl), serta sifat-sifat mikroskopik lainnya seperti ukuran kristalit, regangan kristal, dan jarak antar bidang atom (*d-spacing*). Adapun hasil analisis XRD Fe_3O_4 dapat dilihat pada Gambar 19:



Gambar 19. Pola difraktogram XRD Fe_3O_4

Pola difraksi yang diperoleh dari hasil pengukuran XRD menunjukkan adanya puncak-puncak intensitas tajam pada beberapa sudut 2θ , yaitu sekitar $30,2^\circ$; $36,1^\circ$; $57,2^\circ$; dan $62,7^\circ$. Keberadaan puncak-puncak tajam ini mengindikasikan bahwa sampel memiliki kristalinitas yang cukup baik. Setiap puncak difraksi berkaitan dengan pantulan sinar-X dari bidang-bidang atomik tertentu dalam struktur kristal. Berdasarkan data yang diidentifikasi, keempat puncak utama tersebut dapat dikaitkan dengan bidang-bidang kristal (022), (103), (321), dan (224). Pola difraksi ini kemudian dibandingkan dengan data standar dari *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) dan diketahui sesuai dengan senyawa magnetit (Fe_3O_4), yang memiliki struktur kristal spinel kubik terbalik dan termasuk dalam grup ruang $Fd-3m$ (nomor 227).

Struktur kristal spinel kubik terbalik memiliki konfigurasi di mana ion Fe_3^+ menempati baik posisi tetrahedral maupun oktahedral, sedangkan ion Fe_2^+ hanya menempati posisi oktahedral. Konfigurasi ini memberikan Fe_3O_4 sifat magnetit yang khas, sehingga sangat menarik untuk berbagai aplikasi teknologi seperti pengolahan air limbah, katalis, dan bahan penyerap gelombang elektromagnetik. Dalam konteks penelitian ini, Fe_3O_4 dikombinasikan dengan biochar dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) untuk membentuk nanokomposit magnetit, yang bertujuan untuk menyerap zat warna *Rhodamin B* dari air limbah. Untuk memperoleh parameter lebih lanjut dari struktur kristal, dilakukan perhitungan ukuran kristalit (D), regangan kristal (ϵ), dan jarak antar bidang. Ukuran kristalit dihitung menggunakan persamaan *Scherrer*, yang mempertimbangkan lebar puncak pada setengah tinggi (FWHM) dan sudut

difraksi (θ). Perhitungan ini memberikan estimasi terhadap dimensi partikel kristal dalam skala nanometer. Sedangkan regangan kristal dihitung menggunakan persamaan $\epsilon = \beta / (4 \tan \theta)$, yang menggambarkan tingkat ketidakteraturan dalam kisi kristal akibat tekanan internal atau ketidaksempurnaan struktur. Jarak antar bidang dihitung menggunakan persamaan *Bragg*, yaitu $d = \lambda / (2 \sin \theta)$, yang menjelaskan hubungan antara panjang gelombang sinar-X dengan jarak antar bidang kristal. Hasil dari ketiga perhitungan tersebut disajikan dalam Tabel berikut:

Tabel 8. Data hasil karakterisasi XRD

Sampel	2 theta degree	Hkl	Regangan kristal (ϵ)	D (Å) (nm)	d-spacing (Å)	Struktur Kristal
Fe ₃ O ₄	30,2	(022)	0.0286	12.11	2.96	Spinel Kubik Terbalik
	36,1	(103)			2.53	
	57,2	(321)			1.61	
	62,7	(224)			1.48	

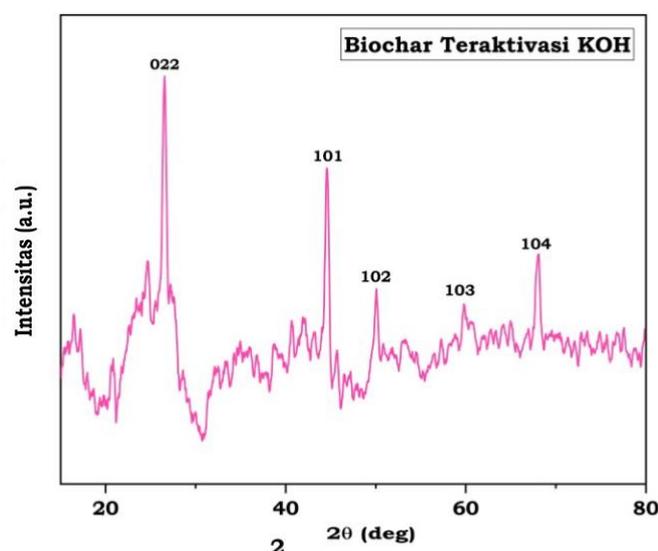
Tabel 8 menunjukkan bahwa hasil analisis menunjukkan empat puncak difraksi utama pada sudut 2θ sebesar $30,2^\circ$, $36,1^\circ$, $57,2^\circ$, dan $62,7^\circ$, masing-masing berkaitan dengan bidang kristal (hkl) (022), (103), (321), dan (224). Puncak-puncak ini sesuai dengan pola difraksi khas dari struktur spinel kubik terbalik (*inverse spinel cubic*), yang merupakan bentuk kristal dari Fe₃O₄ menurut standar JCPDS No. 19-0629 (Chen *et al.*, 2012). Bidang kristal (022) pada $2\theta = 30,2^\circ$ menunjukkan intensitas relatif tinggi, mengindikasikan keteraturan kristal dan orientasi dominan dalam arah tersebut. Bidang ini mencerminkan keberadaan ion logam dalam struktur spinel, di mana ion Fe³⁺ dan Fe²⁺ tersusun pada posisi oktahedral dan tetrahedral. Puncak pada bidang (103) di $2\theta = 36,1^\circ$ dengan d-spacing 2,53 Å menunjukkan keteraturan jarak antar bidang atom dan mendukung keberadaan struktur kristal magnetit yang stabil (Qiu *et al.*, 2014). Selanjutnya, puncak difraksi pada bidang (321) di $2\theta = 57,2^\circ$ memiliki nilai d-spacing sebesar 1,61 Å dan mencerminkan kekompakan dalam susunan atom, sedangkan puncak pada bidang (224) di $2\theta = 62,7^\circ$ dengan d-spacing 1,48 Å juga mendukung identifikasi struktur spinel.

Ukuran kristalit dihitung menggunakan persamaan *Scherrer* dan diperoleh nilai sebesar 12,11 nm, menandakan bahwa partikel berada dalam skala nanometer. Ukuran nanokristalit ini memberikan keunggulan dalam aplikasi karena luas permukaan yang tinggi dan aktivitas permukaan yang lebih besar, sehingga mendukung potensi aplikasi seperti adsorpsi, katalisis, dan pemisahan berbasis magnetit (Wang *et al.*, 2013; Mohapatra & Anand, 2010). Selain itu, nilai regangan kristal (ϵ) yang diperoleh sebesar 0,0286 menunjukkan adanya sedikit deformasi kisi yang terjadi akibat stres internal selama proses sintesis. Regangan ini dapat disebabkan oleh pertumbuhan kristal yang tidak seragam, perbedaan ukuran butiran, maupun kondisi temperatur selama

sintesis. Struktur kristal Fe_3O_4 yang diperoleh dikategorikan sebagai struktur spinel kubik terbalik, di mana ion Fe^{3+} menempati posisi tetrahedral dan setengah dari posisi oktahedral, sementara ion Fe^{2+} mengisi sisa posisi oktahedral. Struktur ini menghasilkan sifat magnetit *ferrimagnetit* yang khas, menjadikan Fe_3O_4 sangat potensial digunakan dalam aplikasi teknologi lingkungan, pemisahan berbasis magnet, dan material fungsional lainnya (Tang & Lo, 2014; Ramesh & Sun, 2011). Dengan demikian, hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa sintesis Fe_3O_4 berhasil membentuk struktur kristal yang sesuai dan mendukung penerapan material ini sebagai komponen dalam nanokomposit adsorben.

Secara keseluruhan, hasil analisis XRD menunjukkan bahwa sintesis nanopartikel Fe_3O_4 berhasil menghasilkan struktur kristal yang sesuai dengan karakteristik senyawa magnetit. Keberhasilan ini ditunjukkan melalui pencocokan pola difraksi terhadap data standar, serta melalui parameter kristalografi yang mendukung interpretasi struktur dan morfologi material. Informasi ini menjadi dasar penting dalam menjelaskan performa adsorpsi dan sifat fungsional lainnya dari material yang telah disintesis.

Setelah dianalisis karakteristik kristal dari senyawa Fe_3O_4 sebagai komponen magnetit, selanjutnya dilakukan karakterisasi XRD terhadap biochar dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) yang berfungsi sebagai matriks penyusun nanokomposit. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dan sifat *amorf* dari biochar yang telah diaktivasi menggunakan KOH, serta melihat kemungkinan terbentuknya fase kristalin mikro akibat proses aktivasi termokimia. Karakteristik kristal biochar ini penting untuk dipahami karena berpengaruh terhadap kestabilan struktur dan kapasitas adsorpsi ketika digunakan sebagai adsorben dalam sistem nanokomposit magnetit. Adapun hasil analisis XRD dapat dilihat pada Gambar 20:



Gambar 20. Pola XRD Biochar

Pada Gambar 20 yang menunjukkan pola difraksi dengan puncak-puncak utama yang muncul pada sudut 2θ sekitar $25,06^\circ$; $43,8^\circ$; $50,2^\circ$; $58,3^\circ$; dan $69,6^\circ$. Puncak-puncak tersebut diidentifikasi dan dikaitkan dengan bidang kristal (hkl) 022, 101, 102, 103, dan 104. Kemunculan beberapa puncak tajam di tengah pola difraksi yang umumnya lebar menunjukkan bahwa biochar mengandung fase kristalin dalam struktur yang sebagian besar bersifat *amorf*. Hal ini menunjukkan keberadaan sisa mineral atau hasil interaksi antara karbon dan aktivator KOH yang membentuk struktur semi-kristalin. Polimorfisme karbon aktif hasil aktivasi kimia diketahui menghasilkan struktur grafitik yang tidak teratur atau *low-ordered graphite*. Puncak lebar di sekitar sudut 2θ $20\text{--}30^\circ$ dapat diasosiasikan dengan bidang grafit (002), walaupun dalam pola difraksi ini tidak dominan, yang menunjukkan bahwa pengaruh KOH tidak sepenuhnya menyusun kembali karbon menjadi grafit, melainkan lebih banyak menciptakan pori-pori dan meningkatkan luas permukaan spesifik. Struktur *amorf* ini ditunjukkan dengan latar belakang difraksi yang tidak rata, menandakan distribusi atom yang tidak teratur. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Zhang *et al.* (2020) menyatakan bahwa aktivasi KOH pada biochar menghasilkan fase *amorf* dominan dengan beberapa puncak kristalin kecil akibat pembentukan senyawa seperti KCO_3 , K_2O , atau sisa mineral seperti silika dan alumina. Studi serupa oleh Li *et al.* (2018) menunjukkan puncak-puncak minor pada pola XRD biochar teraktivasi KOH yang dihubungkan dengan fase kristalin dari mineral sisa.

Penelitian oleh Wang *et al.* (2016) juga memperkuat temuan ini, bahwa pada aktivasi suhu tinggi menggunakan KOH, karbon tidak sepenuhnya mengkristal menjadi *grafit*, melainkan menghasilkan pori-pori mikro yang disebabkan oleh gasifikasi parsial karbon. Akibatnya, struktur karbon menjadi lebih terdistribusi secara tidak beraturan namun sangat berguna dalam aplikasi adsorpsi. Identifikasi struktur kristal dilakukan dengan mencocokkan posisi dan intensitas puncak terhadap data standar JCPDS. Dalam konteks ini, pencocokan indeks bidang (hkl) dilakukan terhadap pola khas mineral karbon, senyawa kalium, atau karbon semi-kristalin. Intensitas tinggi pada puncak-puncak 101 dan 104 bisa dikaitkan dengan reaksi karbon-alkali pada suhu tinggi yang menghasilkan struktur berpori dan residu mineral kristalin. Ukuran kristalit dihitung menggunakan Persamaan *Scherrer*. Perhitungan dilakukan dengan mengambil nilai β dan θ dari puncak paling intens untuk mewakili keseluruhan struktur kristal. Nilai rata-rata dari perhitungan ini ditampilkan pada tabel berikut:

Tabel 9. Data hasil karakterisasi XRD Biochar

Sampel	2 theta degree	Hkl	Regangan kristal (ϵ)	D (\AA) (nm)	d-spacing (\AA)	Struktur Kristal
--------	----------------	-----	---------------------------------	-------------------------	----------------------------	------------------

Biochar	26,5	(022)	0.0040	9,60	3,55	Semi Kristalin <i>amorf</i>
	44,5	(101)			2,07	
	50,7	(102)			1,82	
	59,9	(103)			1,58	
	71,5	(104)			1,35	

Hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa biochar TKKS menghasilkan pola difraksi dengan beberapa puncak karakteristik yang berada pada 2θ sebesar $26,5^\circ$, $44,5^\circ$, $50,7^\circ$, $59,9^\circ$, dan $71,5^\circ$. Puncak-puncak ini diasosiasikan masing-masing dengan bidang (hkl) yaitu (002), (101), (102), (103), dan (104), yang menunjukkan bahwa biochar masih mempertahankan sebagian kecil dari fase semi-kristalin, meskipun secara umum bersifat *amorf*. Fase semikristalin ini merupakan indikasi adanya fragmen grafitik atau daerah terstruktur dari karbon aromatik yang berasosiasi secara berulang (Zhao *et al.*, 2017; Chen *et al.*, 2020). Puncak paling dominan terletak pada $2\theta \approx 44,5^\circ$, yang berkorespondensi dengan bidang (101) dari karbon semi-kristalin, dan digunakan sebagai acuan dalam perhitungan ukuran kristalit menggunakan Persamaan Scherrer:

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (14)$$

Berdasarkan perhitungan, diperoleh ukuran kristalit biochar sebesar 9,60 nm, menunjukkan bahwa struktur karbon terdiri atas domain kristalin yang sangat kecil dalam skala nanometer, hal ini sesuai dengan hasil penelitian oleh Li *et al.* (2020) mengenai struktur mikro biochar aktif.

Selain itu, regangan kristal (ϵ) juga dihitung untuk melihat Tingkat deformasi kisi kristal akibat proses karbonisasi dan aktivasi. Menggunakan persamaan regangan kristal sebesar 0,0040. Nilai ini lebih rendah dibandingkan dengan material anorganik seperti Fe_3O_4 menandakan bahwa meskipun struktur biochar tidak sepenuhnya teratur, ia tetap memiliki kestabilan struktur yang relatif baik. Aktivasi menggunakan KOH dapat meningkatkan luas permukaan spesifik, namun juga menciptakan tegangan internal yang kecil dalam struktur karbon (Rajapaksha *et al.*, 2016). Jarak antar bidang kristal (*d-spacing*) juga dihitung berdasarkan rumus Bragg:

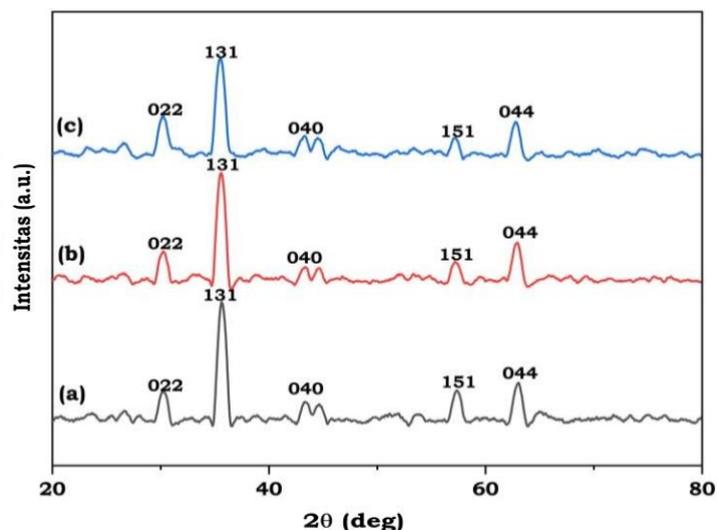
$$n\lambda = 2d \cdot \sin \theta \quad (15)$$

Nilai *d-spacing* yang diperoleh berada pada rentang $3,55 \text{ \AA}$ hingga $1,35 \text{ \AA}$, yang dikonversi ke satuan nanometer sebagai berikut: $3,55 \text{ \AA} = 0,355 \text{ nm}$, $2,07 \text{ \AA} = 0,207 \text{ nm}$, $1,82 \text{ \AA} = 0,182 \text{ nm}$, $1,58 \text{ \AA} = 0,158 \text{ nm}$, dan $1,35 \text{ \AA} = 0,135 \text{ nm}$. Nilai-nilai ini menunjukkan jarak antar lapisan grafitik yang tidak seragam dan merupakan ciri khas dari struktur karbon *amorf* hasil pirolisis biomassa (Liu *et al.*, 2021). Tingginya nilai *d-spacing* pada beberapa bidang mencerminkan adanya gangguan pada tumpukan lapisan karbon aromatik, yang dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi dan kapasitas interkalasi molekul target.

Pola XRD biochar yang menunjukkan keberadaan struktur semikristalin ini memperkuat temuan bahwa biochar dari limbah biomassa seperti TKKS memiliki potensi tinggi sebagai material adsorben. Hal ini dikarenakan struktur semi-kristalin dapat memberikan lebih banyak sisi aktif dan ruang antar lapisan yang luas untuk adsorpsi, terutama setelah aktivasi kimia menggunakan KOH yang diketahui dapat membuka pori dan meningkatkan keaktifan permukaan (Tan *et al.*, 2015; Zhao *et al.*, 2017). Secara keseluruhan, karakterisasi XRD menunjukkan bahwa biochar hasil karbonisasi TKKS telah berhasil mengalami pengembangan struktur baik secara kristalinitas maupun stabilitas internal. Ukuran kristalit yang kecil dan nilai regangan yang rendah menunjukkan bahwa material ini sangat potensial untuk dimodifikasi lebih lanjut menjadi nanokomposit dengan logam oksida seperti Fe_3O_4 atau MnO_2 untuk berbagai aplikasi lingkungan, termasuk adsorpsi polutan organik seperti *Rhodamin B*.

Setelah memahami karakteristik struktur kristal dan sifat *amorf* dari biochar hasil aktivasi KOH, langkah selanjutnya adalah menganalisis perubahan struktur yang terjadi setelah penambahan komponen magnetit Fe_3O_4 ke dalam matriks karbon. Analisis ini penting untuk mengamati pembentukan fasa baru, kemungkinan interaksi antara biochar dan partikel magnetit, serta sejauh mana proses sintesis mempengaruhi kristalinitas keseluruhan material.

Oleh karena itu, dilakukan karakterisasi XRD terhadap nanokomposit biochar magnetit guna mengevaluasi fase kristal, indeks bidang, dan struktur kisi yang terbentuk setelah proses sintesis komposit berlangsung melalui metode hidrotermal. Pola difraksi XRD dari nanokomposit biochar magnetit ditampilkan pada Gambar 21 berikut:



Gambar 21. Pola XRD Biochar Magnetit (a). 1:1, (b). 2:1, (c) 3:1

Pola difraksi sinar-X (XRD) yang diperoleh dari ketiga sampel nanokomposit biochar magnetit menunjukkan puncak-puncak difraksi khas dari

fasa magnetit (Fe_3O_4) pada posisi 2θ sekitar $30,2^\circ$, $35,5^\circ$, $43,2^\circ$, $53,5^\circ$, $57,1^\circ$, dan $62,7^\circ$, yang masing-masing dikaitkan dengan bidang kristal (220), (311), (400), (422), (511), dan (440), sesuai dengan referensi JCPDS No. 190629. Puncak-puncak ini mengonfirmasi keberadaan struktur spinel kubik khas dari Fe_3O_4 , menunjukkan bahwa fase magnetit berhasil terbentuk dan stabil dalam matriks karbon dari biochar. Selain itu, pola XRD juga menunjukkan adanya perbedaan intensitas dan lebar puncak difraksi pada tiap variasi, yang mencerminkan perubahan kristalinitas, ukuran kristalit, dan regangan kristal akibat variasi komposisi biochar. Pada sampel (a) dengan perbandingan 1:1 antara biochar dan Fe_3O_4 , intensitas puncak Fe_3O_4 yang tinggi dan sempit menunjukkan bahwa partikel magnetit dapat tumbuh secara lebih teratur dan membentuk kristal yang baik. Hal ini juga tercermin dari nilai ukuran kristalit yang lebih besar berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan *Scherrer*.

Kondisi ini memberikan sifat magnetit yang tinggi, yang sangat menguntungkan dalam pemisahan cepat menggunakan medan magnet eksternal. Namun, kandungan biochar yang relatif sedikit menyebabkan terbatasnya jumlah gugus fungsional yang berperan aktif dalam proses adsorpsi. Penelitian oleh Wu *et al.* (2020) menunjukkan bahwa meskipun sifat magnetit penting dalam pemisahan, kapasitas adsorpsi justru lebih dipengaruhi oleh luas permukaan spesifik dan keberadaan gugus fungsional aktif pada permukaan material. Pada variasi (b) dengan rasio 2:1, diperoleh kondisi yang lebih seimbang antara kristalinitas dan keberadaan gugus fungsional.

Pola XRD menunjukkan puncak yang masih tajam tetapi dengan intensitas yang sedikit menurun dibandingkan variasi (a), menandakan kristalinitas Fe_3O_4 masih baik namun mulai terdispersi lebih merata dalam matriks karbon. Sebaran partikel magnetit yang baik ini mencegah terjadinya aglomerasi dan menghasilkan luas permukaan efektif yang tinggi. Biochar dalam jumlah sedang menyediakan banyak gugus $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, dan gugus aromatik lainnya yang mampu berinteraksi dengan molekul *Rhodamin B* melalui mekanisme adsorpsi fisik dan kimia seperti ikatan hidrogen, interaksi π - π stacking, dan pertukaran ion. Penelitian oleh Yu *et al.* (2022) menyebutkan bahwa komposit biochar magnetit dengan rasio karbon sedang memberikan efisiensi adsorpsi optimal untuk zat warna organik karena peningkatan kapasitas pertukaran ion dan interaksi elektrostatik antara biochar bermuatan negatif dan *Rhodamin B* bermuatan positif. Sebaliknya, pada variasi (c) dengan rasio 3:1, jumlah biochar yang dominan menyebabkan penurunan intensitas puncak difraksi Fe_3O_4 secara signifikan. Hal ini disebabkan oleh terhambatnya pertumbuhan kristal magnetit oleh lingkungan karbon yang sangat padat, menyebabkan ukuran kristalit menjadi lebih kecil dan puncak difraksi menjadi melebar. Meskipun demikian, keberadaan biochar dalam jumlah besar

memperkaya material dengan gugus aktif dan pori-pori mikroskopik yang sangat efektif dalam menangkap molekul *Rhodamin B*.

Nilai regangan kristal pun meningkat, menandakan ketidakteraturan struktur kristal yang tinggi. Namun, peningkatan biochar secara berlebihan juga menyebabkan penurunan sifat magnetit, sehingga mengurangi efisiensi dalam pemisahan material adsorben pasca-adsorpsi. Studi oleh Zhang *et al.* (2019) memperkuat hal ini, menyatakan bahwa penambahan karbon aktif secara berlebihan dapat menurunkan saturasi magnetit dan menyebabkan aglomerasi lokal dari Fe_3O_4 , menurunkan efektivitas pemulihan material adsorben. Dari perspektif aplikatif, kinerja adsorpsi terhadap *Rhodamin B* ditentukan oleh kombinasi antara luas permukaan, jumlah gugus fungsional, ukuran pori, serta sifat magnetit. Variasi (a) menunjukkan performa pemisahan magnetit yang cepat namun kapasitas adsorpsi yang terbatas. Variasi (c) memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi karena banyaknya gugus aktif dan area permukaan yang luas, namun pemulihan material lebih lambat karena sifat magnetit yang lemah. Sementara itu, variasi (b) menghasilkan karakter nanokomposit yang paling seimbang – memiliki kristalinitas yang masih tinggi, sifat magnetit yang mencukupi, dan kandungan biochar yang optimal. Hal ini menjadikan variasi (b) sebagai kandidat terbaik untuk aplikasi pemurnian limbah cair yang mengandung *Rhodamin B*. Lebih lanjut, pendekatan termodinamika dan kinetika adsorpsi juga menunjukkan bahwa nanokomposit variasi (b) memiliki profil *isotherm Langmuir* yang lebih sesuai dibanding variasi lainnya, menandakan adanya adsorpsi *monolayer* homogen pada permukaan aktif. Data ini didukung oleh nilai kapasitas maksimum adsorpsi (q_m) dan laju adsorpsi semu orde dua yang lebih tinggi. Penelitian oleh Chen *et al.* (2021) menunjukkan bahwa kestabilan struktur dan distribusi pori yang terkontrol dalam nanokomposit karbon-magnetit sangat memengaruhi efisiensi dan selektivitas adsorpsi terhadap molekul-molekul organik berukuran kecil hingga sedang, termasuk *Rhodamin B*.

Secara keseluruhan, hasil ini menegaskan pentingnya desain komposisi massa biochar dalam sintesis nanokomposit biochar magnetit. Keseimbangan antara struktur kristalin Fe_3O_4 dan matriks biochar sangat krusial dalam menentukan karakteristik fungsional, baik dari aspek fisikokimia maupun performa aplikatif. Optimalisasi ini menjadi fondasi penting dalam pengembangan material adsorben generasi baru yang ramah lingkungan, dapat dipisahkan secara magnetit, dan memiliki efisiensi tinggi dalam pengolahan limbah organik.

Untuk memperoleh gambaran yang lebih kuantitatif mengenai pengaruh variasi massa biochar terhadap karakteristik struktural nanokomposit biochar magnetit, dilakukan perhitungan parameter penting seperti ukuran kristalit (D), regangan kristal (ϵ), dan kristalinitas relatif berdasarkan pola difraksi *X-ray*. Parameter-parameter ini dihitung dengan menggunakan persamaan *Scherrer*

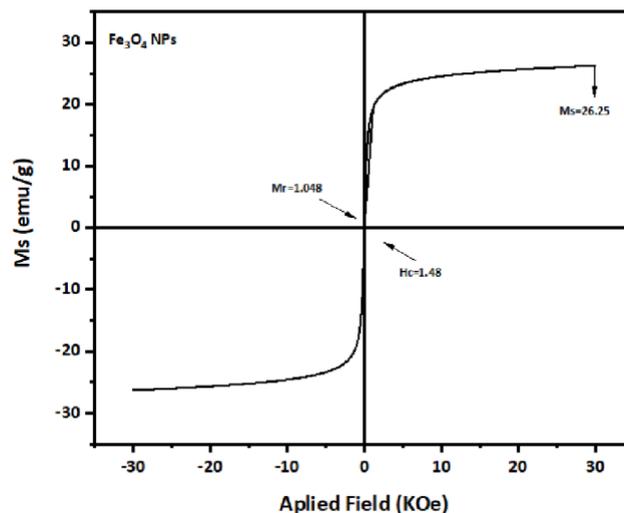
untuk menentukan ukuran kristalit, persamaan *Bragg* untuk *d-spacing*, serta pendekatan intensitas relatif untuk mengestimasi derajat kristalinitas. Nilai-nilai tersebut memberikan informasi penting mengenai tingkat keteraturan fasa kristalin dalam komposit serta pengaruh jumlah biochar terhadap pertumbuhan dan kestabilan kristal Fe_3O_4 dalam matriks karbon. Rangkuman hasil perhitungan tersebut disajikan pada Tabel berikut:

Tabel 10. Data hasil karakterisasi XRD Nanokomposit Biochar Magnetit

Sampel	Regangan kristal (ϵ)	Kristalinitas Relatif (%)	D (\AA) (nm)	Struktur Kristal
(a). Biochar Magnetit 1:1	0,0034	98,2	12,65	Semi
(b). Biochar Magnetit 2:1	0,0040	94,1	9,60	Kristalin
(c). Biochar Magnetit 3:1	0,0047	89,8	7,83	amorf

Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Karakterisasi menggunakan VSM digunakan untuk mengetahui sifat magnetit material. Hasil karakterisasi berupa magnetisasi saturasi (M_s), koersivitas (H_c), dan magnetisasi remanen (M_r). Magnetisasi saturasi menunjukkan kemampuan material untuk mencapai magnetisasi maksimum di bawah medan magnet eksternal, sedangkan koersivitas menggambarkan medan magnet yang diperlukan untuk menghilangkan magnetisasi. Magnetisasi remanen menunjukkan jumlah magnetisasi yang tersisa setelah medan magnet eksternal dihilangkan. Selain itu, data VSM dapat digunakan untuk menentukan jenis sifat magnetit material, seperti feromagnetit, paramagnetit, atau superparamagnetit. Adapun hasil karakterisasi VSM dapat dilihat pada gambar 22 :



Gambar 22. Kurva histeresis magnetit

Karakterisasi sifat magnetit dari nanopartikel Fe_3O_4 dilakukan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* untuk mengetahui sifat feromagnetiknya serta mengevaluasi kelayakannya sebagai komponen magnetit dalam nanokomposit biochar magnetit. Kurva histeresis yang diperoleh dari

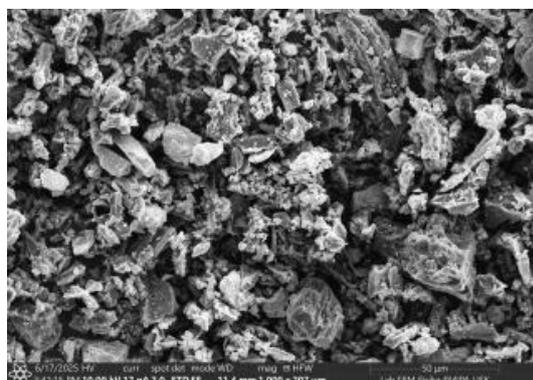
pengujian VSM memberikan informasi penting terkait parameter-parameter magnetit utama, seperti nilai saturasi magnetisasi (M_s), koersivitas (H_c), dan remanensi magnetisasi (M_r). Berdasarkan Gambar kurva histeresis, diperoleh nilai M_s sebesar 26,25 emu/g, H_c sebesar 1,48 kOe, dan M_r sebesar 1,048 emu/g. Nilai M_s yang cukup tinggi menunjukkan bahwa nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis memiliki sifat feromagnetit yang kuat, yang sangat penting untuk aplikasi adsorpsi berbasis pemisahan magnetit. Sifat ini memungkinkan nanokomposit biochar magnetit untuk dengan mudah dipisahkan dari larutan setelah proses adsorpsi zat warna seperti *Rhodamin B* menggunakan medan magnet eksternal. Nilai M_s sebesar 26,25 emu/g yang diperoleh dalam penelitian ini masih berada dalam kisaran tipikal untuk nanopartikel Fe_3O_4 sebagaimana dilaporkan oleh Zhang *et al.* (2020) menyebutkan bahwa nilai M_s untuk Fe_3O_4 nanopartikel berkisar antara 20–80 emu/g tergantung pada ukuran partikel, morfologi, dan metode sintesisnya. Koersivitas (H_c) yang rendah (1,48 kOe) menandakan bahwa partikel Fe_3O_4 menunjukkan karakteristik superparamagnetit pada suhu kamar, atau setidaknya mendekati sifat tersebut. Sifat superparamagnetit sangat penting dalam konteks aplikasi lingkungan, karena mencegah terjadinya aglomerasi partikel magnetit secara permanen, sehingga memungkinkan nanokomposit tetap terdispersi secara stabil selama proses adsorpsi. Selain itu, nilai remanensi magnetisasi (M_r) yang rendah, yaitu 1,048 emu/g, mendukung interpretasi bahwa partikel cenderung kehilangan sifat magnetitnya ketika medan eksternal dihilangkan, yang merupakan ciri khas dari material superparamagnetit berskala nano. Menurut Sun *et al.* (2016) partikel magnetit superparamagnetit sangat ideal untuk digunakan dalam teknologi pemurnian air karena dapat dikendalikan dengan medan magnet dan dikeluarkan dari sistem tanpa meninggalkan residu magnet permanen yang dapat mencemari sistem. Sifat magnetit yang baik dari nanopartikel Fe_3O_4 ini sangat mendukung aplikasi dalam bidang adsorpsi, khususnya untuk penanganan limbah cair yang mengandung zat warna organik seperti *Rhodamin B*. Dalam sistem adsorpsi, keunggulan material magnetit bukan hanya karena kemudahan pemisahan, tetapi juga karena permukaan aktifnya yang mampu berinteraksi dengan molekul polutan melalui mekanisme ikatan elektrostatik, interaksi π - π , maupun kompleksasi logam-ligan (khususnya jika dikombinasikan dengan biochar yang mengandung gugus fungsional seperti -OH, -COOH, dan -C=O). Kombinasi antara sifat porositas tinggi dari biochar dengan sifat magnetit Fe_3O_4 membentuk sinergi fungsional yang ideal, seperti dilaporkan oleh Wang *et al.* (2021) yang menemukan bahwa nanokomposit berbasis Fe_3O_4 dan karbon aktif menunjukkan efisiensi adsorpsi *Rhodamin B* hingga lebih dari 95% hanya dalam waktu beberapa menit, dan mudah dipisahkan tanpa proses filtrasi konvensional. Selain itu, nanopartikel Fe_3O_4

berukuran nano juga berkontribusi terhadap luas permukaan spesifik yang tinggi, yang secara signifikan meningkatkan kapasitas adsorpsi.

Ukuran partikel nano menciptakan lebih banyak situs aktif persatuan massa dan memperpendek waktu kontak molekul *Rhodamin B* dengan permukaan aktif material. Berdasarkan penelitian oleh Liu *et al.* (2019), penurunan ukuran partikel Fe_3O_4 hingga skala nano menyebabkan peningkatan kemampuan adsorpsi terhadap berbagai kontaminan organik maupun logam berat, terutama karena peningkatan jumlah situs aktif dan kemampuan difusi yang lebih efisien. Dalam konteks penelitian ini, karakterisasi VSM membuktikan bahwa Fe_3O_4 hasil sintesis memiliki sifat magnetit yang kuat dan sesuai untuk digunakan sebagai komponen penyusun dalam nanokomposit biochar magnetit. Hal ini memperkuat validitas pendekatan sintesis material hibrida antara biochar dan Fe_3O_4 yang tidak hanya mengandalkan sifat fisik-kimia dari permukaan biochar, tetapi juga memberikan fitur tambahan berupa pemisahan berbasis magnetit yang efisien. Dengan demikian, sintesis dan karakterisasi Fe_3O_4 dalam penelitian ini memberikan landasan kuat untuk mengembangkan nanokomposit adsorben yang aplikatif dan ramah lingkungan untuk pengolahan limbah cair industri.

Scanning Electron Microscope (SEM)

Untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikel dari material Fe_3O_4 , Biochar dan Nanokomposit Biochar Magnetit hasil sintesis, dilakukan karakterisasi menggunakan teknik *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Karakterisasi ini bertujuan untuk mengamati bentuk permukaan, tingkat aglomerasi, serta distribusi ukuran partikel pada skala mikron hingga nanometer. Hasil pengamatan morfologi ini sangat penting untuk mengevaluasi kesuksesan sintesis serta mendukung pemahaman terhadap sifat fisik dan kimia material, khususnya dalam kaitannya dengan efisiensi kinerjanya sebagai adsorben magnetit. Gambar hasil karakterisasi SEM Nanopartikel Fe_3O_4 ditampilkan pada Gambar (23) berikut.



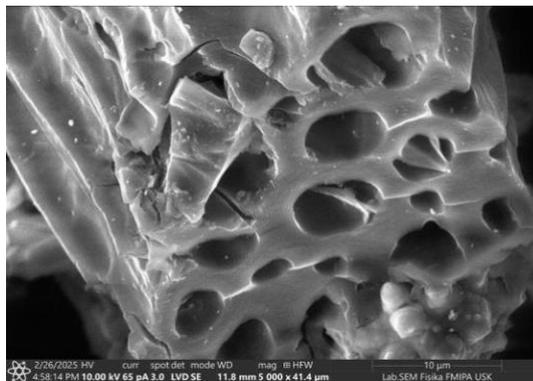
Gambar 23. Hasil SEM Fe_3O_4

Analisis morfologi permukaan dari nanopartikel Fe_3O_4 hasil sintesis dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), yang ditampilkan pada Gambar memperlihatkan bahwa partikel Fe_3O_4 tersusun dalam bentuk agregat yang tidak beraturan namun menunjukkan distribusi ukuran partikel yang relatif homogen. Partikel-partikel tersebut terlihat menyatu membentuk aglomerasi kecil, yang merupakan fenomena umum pada nanopartikel akibat gaya *Van der Waals* dan interaksi magnetit antar partikel. Melalui pengolahan data citra menggunakan Origin, diperoleh rata-rata ukuran partikel sebesar 57,14 nm, yang mengindikasikan bahwa sintesis berhasil menghasilkan material dalam skala nanometer, sesuai dengan karakteristik ideal untuk aplikasi material fungsional seperti adsorben magnetit. Ukuran partikel yang berada dalam kisaran nanometer memberikan keuntungan signifikan terhadap luas permukaan spesifik material. Partikel berukuran nano memiliki rasio luas permukaan terhadap volume yang tinggi, sehingga mampu menyediakan lebih banyak situs aktif untuk proses adsorpsi, baik secara fisik maupun kimia. Selain itu, ukuran partikel yang kecil juga memperpendek jalur difusi molekul target, seperti *Rhodamin B*, menuju permukaan aktif material, sehingga proses adsorpsi dapat berlangsung lebih cepat dan efisien. Menurut Li *et al.* (2018), partikel Fe_3O_4 dengan ukuran sekitar 50–60 nm menunjukkan efisiensi adsorpsi terhadap zat warna dan ion logam berat yang lebih tinggi dibandingkan partikel dengan ukuran mikron.

Struktur morfologi yang tampak pada citra SEM juga memperlihatkan bahwa partikel memiliki bentuk agak bulat dan permukaan yang relatif kasar. Permukaan kasar ini dapat meningkatkan daya adsorpsi karena memungkinkan terbentuknya lebih banyak pori-pori mikro dan meso, yang sangat berperan dalam mekanisme adsorpsi multilapis atau interaksi dengan molekul besar seperti *Rhodamin B*. Hasil morfologi yang demikian menunjukkan bahwa metode sintesis yang digunakan baik melalui *kopresipitasi* atau metode lain berhasil membentuk Fe_3O_4 dengan morfologi yang sesuai untuk keperluan aplikatif dalam teknologi pemisahan berbasis adsorpsi. Sejalan dengan temuan oleh Yang *et al.* (2020), struktur aglomerasi dengan permukaan kasar dan ukuran partikel <100 nm pada Fe_3O_4 terbukti meningkatkan performa dalam penghilangan zat warna anionik karena interaksi elektrostatik yang lebih besar. Selain dari struktur partikel, keberadaan aglomerasi partikel dalam gambar SEM juga penting untuk dianalisis. Walaupun aglomerasi dapat menurunkan beberapa sifat individual partikel seperti luas permukaan efektif, hal ini juga menunjukkan bahwa interaksi magnetit antar partikel cukup kuat, mendukung hasil karakterisasi VSM yang menunjukkan nilai magnetisasi jenuh (M_s) tinggi. Dalam aplikasi praktis, keberadaan aglomerasi masih dapat diterima selama partikel tetap dapat didispersikan dengan baik dalam medium cair saat

digunakan sebagai adsorben. Menurut penelitian oleh Yadav *et al.* (2019), nanopartikel Fe_3O_4 yang mengalami aglomerasi ringan tetap menunjukkan performa tinggi dalam adsorpsi logam berat dan zat warna, terutama jika digabungkan dengan material berpori seperti biochar atau karbon aktif. Dengan demikian, hasil SEM pada nanopartikel Fe_3O_4 memperkuat bahwa partikel hasil sintesis memiliki ukuran, bentuk, dan struktur permukaan yang mendukung aplikasinya sebagai bahan aktif dalam nanokomposit biochar magnetit untuk adsorpsi *Rhodamin B*. Ukuran partikel rata-rata sebesar 57,14 nm, morfologi yang relatif homogen, serta struktur permukaan yang tidak rata dan teraglomerasi menunjukkan keberhasilan sintesis dan potensi aplikatif yang tinggi, baik dari segi efisiensi adsorpsi maupun kemudahan pemisahan magnetit setelah proses pemurnian air.

Setelah dilakukan analisis morfologi pada nanopartikel Fe_3O_4 , tahapan selanjutnya adalah mengkaji karakteristik permukaan dari biochar yang digunakan sebagai matriks penyusun komposit. Biochar yang berasal dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) ini berperan penting sebagai media penyangga dan adsorben dalam pembentukan nanokomposit biochar magnetit. Oleh karena itu, penting untuk mengetahui struktur fisik dan permukaan biochar guna mengevaluasi kesesuaiannya dalam menunjang performa komposit dalam aplikasi adsorpsi. Gambar 24 berikut menyajikan hasil karakterisasi SEM terhadap biochar TKKS, yang menunjukkan fitur morfologinya secara lebih rinci.

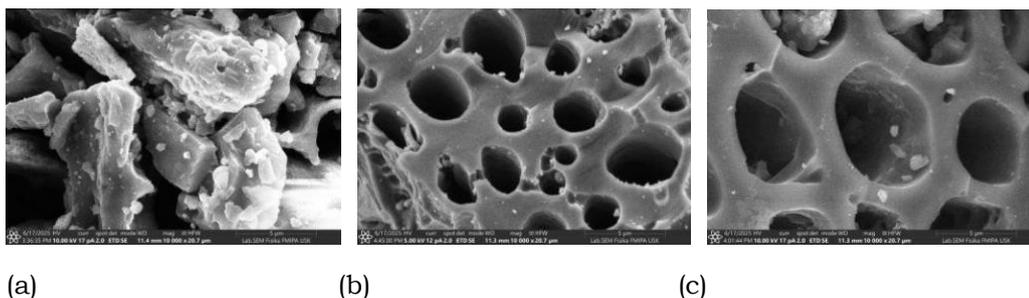


Gambar 24. Hasil Karakterisasi SEM Biochar

Hasil karakterisasi morfologi permukaan biochar yang telah diaktivasi menggunakan larutan KOH, sebagaimana terlihat pada citra SEM menunjukkan struktur permukaan yang sangat berpori dan tidak homogen. Tampak jelas rongga-rongga besar dengan bentuk tak beraturan yang tersebar pada permukaan biochar, mengindikasikan bahwa proses aktivasi kimia menggunakan KOH telah berhasil dalam membuka struktur internal dan memperluas area permukaan biochar. Aktivasi kimia dengan KOH diketahui dapat memicu terjadinya reaksi redoks pada suhu tinggi, di mana KOH bereaksi dengan karbon dalam biomassa menghasilkan senyawa volatil seperti CO , CO_2 ,

dan H₂O, serta membentuk produk samping seperti K₂CO₃ dan K₂O yang kemudian terbawa keluar. Proses ini menciptakan tekanan internal yang signifikan sehingga struktur biochar mengalami pembentukan dan ekspansi pori, menjadikan biochar berstruktur lebih terbuka dan berongga. Ciri-ciri ini sangat penting karena menunjukkan bahwa biochar yang dihasilkan memiliki tingkat porositas tinggi, yang merupakan salah satu kriteria utama dalam pemilihan material matriks pada sintesis nanokomposit. Secara struktural, morfologi berpori dari biochar memungkinkan biochar untuk menjadi kandidat ideal sebagai matriks dalam pembuatan nanokomposit magnetit berbasis Fe₃O₄.

Kehadiran makropori dan mesopori dalam biochar menyediakan ruang fisis yang cukup besar untuk menahan atau mendukung nanopartikel magnetik, seperti Fe₃O₄, selama proses sintesis hidrotermal atau metode lainnya. Hal ini menjadi krusial untuk mencegah aglomerasi partikel magnetik yang umumnya terjadi akibat sifat superparamagnetik Fe₃O₄. Selain itu, hasil pengukuran ukuran partikel rata-rata menggunakan Origin berdasarkan citra SEM menunjukkan bahwa ukuran partikel biochar berada pada kisaran 5,23 nm. Ukuran partikel yang tergolong nanoskopik ini memperkuat sifat biochar sebagai material pendukung karena partikel nano memiliki rasio luas permukaan terhadap volume yang tinggi, meningkatkan kemungkinan terjadinya interaksi antar permukaan baik dengan partikel magnetik maupun molekul zat pencemar. Selain itu, keberadaan makropori dalam biochar juga berfungsi sebagai jembatan difusi bagi larutan prekursor Fe³⁺ dan Fe²⁺ saat proses pembentukan Fe₃O₄, yang memungkinkan terjadinya distribusi partikel magnetik secara merata di dalam matriks karbon. Hal ini tidak hanya meningkatkan stabilitas struktur komposit, tetapi juga memperkuat integrasi antara fase magnetik dan matriks karbon. Dalam banyak studi, termasuk penelitian oleh Wang *et al.* (2018), ditunjukkan bahwa biochar dengan struktur berpori tinggi dan permukaan reaktif dapat mengikat nanopartikel logam oksida dengan kuat melalui interaksi elektrostatik dan pembentukan ikatan koordinasi. Secara keseluruhan, struktur permukaan berpori, ukuran partikel nano, dan morfologi kompleks yang ditunjukkan oleh SEM membuktikan bahwa biochar hasil aktivasi KOH memiliki potensi besar sebagai matriks ideal untuk mendukung sintesis nanokomposit biochar magnetit. Morfologi tersebut tidak hanya menunjang kestabilan fisik dari nanokomposit, tetapi juga membuka peluang untuk peningkatan interaksi antar material dalam sistem komposit secara kimia dan fisika, yang menjadi landasan penting dalam rancangan material fungsional berbasis karbon.



Gambar 25. Hasil SEM a). 1:1, b). 2:1, dan c). 3:1 pada perbesaran 5000×

Setelah dilakukan karakterisasi terhadap material penyusunnya secara individual, yaitu Fe_3O_4 sebagai komponen magnetit dan biochar sebagai matriks karbon, tahap selanjutnya adalah menganalisis karakteristik morfologi dari nanokomposit biochar magnetit yang disintesis dengan tiga variasi massa biochar terhadap massa Fe_3O_4 , yaitu 1:1, 2:1, dan 3:1. Variasi ini bertujuan untuk mengevaluasi pengaruh rasio komponen terhadap pembentukan struktur permukaan, distribusi partikel, dan kemungkinan aglomerasi yang terjadi pada nanokomposit. Karakterisasi morfologi dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengamati perbedaan tekstur dan ukuran partikel pada tiap variasi, yang selanjutnya dapat dikaitkan dengan performa material dalam proses adsorpsi. Gambar 25 menyajikan hasil SEM dari ketiga variasi nanokomposit yang telah disintesis. Ukuran partikel kemudian disajikan pada table 11.

Tabel 11. Ukuran Partikel hasil analisa SEM

Sampel	Ukuran Partikel (nm)
Biochar magnetit 1:1	37
Biochar Magnetit 2:1	9,07
Biochar Magnetit 3:1	10

Hasil karakterisasi morfologi permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) terhadap nanokomposit biochar magnetik dengan tiga variasi rasio massa biochar terhadap Fe_3O_4 , yaitu 1:1, 2:1, dan 3:1, menunjukkan perbedaan struktur mikro dan penyebaran partikel yang signifikan. Perbedaan ini mencerminkan bagaimana jumlah relatif biochar dalam sistem sintesis memengaruhi pembentukan pori, distribusi partikel Fe_3O_4 , serta keseragaman struktur nanokomposit yang dihasilkan. Ketiga sampel tersebut masing-masing ditampilkan pada Gambar 25, yaitu (a) biochar magnetik 1:1, (b) biochar magnetik 2:1, dan (c) biochar magnetik 3:1, serta dianalisis ukuran partikelnya sebagaimana tercantum dalam Tabel 11.

Pada gambar SEM biochar magnetik rasio 1:1, struktur permukaan menunjukkan bentuk yang padat, kasar, serta tampak adanya akumulasi partikel-partikel kecil dengan distribusi yang kurang homogen. Aglomerasi partikel magnetit (Fe_3O_4) terlihat cukup masif, menutupi sebagian besar area permukaan biochar. Akumulasi ini menandakan bahwa pada komposisi ini

terjadi kelebihan muatan partikel Fe_3O_4 dibandingkan dengan jumlah matriks karbon (biochar) yang tersedia untuk mendukung dispersi partikel tersebut. Ketidakseimbangan ini menyebabkan keterbatasan ruang aktif, rendahnya jumlah pori terbuka, serta kemungkinan menurunnya luas permukaan spesifik. Ukuran rata-rata partikel yang terukur dalam citra ini adalah sebesar 37 nm, nilai yang paling besar dibandingkan dengan dua rasio lainnya. Ukuran yang relatif besar ini menandakan bahwa pertumbuhan partikel Fe_3O_4 tidak dapat terkontrol dengan baik akibat keterbatasan jumlah matriks karbon yang bertugas menahan dan menyebarkan partikel magnetik secara merata. Akibatnya, struktur pori cenderung tertutup dan tidak mendukung performa adsorptif secara optimal.

Sebaliknya, pada rasio 2:1, tampak morfologi permukaan yang jauh lebih teratur dengan pori-pori besar yang terdistribusi merata, serta dinding pori yang tampak halus dan terbuka. Citra SEM menunjukkan bahwa partikel Fe_3O_4 telah terdispersi secara lebih baik dalam matriks biochar, menunjukkan ikatan dan integrasi yang lebih efektif antar kedua material penyusun. Analisis ukuran partikel menunjukkan bahwa nanokomposit pada rasio ini memiliki ukuran partikel terkecil, yakni 9,07 nm. Ukuran partikel yang lebih kecil ini menjadi indikator penting dari keberhasilan sintesis dan integrasi magnetit dalam matriks karbon. Ukuran nano dari partikel magnetit memberikan keuntungan berupa meningkatnya luas permukaan dan reaktivitas permukaan, yang keduanya sangat berperan dalam proses interaksi adsorptif. Struktur pori yang terbuka dan distribusi partikel yang merata memperkuat kemungkinan difusi molekul *Rhodamin B* ke dalam pori dan situs aktif permukaan. Dengan demikian, morfologi pada rasio 2:1 memperlihatkan ciri-ciri fungsional yang sangat mendukung kinerja adsorpsi maupun pemisahan magnetik, menjadikannya kandidat paling optimal secara struktural dalam penelitian ini.

Adapun pada rasio 3:1, morfologi permukaan nanokomposit masih menunjukkan keberadaan pori-pori besar dan terbuka, namun jumlah partikel magnetit tampak berkurang dibandingkan rasio 2:1. Hal ini disebabkan oleh dominasi massa biochar yang lebih besar, yang secara tidak langsung menurunkan jumlah partikel Fe_3O_4 yang dapat berikatan atau termuat dalam struktur komposit. Ukuran partikel yang terukur pada sampel ini adalah 10 nm, sedikit lebih besar dari rasio 2:1 namun masih dalam kisaran ukuran nano. Walaupun ukuran partikel tetap tergolong kecil, namun efektivitas interaksi antara partikel magnetik dan biochar kemungkinan tidak sebaik pada rasio 2:1 akibat ketimpangan komposisi material. Selain itu, kemungkinan adanya biochar berlebih yang tidak mengandung partikel magnetik dapat menyebabkan penurunan efisiensi pemisahan magnetik dan berpotensi membatasi jumlah situs aktif yang bersifat sinergis terhadap partikel magnetit. Namun demikian, struktur

berpori yang terlihat tetap memberikan peluang tinggi untuk aplikasi adsorptif, meskipun mungkin tidak setinggi rasio 2:1.

Secara keseluruhan, hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa rasio 2:1 antara biochar dan Fe_3O_4 merupakan komposisi paling seimbang dalam menghasilkan struktur permukaan yang ideal untuk aplikasi lanjutan, baik dari segi ukuran partikel, keseragaman morfologi, hingga penyebaran pori. Rasio ini memungkinkan terjadinya dispersi partikel magnetit secara merata, meminimalkan aglomerasi, serta menjaga ketersediaan dan aksesibilitas pori pada matriks biochar. Berbeda halnya dengan rasio 1:1 yang mengalami overload Fe_3O_4 , ataupun rasio 3:1 yang memiliki keterbatasan muatan magnetik. Karakteristik struktural yang diperoleh dari hasil SEM pada rasio 2:1 memperkuat potensinya sebagai kandidat unggul untuk aplikasi adsorben berbasis biochar magnetit.

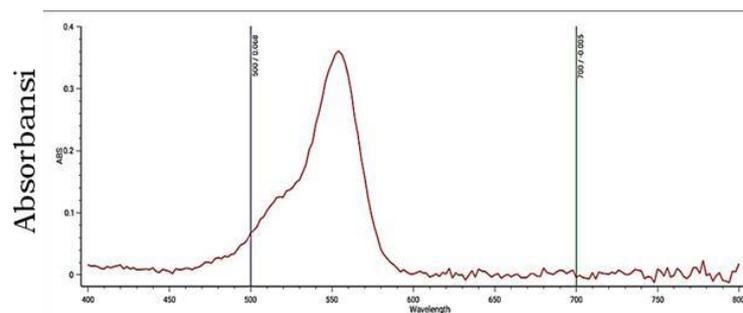
4.5 Uji adsorpsi Rhodamin B

Pembuatan Larutan Standar dan Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Rhodamin B

Penentuan panjang gelombang serapan maksimum (λ_{maks}) *Rhodamin B* merupakan salah satu tahap krusial dalam analisis spektrofotometri UV-Vis yang bertujuan untuk mengetahui pada panjang gelombang berapa senyawa *Rhodamin B* menyerap cahaya secara paling kuat. *Rhodamin B* adalah zat pewarna golongan xanten yang memiliki struktur aromatik dengan sistem ikatan rangkap terkonjugasi, yang menjadikannya sangat aktif terhadap radiasi cahaya tampak. Ketika terkena cahaya dengan panjang gelombang tertentu, elektron-elektron dalam sistem π terkonjugasi pada molekul *Rhodamin B* mengalami eksitasi dari tingkat energi dasar (*ground state*) ke tingkat energi tereksitasi (*excited state*), yang menghasilkan puncak absorbansi pada spektrum UV-Vis. Transisi elektronik utama yang terjadi pada molekul *Rhodamin B* adalah $\pi \rightarrow \pi$, yang sangat dipengaruhi oleh panjang gelombang cahaya yang digunakan dalam pengukuran. Dalam penelitian ini, untuk menentukan nilai λ_{maks} *Rhodamin B* secara tepat, dilakukan pemindaian spektrum absorbansi dalam rentang panjang gelombang 400 hingga 800 nm. Rentang ini dipilih karena mencakup wilayah spektrum tampak, di mana *Rhodamin B* secara karakteristik menunjukkan aktivitas penyerapan cahaya yang tinggi. Hasil pemindaian memperlihatkan adanya puncak absorbansi yang tajam dan dominan, yang menandakan posisi λ_{maks} . Puncak ini umumnya muncul di kisaran 554–556 nm, meskipun sedikit pergeseran dapat terjadi tergantung pada kondisi eksperimental seperti pelarut, pH larutan, dan konsentrasi *Rhodamin B*. Nilai λ_{maks} ini kemudian digunakan sebagai acuan dalam semua pengukuran absorbansi larutan *Rhodamin B* pada tahap-tahap berikutnya dalam proses adsorpsi, karena panjang gelombang

tersebut memberikan sensitivitas maksimum dan akurasi paling tinggi terhadap perubahan konsentrasi.

Penggunaan λ_{maks} sebagai titik tetap dalam pengukuran absorbansi sangat penting karena berhubungan langsung dengan prinsip hukum LambertBeer, yang menyatakan bahwa absorbansi suatu zat berbanding lurus dengan konsentrasi dan panjang lintasan cahaya, selama pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum. Oleh karena itu, pemilihan λ_{maks} tidak hanya berfungsi untuk memperoleh sinyal tertinggi, tetapi juga untuk meminimalkan kesalahan dalam interpretasi data kuantitatif. Dalam konteks penelitian ini, keakuratan dalam menentukan λ_{maks} sangat menentukan keandalan perhitungan efisiensi adsorpsi biochar magnetit terhadap *Rhodamin B*, karena penurunan konsentrasi pewarna dalam larutan setelah proses adsorpsi akan dianalisis berdasarkan perubahan absorbansi pada panjang gelombang tersebut. Keseluruhan prosedur ini menjadi fondasi penting dalam mengevaluasi kinerja material adsorben, sehingga interpretasi hasil dapat dilakukan secara ilmiah dan terukur. Pada gambar (26) ditunjukkan panjang gelombang optimum *Rhodamin B*.



Gambar 26. Spektrum UV-Vis *Rhodamin B*

Berdasarkan spektrum tersebut, tampak bahwa *Rhodamin B* memiliki puncak serapan maksimum yang sangat jelas pada panjang gelombang sekitar 554 nm. Puncak ini menunjukkan nilai absorbansi tertinggi, yang mengindikasikan bahwa pada panjang gelombang tersebut terjadi serapan cahaya maksimum oleh molekul *Rhodamin B*. Puncak serapan pada panjang gelombang 554 nm berkaitan dengan transisi elektron $\pi \rightarrow \pi$ dari gugus kromofor yang terdapat pada struktur aromatik *Rhodamin B*, terutama cincin xanthene. Transisi ini merupakan ciri khas dari senyawa pewarna organik dengan struktur konjugasi yang luas, yang mampu menyerap radiasi elektromagnetik pada daerah tampak (*visible*) dan menghasilkan warna yang khas. *Rhodamin B* merupakan senyawa pewarna golongan xanthene yang memiliki sifat *fluoresens* dan sangat larut dalam air, sehingga menjadikannya sebagai model umum dalam studi adsorpsi. Pentingnya identifikasi panjang gelombang maksimum ini adalah untuk menentukan parameter pengukuran yang akurat selama proses analisis kuantitatif menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Pengukuran absorbansi pada λ maksimum (λ_{max}) memberikan sensitivitas tertinggi terhadap perubahan konsentrasi larutan, sehingga digunakan sebagai acuan dalam pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran konsentrasi sisa *Rhodamin B* setelah proses adsorpsi. Hasil serupa juga dilaporkan oleh Zhang *et al.* (2022), di mana *Rhodamin B* menunjukkan puncak serapan maksimum pada sekitar 554–556 nm ketika dilarutkan dalam air. Hal ini menunjukkan bahwa data eksperimen yang diperoleh sejalan dengan literatur ilmiah, dan valid digunakan untuk pengujian efisiensi adsorpsi oleh material komposit biochar magnetit.

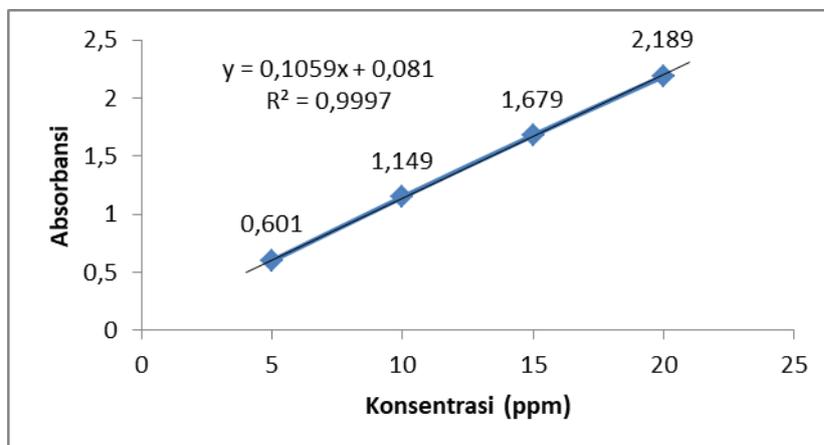
Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi merupakan metode yang digunakan untuk menentukan kadar zat tertentu dalam sampel menggunakan deret seri larutan yang telah diketahui konsentrasinya. Konsentrasi larutan standar yang membentuk deret seri kemudian dianalisis dengan UV-VIS dengan panjang gelombang yang sama dengan sampel yang diukur. Pembuatan kurva kalibrasi bertujuan untuk memperoleh hubungan linier antara konsentrasi *Rhodamin B* dan nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Data absorbansi larutan standar *Rhodamin B* pada konsentrasi 0, 5, 10, 15, dan 20 ppm menunjukkan peningkatan absorbansi secara konsisten, yaitu masing-masing sebesar 0,000; 0,601; 1,149; 1,679; dan 2,189. Hubungan ini menunjukkan pola linier yang sesuai dengan *hukum Lambert-Beer*, yang menyatakan bahwa absorbansi suatu zat berbanding lurus dengan konsentrasinya selama kondisi sistem berada dalam batas linearitas.

Berdasarkan data tersebut, dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu X sebagai konsentrasi *Rhodamin B* (ppm) dan sumbu Y sebagai absorbansi. Hasil plot menunjukkan garis lurus dengan arah kecenderungan meningkat, yang menandakan bahwa metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang digunakan memberikan respon linier terhadap perubahan konsentrasi *Rhodamin B*. Persamaan regresi linier yang diperoleh dari grafik tersebut umumnya berbentuk $y = ax + b$, di mana y adalah absorbansi, x adalah konsentrasi *Rhodamin B*, a adalah gradien garis, dan b adalah intersep. Berdasarkan data dalam tabel, diperkirakan persamaan regresi mendekati bentuk $y = 0,109x + 0,011$ dengan koefisien determinasi (R^2) yang sangat mendekati 1, menandakan hubungan linier yang sangat kuat.

Kurva kalibrasi ini kemudian digunakan sebagai acuan dalam menentukan konsentrasi *Rhodamin B* dalam sampel setelah proses adsorpsi, dengan cara membandingkan nilai absorbansi aktual sampel terhadap persamaan regresi yang telah dibuat. Dengan demikian, efisiensi adsorpsi dari biochar magnetit dapat dianalisis secara kuantitatif dan akurat berdasarkan penurunan konsentrasi *Rhodamin B* yang terukur secara tidak langsung melalui

absorbansinya. Selanjutnya, data dari tabel 9 diplotkan dengan sumbu X sebagai konsentrasi dan sumbu y sebagai adsorbansi, sehingga didapat grafik seperti gambar 27:



Gambar 27. Kurva kalibrasi

Kurva pada Gambar 27 merupakan hasil pemodelan linier dari hubungan antara konsentrasi Kurva Kalibrasi Larutan Standar *Rhodamin B* larutan standar *Rhodamin B* (ppm) dengan nilai absorbansi yang diperoleh melalui pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Grafik ini digunakan sebagai kurva kalibrasi yang berfungsi sebagai acuan untuk menentukan konsentrasi *Rhodamin B* dalam sampel setelah proses adsorpsi oleh nanokomposit biochar magnetit.

Uji adsorpsi *Rhodamin B* bertujuan untuk mengevaluasi kemampuan nanokomposit biochar magnetit dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dalam menghilangkan zat warna berbahaya dari air. *Rhodamin B* merupakan pewarna sintetik yang bersifat karsinogenik dan stabil secara kimia, sehingga penting untuk dihilangkan sebelum dibuang ke lingkungan. Adsorpsi dipilih sebagai metode karena efisien, ekonomis, dan mampu menggunakan material berbasis limbah sebagai adsorben. Sebelum uji dilakukan, ditentukan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) *Rhodamin B* menggunakan spektrofotometri UVVis, yaitu pada 554 nm. Selanjutnya, dibuat larutan standar *Rhodamin B* dengan berbagai konsentrasi untuk memperoleh kurva kalibrasi. Hasil plot hubungan antara konsentrasi dan absorbansi menghasilkan persamaan regresi linear dengan korelasi tinggi, yang kemudian digunakan untuk menghitung konsentrasi *Rhodamin B* sisa setelah proses adsorpsi. Nanokomposit biochar magnetit yang digunakan menggabungkan porositas tinggi biochar dengan sifat magnetit dan gugus aktif dari Fe_3O_4 , sehingga memperkuat interaksi elektrostatik dan π - π stacking terhadap *Rhodamin B*. Penelitian ini juga menguji tiga variasi komposisi biochar: Fe_3O_4 (1:1, 2:1, dan 3:1) untuk mengetahui komposisi paling efektif. Literatur menunjukkan bahwa penambahan material magnetit dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dan memudahkan pemisahan pasca-adsorpsi (Zhang *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2020). Dengan pendekatan ini, diperoleh pemahaman

yang komprehensif tentang hubungan antara komposisi nanokomposit dan kinerjanya sebagai adsorben, mendukung pengembangan bahan ramah lingkungan dari limbah biomassa lokal.

Dalam penelitian ini, pembuatan larutan standar *Rhodamin B* dilakukan dengan konsentrasi (5, 10, 15, dan 20 ppm), dan masing-masing larutan diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya, yaitu 554 nm. Hasil pemetaan konsentrasi terhadap absorbansi membentuk garis lurus yang dinyatakan dengan persamaan regresi linear: $y = 0,1059x + 0,081$, dengan y sebagai absorbansi dan x sebagai konsentrasi *Rhodamin B* dalam satuan ppm. Persamaan ini menunjukkan bahwa terdapat hubungan linier yang kuat antara peningkatan konsentrasi *Rhodamin B* dan nilai absorbansinya. Koefisien regresi (*slope*) sebesar 0,1059 menunjukkan bahwa setiap kenaikan 1 ppm konsentrasi *Rhodamin B* akan menyebabkan kenaikan absorbansi sebesar 0,1059 satuan, sedangkan nilai intersep sebesar 0,081 menunjukkan absorbansi ketika konsentrasi mendekati nol. Kecocokan data eksperimental terhadap model linier ini menunjukkan bahwa pengukuran absorbansi sesuai dengan hukum *Lambert-Beer*, yang menyatakan bahwa absorbansi (A) berbanding lurus dengan konsentrasi (C) larutan, yang secara matematis dinyatakan sebagai: $A = \epsilon \cdot l \cdot C$, dengan ϵ adalah koefisien serapan molar (molar absorptivity), l adalah panjang lintasan cahaya (biasanya 1 cm), dan C adalah konsentrasi. Dengan demikian, kurva kalibrasi ini merupakan alat bantu penting dalam kuantifikasi *Rhodamin B* pada sampel setelah proses adsorpsi, di mana konsentrasi residu dapat ditentukan berdasarkan absorbansi sampel yang diukur dan kemudian disubstitusikan ke dalam persamaan regresi yang diperoleh. Validitas pendekatan ini telah didukung oleh berbagai studi sebelumnya. Sebagai contoh, Wang *et al.* (2019) menjelaskan bahwa kurva kalibrasi merupakan metode standar dalam kuantifikasi senyawa pewarna seperti *Rhodamin B*, terutama dalam studi adsorpsi menggunakan material berbasis karbon dan magnetit. Zhou *et al.* (2020) juga menyatakan bahwa penggunaan kurva kalibrasi dengan koefisien determinasi (R^2) mendekati 1 adalah indikator akurasi dan presisi metode kuantifikasi berbasis spektrofotometri. Dalam konteks penelitian ini, kurva kalibrasi yang diperoleh menjadi dasar dalam menentukan efektivitas nanokomposit biochar magnetic dalam menurunkan konsentrasi *Rhodamin B* dalam larutan. Dengan mengetahui konsentrasi awal (melalui larutan standar) dan konsentrasi akhir (melalui pengukuran absorbansi setelah adsorpsi), maka efisiensi adsorpsi (% removal) dapat dihitung secara kuantitatif. Gambar larutan *Rhodamin B* pada berbagai konsentrasi ditunjukkan pada gambar 28.



Gambar 28. Larutan *Rhodamin B* pada berbagai konsentrasi 5,10,15,20 (ppm)

Uji Adsorpsi *Rhodamin B*

Uji adsorpsi *Rhodamin B* bertujuan untuk mengevaluasi kemampuan nanokomposit biochar magnetic dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dalam menghilangkan zat warna berbahaya dari air. *Rhodamin B* merupakan pewarna sintetik yang bersifat karsinogenik dan stabil secara kimia, sehingga penting untuk dihilangkan sebelum dibuang ke lingkungan. Adsorpsi dipilih sebagai metode karena efisien, ekonomis, dan mampu menggunakan material berbasis limbah sebagai adsorben. Sebelum uji dilakukan, ditentukan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) *Rhodamin B* menggunakan spektrofotometri UVVis, yaitu pada 554 nm. Selanjutnya, dibuat larutan standar *Rhodamin B* dengan berbagai konsentrasi untuk memperoleh kurva kalibrasi. Hasil plot hubungan antara konsentrasi dan absorbansi menghasilkan persamaan regresi linear dengan korelasi tinggi, yang kemudian digunakan untuk menghitung konsentrasi *Rhodamin B* sisa setelah proses adsorpsi. Nanokomposit biochar magnetit yang digunakan menggabungkan porositas tinggi biochar dengan sifat magnetit dan gugus aktif dari Fe_3O_4 , sehingga memperkuat interaksi elektrostatis dan π - π stacking terhadap *Rhodamin B*. Penelitian ini juga menguji tiga variasi komposisi biochar (1:1, 2:1, dan 3:1) untuk mengetahui komposisi paling efektif. Literatur menunjukkan bahwa penambahan material magnetit dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dan memudahkan pemisahan pasca adsorpsi (Zhang *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2020). Dengan pendekatan ini, diperoleh pemahaman tentang hubungan antara komposisi nanokomposit dan kinerjanya sebagai adsorben, mendukung pengembangan bahan ramah lingkungan dari limbah biomassa lokal.

Penentuan massa optimum adsorpsi Nanokomposit Biochar Magnetit

Penentuan massa optimum dari nanokomposit biochar magnetit merupakan langkah krusial dalam mengoptimalkan efisiensi proses adsorpsi *Rhodamin B*. Dalam penelitian ini, nanokomposit disintesis menggunakan tiga variasi rasio massa biochar terhadap Fe_3O_4 , yaitu 1:1, 2:1, dan 3:1. Variasi ini dilakukan untuk mengevaluasi bagaimana perbandingan massa biochar yang lebih tinggi atau lebih rendah terhadap komponen magnetit Fe_3O_4 dapat

memengaruhi kinerja material adsorben terhadap zat warna *Rhodamin B*, yang dikenal bersifat kationik dan berbahaya bagi lingkungan.

biochar berperan sebagai material karbon berpori yang memiliki gugus fungsional aktif seperti $-OH$, $-COOH$, dan $-C=O$, yang mampu berinteraksi dengan molekul *Rhodamin B* melalui ikatan hidrogen, interaksi elektrostatik, maupun interaksi π - π stacking antara struktur aromatik *Rhodamin B* dan kerangka karbon dari biochar. Penambahan Fe_3O_4 pada *matriks* biochar bertujuan untuk memberikan sifat magnetit, sehingga adsorben dapat dengan mudah dipisahkan dari larutan setelah proses adsorpsi selesai. Namun, penambahan Fe_3O_4 juga dapat menutupi sebagian pori-pori aktif atau menyebabkan aglomerasi jika jumlahnya terlalu banyak, yang berpotensi menurunkan efisiensi adsorpsi. Untuk mengetahui efektivitas masing-masing variasi nanokomposit biochar magnetit dalam mengadsorpsi *Rhodamin B*, dilakukan pengujian terhadap larutan pewarna dengan konsentrasi tertentu menggunakan tiga rasio massa biochar terhadap Fe_3O_4 , yaitu 1:1, 2:1, dan 3:1. Data hasil adsorpsi berupa nilai konsentrasi akhir larutan setelah kontak dengan adsorben kemudian dihitung persen efisiensi adsorpsinya. Rincian hasil dari masing-masing variasi ditampilkan pada tabel 12 berikut:

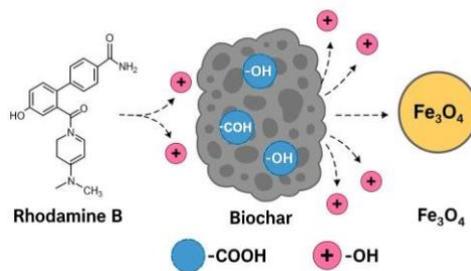
Tabel 12. Data Hasil Adsorpsi *Rhodamin B*

sampel	Absordansi awal	Absorbansi akhir	% Absorbansi
Nanokomposit 1:1	2,189	0,36	83%
	2,189	0,387	82%
	2,189	0,359	83%
	2,189	0,339	84%
Nanokomposit 2:1	2,189	0,401	81%
	2,189	0,333	84%
	2,189	0,324	85%
	2,189	0,309	85%
Nanokomposit 3:1	2,189	0,365	83%
	2,189	0,316	85%
	2,189	0,342	84%
	2,189	0,396	81%

Berdasarkan data hasil uji adsorpsi *Rhodamin B* yang tercantum dalam Tabel 10, diperoleh bahwa efisiensi adsorpsi tertinggi dicapai oleh nanokomposit biochar magnetit dengan perbandingan massa 2:1, yaitu sebesar 85,11%, diikuti oleh variasi 3:1 sebesar 83,22%, dan variasi 1:1 sebesar 82,07%. Data ini secara jelas menunjukkan bahwa terdapat pengaruh nyata dari rasio massa biochar terhadap efektivitas penyerapan molekul *Rhodamin B*. Efisiensi tertinggi pada variasi 2:1 menunjukkan bahwa rasio tersebut merupakan kondisi optimum di mana terjadi keseimbangan antara massa situs aktif dari biochar dan kontribusi

sifat magnetit dari Fe_3O_4 yang berfungsi untuk memudahkan pemisahan pascaadsorpsi. Rasio 1:1 yang mengandung Fe_3O_4 dalam jumlah tinggi namun biochar lebih sedikit menunjukkan efisiensi terendah (82,07%). Hal ini dapat dijelaskan dari karakterisasi SEM, di mana morfologi pada rasio ini menunjukkan adanya aglomerasi partikel Fe_3O_4 di permukaan yang mengurangi luas permukaan aktif dan menghalangi pori-pori biochar. Selain itu, jumlah gugus fungsional dari biochar yang bertanggung jawab dalam proses adsorpsi juga relatif lebih sedikit. FTIR mendukung hal ini dengan menunjukkan intensitas pita serapan gugus $-\text{OH}$ dan $-\text{COOH}$ yang lebih rendah pada variasi 1:1 dibandingkan 2:1, sehingga kemampuan berinteraksi dengan molekul *Rhodamin B* juga terbatas. Sementara pada rasio 3:1, meskipun biochar lebih banyak, efisiensi adsorpsi hanya sedikit lebih tinggi dari 1:1. Hal ini disebabkan oleh kemungkinan terjadinya pelapisan berlebih dari biochar terhadap partikel Fe_3O_4 , yang terlihat dari citra SEM berupa permukaan yang tampak lebih padat dan tak terdistribusi merata. Ketebalan lapisan biochar ini dapat menyebabkan penutupan sebagian situs aktif dan memperlambat difusi molekul *Rhodamin B* ke dalam pori biochar. Selain itu, XRD juga menunjukkan intensitas puncak Fe_3O_4 yang mulai menghilang, menandakan pelapisan yang berlebih.

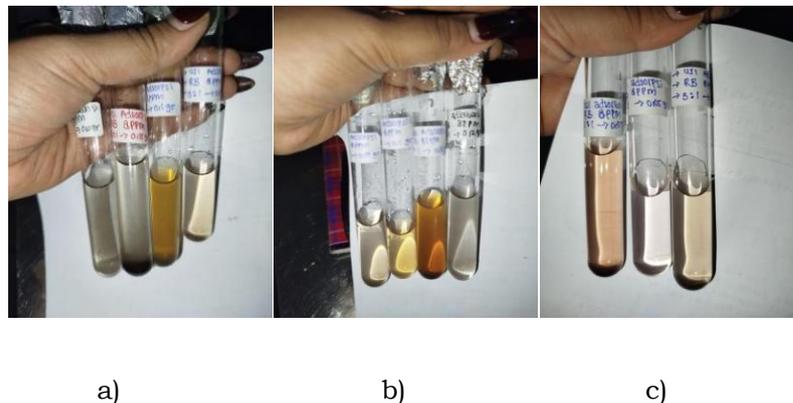
Rasio 2:1 justru memberikan kombinasi paling ideal. Dari karakterisasi FTIR, gugus fungsional seperti $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, dan $\text{C}=\text{O}$ yang berperan sebagai situs adsorpsi terdeteksi paling kuat. Pita karakteristik magnetit ($\text{Fe}-\text{O}$) juga masih terlihat jelas, menandakan bahwa sifat magnetitnya tetap terjaga. Dalam XRD, pola difraksi menunjukkan keseimbangan antara struktur kristalin Fe_3O_4 dan *amorf* dari biochar, mengindikasikan adanya interaksi antar komponen yang baik tanpa mengganggu struktur aktif masing-masing. Sedangkan SEM menunjukkan distribusi partikel yang lebih merata, dengan ukuran rata-rata sekitar 49,83 nm lebih kecil dari variasi lainnya yang berarti luas permukaan efektifnya lebih besar, mendukung kinerja adsorpsi yang tinggi. Secara ilmiah, adsorpsi *Rhodamin B* oleh nanokomposit mengikuti mekanisme interaksi antara gugus fungsional bermuatan negatif pada biochar dengan molekul *Rhodamin B* yang bermuatan positif (kationik), melalui ikatan elektrostatik, ikatan hidrogen, dan interaksi $\pi-\pi$ stacking. Oleh karena itu, variasi 2:1 yang mengandung gugus aktif lebih banyak dan permukaan lebih terbuka memiliki keunggulan dalam menyediakan lebih banyak situs adsorpsi (Tan *et al.*, 2015; Liu *et al.*, 2021). Dengan tidak dilakukannya karakterisasi BET dan VSM dalam penelitian ini, maka hasil karakterisasi FTIR, XRD, dan SEM telah cukup mendukung secara kuat bahwa rasio 2:1 merupakan komposisi optimum untuk aplikasi adsorpsi *Rhodamin B* karena memberikan keseimbangan ideal antara struktur, fungsi permukaan, dan morfologi pori. Adapun ilustrasi adsorpsi *Rhodamin B* oleh Nanokomposit biochar magnetic ditampilkan pada gambar 29 berikut:



Gambar 29. Ilustrasi adsorpsi *Rhodamin B* oleh Nanokomposit biochar magnetit

Berdasarkan gambar 29 dapat diamati bahwa Mekanisme adsorpsi *Rhodamin B* oleh nanokomposit biochar magnetit berlangsung melalui serangkaian interaksi fisik dan kimia yang kompleks, yang sangat dipengaruhi oleh karakteristik struktur dan komposisi material adsorben. Proses adsorpsi dimulai dengan terdifusinya molekul *Rhodamin B* dari larutan ke permukaan nanokomposit. Keberadaan struktur berpori dan morfologi kasar yang diamati melalui karakterisasi SEM memberikan banyak situs aktif yang mendukung penjerapan zat warna. Pori-pori biochar menyediakan jalur masuk bagi molekul *Rhodamin B* untuk berinteraksi lebih dalam dengan permukaan internal adsorben, sementara Fe_3O_4 yang terdispersi pada permukaan meningkatkan jumlah situs aktif dan memperluas area kontak adsorbat-adsorben. Hal ini menjelaskan mengapa pada sampel dengan rasio biochar: Fe_3O_4 sebesar 2:1 terjadi adsorpsi paling tinggi, dengan persentase hingga 85%, dibandingkan rasio 1:1 dan 3:1 yang hanya mencapai sekitar 82–84%. Dominasi performa pada komposit 2:1 ini menunjukkan bahwa komposisi tersebut memberikan keseimbangan optimal antara jumlah gugus aktif biochar dan kontribusi Fe_3O_4 sebagai fasa fungsional. Lebih lanjut, karakterisasi FTIR menunjukkan keberadaan gugus fungsional seperti hidroksil (-OH), karbonil (C=O), dan karboksilat (-COOH) yang memainkan peran penting dalam interaksi elektrostatik dan pembentukan ikatan hidrogen dengan *Rhodamin B*, yang merupakan pewarna kationik. Interaksi ini semakin diperkuat oleh permukaan Fe_3O_4 yang mampu berkoordinasi dengan gugus polar dari *Rhodamin B*, menciptakan gaya tarik ionik dan koordinasi logam-ligan yang kuat. Hal ini sejalan dengan temuan Zhang *et al.* (2013), yang menyatakan bahwa keberadaan Fe_3O_4 dapat meningkatkan performa adsorpsi zat warna melalui pembentukan ikatan elektrostatik dan gaya koordinatif. Sementara itu, hasil XRD menunjukkan puncak kristalin dari magnetit (Fe_3O_4), yang tidak hanya berfungsi sebagai penanda fasa magnetit, tetapi juga menunjukkan keterkaitan antara kristalinitas dan stabilitas struktur yang mempengaruhi efektivitas adsorpsi. Di sisi lain, meskipun pengujian BET dan VSM tidak dilakukan dalam penelitian ini, citra SEM memberikan bukti kuat bahwa rasio 2:1 menghasilkan dispersi partikel paling homogen dan permukaan aktif paling luas dibandingkan rasio lainnya, yang mendukung efisiensi penyerapan *Rhodamin B*. Molekul *Rhodamin B* yang

telah berinteraksi dengan permukaan akan menempati situs adsorpsi, baik melalui penjerapan fisik (*Van der Waals*) maupun penjerapan kimia (interaksi ionik dan hidrogen). Dalam hal ini, adsorpsi terjadi tidak hanya pada permukaan eksternal, tetapi juga meresap ke dalam pori mikro dan meso biochar, sehingga memperbesar kapasitas adsorpsi total. Mekanisme ini berakhir ketika tercapai kondisi kesetimbangan, yaitu saat jumlah molekul *Rhodamin B* yang teradsorpsi setara dengan jumlah yang terlepas kembali ke larutan. Secara keseluruhan, efektivitas mekanisme ini sangat dipengaruhi oleh rasio komposisi nanokomposit, yang dalam penelitian ini terbukti paling optimal pada perbandingan biochar: Fe_3O_4 sebesar 2:1, seiring dengan kesesuaian antara struktur, gugus fungsional, dan morfologi permukaan yang mendukung interaksi maksimum antara adsorben dan adsorbat. Adapun hasil Adsorpsi yang dihasilkan ditunjukkan pada gambar 29 berikut:



Gambar 30. Hasil adsorpsi *Rhodamin B* di berbagai variasi massa nanokomposit(a) 1:1, (b) 2:1, dan (c) 3:1

Nanopartikel Fe_3O_4 dalam sistem tidak hanya berfungsi sebagai komponen magnetit untuk memudahkan pemisahan adsorben pasca-adsorpsi, tetapi juga berkontribusi terhadap pembentukan ikatan elektrostatik tambahan dengan muatan positif dari *Rhodamin B*. Dalam beberapa penelitian, permukaan Fe_3O_4 juga dapat berperan sebagai pusat koordinasi lemah melalui interaksi kompleksasi dengan gugus donor elektron dari molekul *Rhodamin B*, meskipun kontribusinya tidak dominan. Ketika kandungan biochar berlebih seperti pada rasio 3:1, terdapat potensi aglomerasi partikel biochar atau penutupan sebagian pori aktif, sehingga meskipun jumlah gugus fungsional meningkat, Kapasitas adsorpsi tidak meningkat secara linear. Fenomena ini dikenal sebagai saturasi permukaan, di mana situs adsorpsi mencapai titik jenuh dan tidak lagi dapat menjerap molekul tambahan secara efektif. Oleh karena itu, rasio yang seimbang antara biochar dan Fe_3O_4 , seperti pada rasio 2:1, memberikan hasil yang lebih optimal karena menggabungkan luas permukaan aktif yang cukup besar, keterbukaan pori, dan distribusi gugus fungsional yang merata tanpa

mengganggu integritas struktur kristal dari Fe_3O_4 . Untuk memahami potensi nanokomposit biochar magnetik sebagai adsorben *Rhodamin B*, dilakukan perbandingan karakteristik fisikokimia dan kapasitas adsorpsi antara beberapa material, yaitu biochar, karbon aktif, Fe_3O_4 nanopartikel, dan nanokomposit biochar magnetik. Perbandingan ini mencakup struktur, luas permukaan, kandungan gugus fungsional, sifat magnetik, serta kapasitas adsorpsi masing-masing material, dalam Tabel 13 berikut:

Tabel 13. Perbandingan biochar, karbon aktif, Fe_3O_4 , dan nanokomposit.

Material	Struktur & Luas Permukaan	Fungsi & Gugus Aktif	Sifat Magnetik	Kapasitas Adsorpsi <i>Rhodamin B</i>	Referensi Jurnal
Biochar (TKKS)	Struktur <i>amorf</i> , luas permukaan sedang (~155 m ² /g)	Gugus – OH, – COOH, C=O	Tidak ada	169.5 mg/g	Triyono, S. <i>et al.</i> (2023) – Univ. Jambi
Activated Carbon	Mikropori dominan, luas permukaan tinggi (745–1775 m ² /g)	Gugus asam (2.98–3.19 mmol/g)	Tidak ada	321–629.8 mg/g	Foo & Hameed (2012); Nguyen <i>et al.</i> (2016)
Fe_3O_4 nanopartikel	Nanopartikel kristalin, ukuran kecil	Situs aktif permukaan	Superpara magnetik	10.4 mg/g	Hashemi <i>et al.</i> (2017)
Nanokomposit Biochar Magnetik (rasio 2:1)	Biochar <i>amorf</i> + Fe_3O_4 tersebar; distribusi merata	–OH, – COOH, C=O + permukaan magnetik	Superpara magnetik; Ms menurun	85% efisiensi (150–200 mg); estimasi 170 mg/g	Hasil Sintesis

Tabel 13 menunjukkan bahwa masing-masing material memiliki karakteristik unik yang mempengaruhi efisiensi adsorpsinya terhadap zat warna *Rhodamin B*. Biochar dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) memiliki struktur *amorf* dengan luas permukaan sedang (~155 m²/g) dan gugus fungsional seperti –OH dan –COOH yang aktif dalam proses adsorpsi. Meskipun tidak seefisien karbon aktif dari segi kapasitas adsorpsi, biochar tetap menjanjikan sebagai adsorben alternatif karena ketersediaan bahan baku yang melimpah, proses pembuatan yang lebih ramah lingkungan, dan biaya produksi yang rendah. Karbon aktif menunjukkan performa adsorpsi paling tinggi, dengan luas permukaan sangat besar (745–1775 m²/g) dan kandungan gugus asam permukaan hingga 3.19 mmol/g. Hal ini menjelaskan kapasitas adsorpsi yang sangat tinggi, mencapai 629.8 mg/g pada kondisi optimum. Namun, pembuatan karbon aktif memerlukan tahapan aktivasi yang kompleks serta biaya yang lebih tinggi, yang membatasi aplikasinya untuk skala besar dan berkelanjutan. Fe_3O_4 nanopartikel sendiri memiliki kapasitas adsorpsi yang relatif rendah (~10.4 mg/g) karena terbatasnya situs aktif dan luas permukaan spesifik yang rendah. Namun, keunggulan Fe_3O_4 terletak pada sifat magnetiknya yang memungkinkan pemisahan cepat setelah proses adsorpsi. Oleh karena itu, Fe_3O_4 sering digunakan dalam bentuk komposit untuk meningkatkan efisiensi sistem adsorpsi secara keseluruhan. Nanokomposit biochar magnetik yang disintesis dalam penelitian ini berhasil menggabungkan keunggulan kedua komponen, yaitu luas

permukaan dan gugus aktif dari biochar serta sifat superparamagnetik dari Fe_3O_4 . Pada rasio biochar: Fe_3O_4 sebesar 2:1, nanokomposit menunjukkan efisiensi adsorpsi tertinggi (~85%) terhadap RB dengan massa adsorben 150–200 mg. Karakterisasi menunjukkan bahwa pada rasio ini terdapat distribusi partikel Fe_3O_4 yang lebih merata di permukaan biochar, struktur kristal Fe_3O_4 tetap stabil, dan tidak terjadi aglomerasi yang signifikan. Mekanisme adsorpsi yang dominan meliputi interaksi elektrostatik, ikatan hidrogen, π - π stacking, serta pertukaran ion antara gugus fungsional biochar dan molekul *Rhodamin B*. Dibandingkan dengan adsorben lain, nanokomposit biochar magnetik menawarkan solusi yang seimbang dari segi efisiensi, kemudahan pemisahan, dan keberlanjutan. Proses sintesis yang menggunakan ekstrak kulit nanas sebagai *capping agent* juga mendukung pendekatan *green synthesis*, yang menjadi nilai tambah dalam aspek keberlanjutan lingkungan.

V. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dalam penelitian ini adalah:

1. Variasi massa biochar dalam sintesis nanokomposit biochar magnetit (rasio 1:1, 2:1, dan 3:1) berpengaruh signifikan terhadap karakteristik fisik dan kimia material. Hasil karakterisasi FTIR, XRD, dan SEM mengindikasikan bahwa rasio 2:1 memberikan hasil paling optimal, dengan keseimbangan antara jumlah gugus aktif dari biochar dan sifat magnetik Fe_3O_4 . Pada rasio ini, FTIR menunjukkan intensitas tinggi gugus fungsional $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, dan $\text{C}=\text{O}$, XRD memperlihatkan struktur kristalin Fe_3O_4 tetap terjaga, dan SEM menunjukkan distribusi partikel merata dengan ukuran kecil, meningkatkan luas permukaan aktif. Sebaliknya, rasio 1:1 mengalami aglomerasi partikel yang menutupi pori biochar, sementara rasio 3:1 menunjukkan dominasi biochar yang berlebihan dan menghambat interaksi efektif dengan Fe_3O_4 . Dengan demikian, rasio massa yang tepat antara biochar dan Fe_3O_4 sangat penting untuk memperoleh nanokomposit dengan karakteristik optimal, baik dari segi distribusi partikel, gugus fungsional, maupun stabilitas struktur kristal.
2. Hasil uji adsorpsi menunjukkan bahwa efisiensi nanokomposit biochar magnetit dalam menyerap *Rhodamin B* sangat dipengaruhi oleh rasio massa biochar. Rasio 2:1 menghasilkan efisiensi tertinggi sebesar 85,11%, menunjukkan keseimbangan optimal antara jumlah situs aktif biochar dan sifat magnetik Fe_3O_4 yang mendukung pemisahan *pasca-adsorpsi*. Pada rasio 1:1, efisiensi turun menjadi 82,07% akibat aglomerasi partikel Fe_3O_4 yang menurunkan luas permukaan aktif, seperti terlihat pada analisis SEM. Sementara itu, rasio 3:1 memberikan efisiensi 83,22%, namun kelebihan biochar menyebabkan pelapisan berlebih pada Fe_3O_4 dan menurunkan akses terhadap situs aktif. Secara keseluruhan, rasio 2:1 terbukti paling efektif untuk aplikasi adsorpsi, dengan mekanisme interaksi meliputi ikatan elektrostatik, hidrogen, dan π - π stacking antara gugus fungsional biochar dan molekul *Rhodamin B*.

5.2 Saran

Penentuan profil distribusi ukuran partikel dari nanokomposit biochar magnetit, sebaiknya menggunakan karakterisasi PSA (*Particle Size Analyzer*) untuk. Data ini sangat penting untuk memahami uniformitas partikel pada berbagai variasi rasio biochar: Fe_3O_4 , serta hubungannya dengan kapasitas adsorpsi yang diperoleh. Dengan mengetahui ukuran partikel melalui PSA, peneliti dapat mengevaluasi pengaruh ukuran partikel terhadap kinerja adsorpsi, karena

ukuran partikel yang optimal dapat meningkatkan luas permukaan aktif dan mempercepat laju adsorpsi. Selain itu, hasil karakterisasi PSA dapat diintegrasikan dengan data dari analisis BET dan SEM untuk memberikan gambaran yang lebih komprehensif mengenai sifat fisis dan morfologi nanokomposit, sehingga mendukung desain adsorben yang lebih efisien.

DAFTAR PUSTAKA

- Adesina, A. O., Elvis, O. A., Mohallem, N. D. S., & Olusegun, S. J. (2019). Adsorption of Methylene blue and Congo Red From Aqueous Solution Using Synthesized Alumina–Zirconia Composite. *Environmental Technology (United Kingdom)*, 0(0), 1–10.
- Agnestisia. (2017). Sintesis Dan Karakterisasi Magnetit (Fe_3O_4) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben. *L. 11*(2), 61–70.
- Amsden, J.P. 1950. *Physical Chemistry For Peromedical Students. 2th Ed.* New York: McGraw Hill Book Company. P.264.
- Arellano-Cárdenas, S., López-Cortez, S., Cornejo-Mazón, M., and MaresGutiérrez, J. C., 2013. Study of Malachite Green Adsorption by Organically Modified Clay Using a Batch Method. *Applied Surface Science*, 280, 74–78.
- Arnata, I. Wayan, Suprihatin, Fahma, Farah, Richana, Nur; Sunarti, T. C. (2019). Adsorption Of Anionic Congo Red Dye By Using Cellulose From Sago Cellulose From Sago Frond. *Poll Res*, 38(3), 557– 567.
- Atkins, P.W. 1999. *Kimia Fisika Edisi Kedua*. Jakarta: Erlangga.
- Bansal, R. C., dan Meenakshi, G. 2005. *Activated Carbon Adsorption*. New York: Taylor & Francis Group.
- Bansal, S., Pandey, P. K., & Upadhyay, S. (2020). Methylene Blue Dye Removal from Wastewater Using Ailanthus Excelsa Roxb as Adsorbent. *Water Conservation Science and Engineering*, 6(1), 1–9.
- Botahala, L. (2019). *Perbandingan Efektivitas Daya Adsorpsi Sekam Padi dan Cangkang Kemiri terhadap Logam Besi (Fe) pada Air Sumur Gali*. Deepublish.
- Chen, Y., Zhang, X., Chen, W., Yang, H., & Chen, H. (2017). The structure Evolution Of Biochar From Biomass Pyrolysis And Its Correlation With Gas Pollutant Adsorption Performance. *Bioresource Technology*, 246(May), 101–109.
- Chowdhury, S., Mishra, R., Saha, P., and Kushwaha, P., 2011. Adsorption Thermodynamics, Kinetics and Isothermic Heat of Adsorption of Malachite Green onto Chemically Modified Rice Husk. *Desalination*, 265(1–3), 159–168,
- Damayanti, T. (2020). Pengaruh Variasi Massa Biochar Dari Kulit Singkong (*Manihot esculenta* Crantz) Termodifikasi Fe_3O_4 terhadap Adsorpsi Limbah Methylene Blue.

- Darmosarkoro, W. dan S. Rahutomo. 2007. Tandan Kosong Kelapa Sawit Sebagai Bahan Pembenh Tanah. *Jurnal Lahan dan Pemupukan Kelapa Sawit Edisi1. Pusat Penelitian Kelapa Sawit*, C3:167-180.
- Eren, E. and Afsin, B. (2007). Investigation of a basic dye adsorption from aqueous solution onto raw and pre-treated sepiolite surfaces. *J. Dyes Pig.* 73:162–167.
- Erlin, Paramita. (2008). Analisis Rhodamine B Salam Saos dan Cabe Giling Di Pasar zkecamatan Laweyan Kotamadya Suryakarta Dengan Metode KLT. Suryakarta: UMMUHA Suryakarta.
- Fidel, R. B., Laird, D. A., Thompson, M. L., & Lawrinenko, M. (2017). Characterization And Quantification Of Biochar Alkalinity. *Chemosphere*, 167, 367–373.
- Fisli, A., Safitri, R. D., Nurhasni, N., & Deswita, D. (2018). Analisis Struktur Dan Porositas Kompsosit Fe₃O₄ -Karbon Aktif Dari Limbah Kertas Sebagai Adsorben Magnetik. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 19(4), 179.
- Fitriani, D., Oktiarni, D., & Lusiana. (2015). Pemanfaatan Kulit Pisang Sebagai Adsorben Zat Warna Methylene Blue. *Jurnal Gradien*, 11(2), 1091–1095.
- Geçgel, Ü., Özcan, G., & Gürpnar, G. Ç. (2013). Removal Of Methylene Blue From Aqueous Solution By Activated Carbon Prepared From Pea Shells (Pisum Sativum). *Journal of Chemistry*, 2013.
- Gupta, V.K. and Suhas (2009). Application of low-cost adsorbents for dye removal – A review. *J. Environ. Mgt.* 90:2313–2342.
- Ilmi, Moh Mualliful, *et al.* "Optimasi Penggunaan Biosorbent Berbasis Biomassa: Pengaruh Konsentrasi Aktivator Terhadap Luas Permukaan Karbon Aktif Berbahan Eceng Gondok (Eichornia Crossipes) Untuk Meningkatkan Kualitas Air." *Jurnal Teknik Mesin (JTM)* 6.2 (2017).
- Jahangirian, H., Ismail, M. H. S., Haron, M. J., Rafiee-Moghaddam, R., Shamel, K., Hosseini, S. Dan Soltaninejad, S. (2013). Synthesis and characterization of Zeolite/Fe₃O₄ nanocomposite by green quick precipitation method. *Dig J Nanomater Biostruct*, 8(4), 1405-1413.
- Jamari, S. S., & Howse, J. R. (2012). The effect of the hydrothermal carbonization process on palm oil empty fruit bunch. *Biomass and bioenergy*, 47, 82-90.
- Kausar, A., Iqbal, M., Javed, A., Aftab, K., Nazli, Z., Bhatti, H.N. and Nouren, S. (2018). Dyes adsorption using clay and modified clay: A review. *J. Mol. Liq.* 256:395–407.
- Kresnawaty, I., Putra, S.M., Budiani, A., Darmono, T.W. 2017. Konversi Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) menjadi arang hayati dan asap cair. *Jurnal Penelitian Pascapanen Pertanian*. 14(3): 171-179.

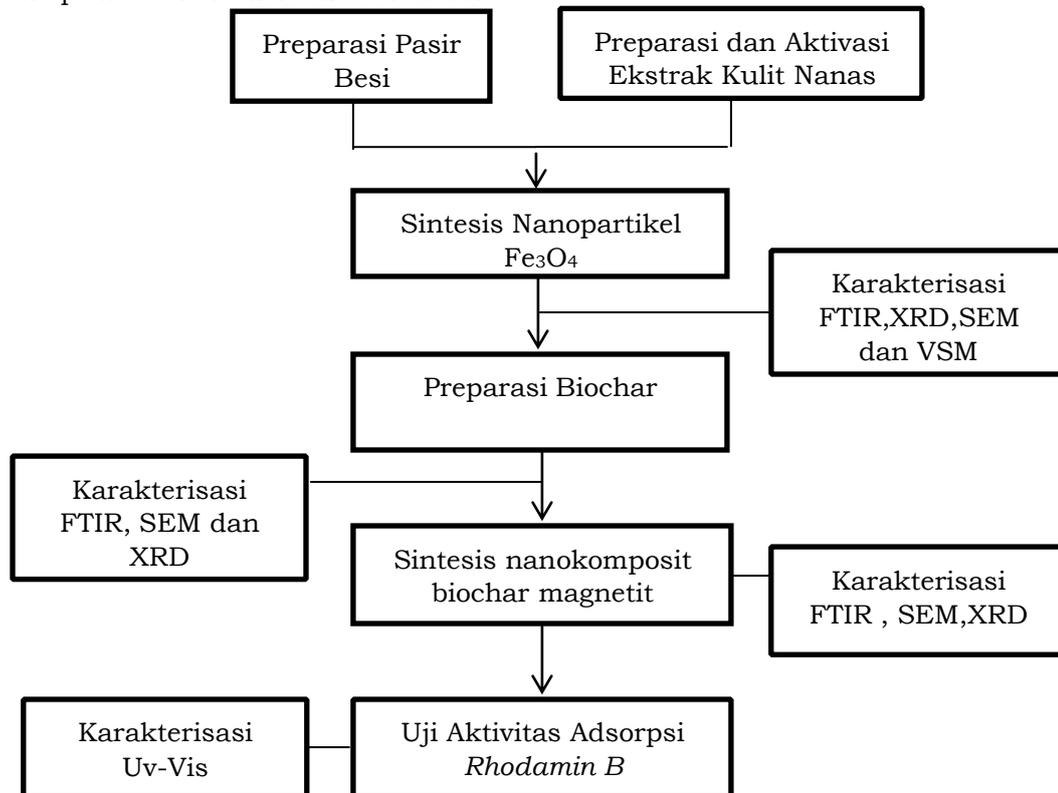
- Liang, L., Xi, F., Tan, W., Meng, X., Hu, B., & Wang, X. (2021). Review of organic and inorganic pollutants removal by biochar and biochar-based composites. *Biochar*, 3, 255-281.
- Matos, T. T. S., Schultz, J., Khan, M. Y., Zanoelo, E. F., Mangrich, A. S., Araújo, B. R., Navickiene, S., & Romão, L. P. C. (2017). Using Magnetized (Fe_3O_4 / Biochar Nanocomposites) And Activated Biochar As Adsorbents To Remove Two Neuro-Active Pesticides From Waters. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 28(10), 1975–1987.
- Musafira, M., Adam, N. M., & Puspitasari, D. J. (2019). Pemanfaatan limbah kulit buah pisang kepok (*Musa Paradisiaca*) sebagai biosorben zat warna *Rhodamin B*. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 5(3), 308-314.
- Musafira, Musafira, Nurfitriah M. Adam, and Dwi Juli Puspitasari. "Pemanfaatan limbah kulit buah pisang kepok (*Musa Paradisiaca*) sebagai biosorben zat warna *Rhodamin B*." *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia* 5.3 (2019): 308-314.
- Nasrul., T. Maimun. 2009. Pengaruh Penambahan jamur Pelapuk Putih (White Rot Fungi) pada Proses Pengomposan Tandan Kosong Kelapa Sawit. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. Vol 7. No 2. Hal 194:199.
- Nworie, F. S., Nwabue, F. I., Oti, W., Mbam, E., & Nwali, B. U. (2019). Removal Of Methylene Blue From Aqueous Solution Using Activated Rice Husk Biochar: Adsorption Isotherms, Kinetics And Error Analysis. *Journal of the Chilean Chemical Society*, 64(1), 4365–4376.
- Othmer, K. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Vol 4. 3rd ed. New York: John Wiley and Sons.
- Pratiwi, I. A., H. D. Ardiansyah. 2019. A study of efb (empty fruit bunch) for fuel of Indonesian biomass boiler. *Eco. Env. & Cons.* 25: 86-89.
- Purnamawati, Hening, and Budi Utami. "Pemanfaatan Limbah Kulit Buah Kakao (*Theobroma cocoa* L.) Sebagai Adsorben Zat Warna *Rhodamin B*." *PROSIDING: Seminar Nasional Fisika dan Pendidikan Fisika*. Vol. 5. No. 1. 2014.
- Rahmantio, M. A., & Novembrianto, R. (2024). Upaya Pengelolaan Dan Pemanfaatan Dalam Air Limbah Domestik Tekstil Pencetakan Kain di PT X. *Jurnal Universal Technic*, 3(1), 37-47.
- Raju, M., Tambunan, A. H., & Setiawan, R. P. A. (2016). Karakterisasi arang dan gas-gas hasil pirolisis limbah kelapa sawit. *Jurnal Keteknikan Pertanian*, 4(2).
- Rochmad, S. (2006). *Pencemaran Lingkungan*. Jakarta: Universitas Terbuka.
- Sahara, E., Gayatri, P. S., & Suarya, P. (2018). Adsorpsi Zat Warna *Rhodamin-B* dalam Larutan oleh Arang Aktif Batang Tanaman Gunitir Teraktivasi Asam Fosfat. *Indones. E-Journal Appl. Chem*, 6(1), 37-45.

- Saini, J., Garg, V. K., Gupta, R. K., & Kataria, N. (2017). Removal of Orange G and Rhodamine B dyes from aqueous system using hydrothermally synthesized zinc oxide loaded activated carbon (ZnO-AC). *Journal of environmental chemical engineering*, 5(1), 884-892.
- Salahshoor, Z. and Shahbazi, A. (2014). Review of the use of mesoporous silicas for removing dye from textile wastewater. *European J. Environ. Sci.* 4(2):116-130.
- Santi, L. P. (2017). Pemanfaatan biochar asal cangkang kelapa sawit untuk meningkatkan serapan hara dan sekuestrasi karbon pada media tanah lithic hapludults di pembibitan kelapa sawit. *Jurnal Tanah dan Iklim*, 41(1), 9-16.
- Sarwono, E. (2008). Pemanfaatan Janjang Kosong Kelapa Sebagai Substitusi Pupuk Tanaman Kelapa Sawit. *Jurnal APLIKA*, 8 (1) : 19-23.
- Selvaraju, N. 2013. Sequestration of Dye from Textile Industry Wastewater Using Agricultural Waste Products as Adsorbent. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 1 (4), 629-641.
- Sembiring, M. T., dan Sinaga, T. S. 2003. *Arang Aktif (Pengenalan dan Proses Pembuatannya)*. USU Digital Library, Indonesia.
- Sika, M. P. 2012. Effect of Biochar on Chemistry, Nutrient Uptake and Fertilizer Mobility in Sandy Soil. Thesis. University of Stellenbosch.
- Sopiah, N., Prasetyo, D., Aviantara, D.B. 2017. Pengaruh aktivasi karbon aktif dari tandan kosong kelapa sawit terhadap adsorpsi kadmium terlarut. *Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri*. 8(2): 55-66.
- Sudirjo, E. 2005. *Penentuan Distribusi Benzen Toluene pada Kolom Adsorpsi Fixed Bed Carbon Active*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Susmanto, P., Yandriani, Y., Dila, A. P., & Pratiwi, D. R. (2020). Pengolahan zat warna direk limbah cair industri jumputan menggunakan karbon aktif limbah tempurung kelapa pada kolom adsorpsi. *JRST (Jurnal Riset Sains dan Teknologi)*, 4(2), 77-87.
- Thoe, J. M. L., Surugau, N., & Chong, H. L. H. (2019). Application of oil palm empty fruit bunch as adsorbent: A Review. *Transactions on Science and Technology*, 6(1),
- Treybal, Robert E. 1980. *Mass Transfer Operations*, 3th edition. New York: Mc Graw Hill, Inc.
- Velusamy, S., Roy, A., Sundaram, S. and Mallick, T.K. (2021). A Review on Heavy Metal Ions and Containing Dyes Removal Through Graphene Oxide-Based Adsorption Strategies for Textile Wastewater Treatment *Chem. Rec.* 21:1-42.

- Wardiyati, S., Fisli, A., & Ridwan, R. (2018). Penyerapan Logam Ni Oleh Nanokomposit Fe_3O_4 -Karbonaktif. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 12(3), 224-228.
- Weber, K., & Quicker, P. (2018). Properties of biochar. *Fuel*, 217, 240-261.

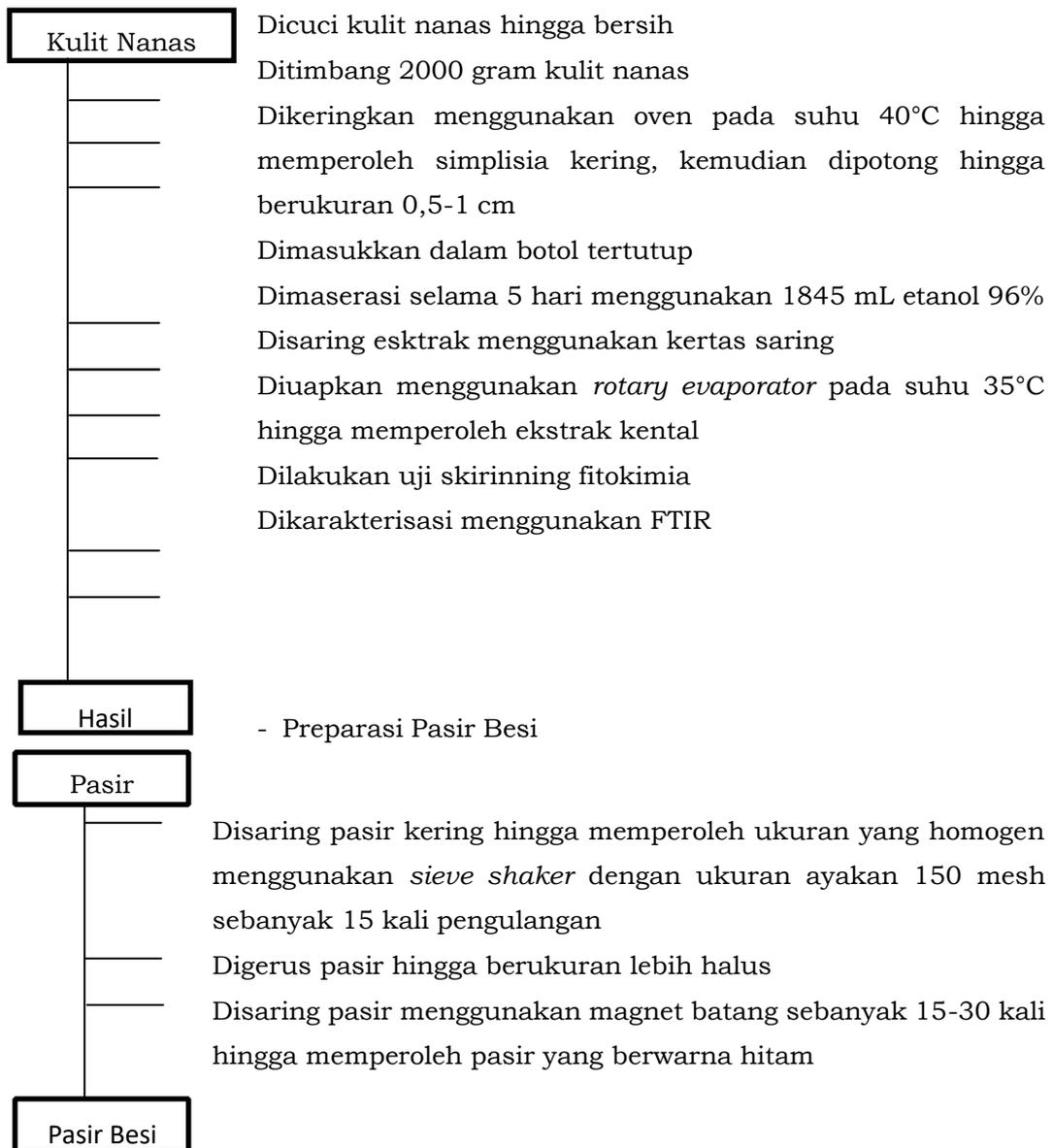
LAMPIRAN

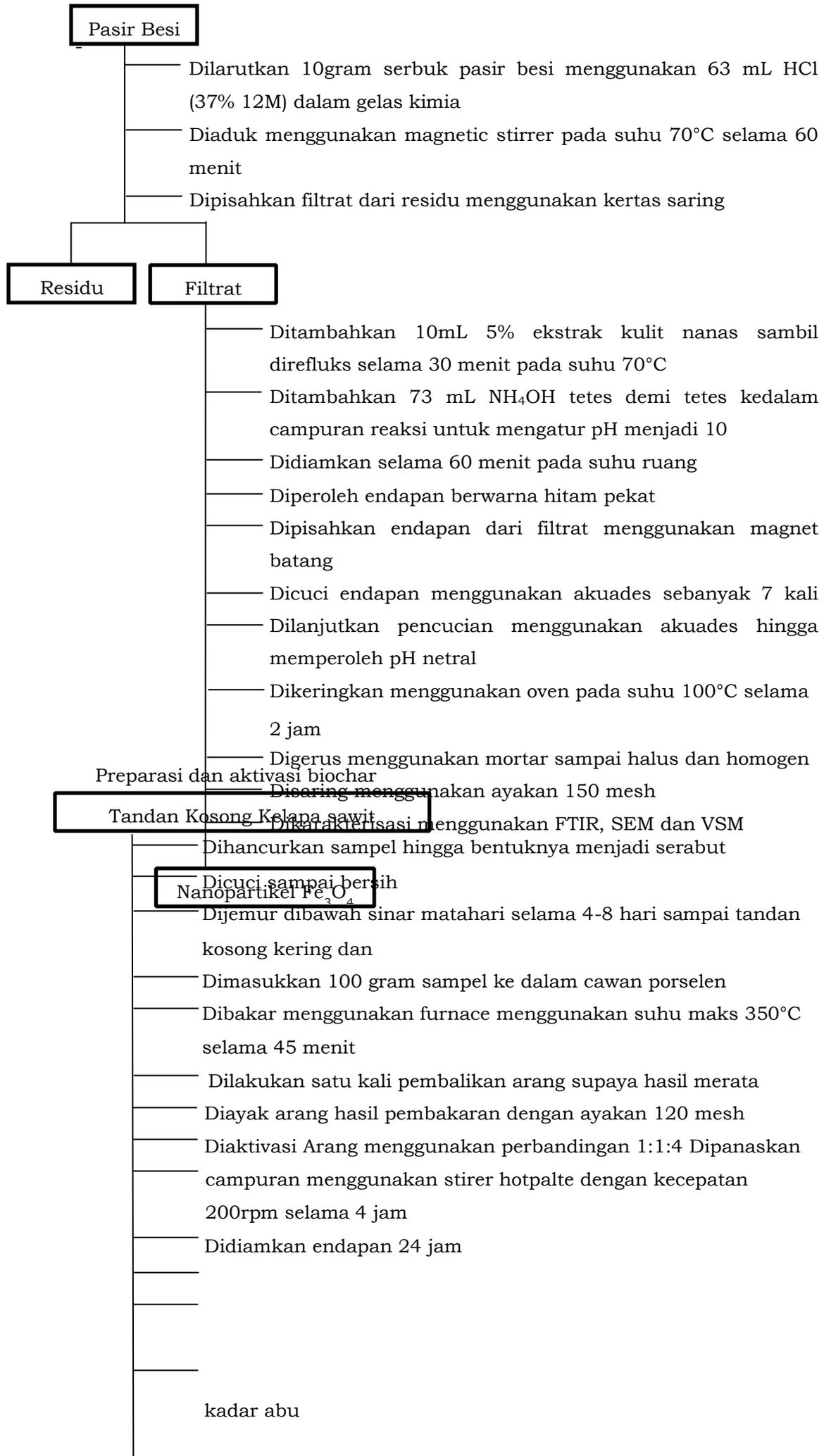
Lampiran 1. Skema Umum Penelitian



Lampiran 2. Skema Kerja

- Preparasi dan Aktivasi Ekstrak Kulit Nanas





Dicuci dengan akuades sampai pHnya mendekati netral
 Dikeringkan biochar menggunakan oven pada suhu 110°C selama 4 jam
 Karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan diukur kadar air dan Sintesis Biochar magnetit

Biochar dan Fe₃O₄

- Disiapkan reaktor hidrotermal ukuran 500 mL
- Dicampurkan Fe₃O₄ sebanyak 1g dengan biochar sebanyak 1g
- Dimasukkan campuran ke dalam 200 mL gelas kimia
- Dimasukkan campuran tersebut ke dalam reaktor hidrotermal
- Ditambahkan 50 mL akuades dan 25 mL Etanol
- Ditutup reaktor dan dipanaskan pada suhu 150 °C selama 3 jam
- Didiamkan reaktor hidrotermal selama 12 jam
- Disaring campuran dan dicuci menggunakan akuades
- Dikeringkan campuran pada suhu 110 °C selama 4 jam
- Dilakukan pengulangan percobaan dengan Variasi Massa biochar 1, 2, 3 g
- Dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, SEM dan VSM

Nanokomposit biochar magnetit

Removal *Rhodamin B*

- Uji Adsorpsi *Rhodamin B*
- Pembuatan Larutan Induk *Rhodamin B*

Rhodamin B

- Ditimbang sebanyak 1 gram *Rhodamin B*
- Dima sukkan kedalam labu takar 1000mL
- Dilarutkan menggunakan akuades sebanyak 100mL
- Digojlok labu takar hingga semua *Rhodamin B* larut

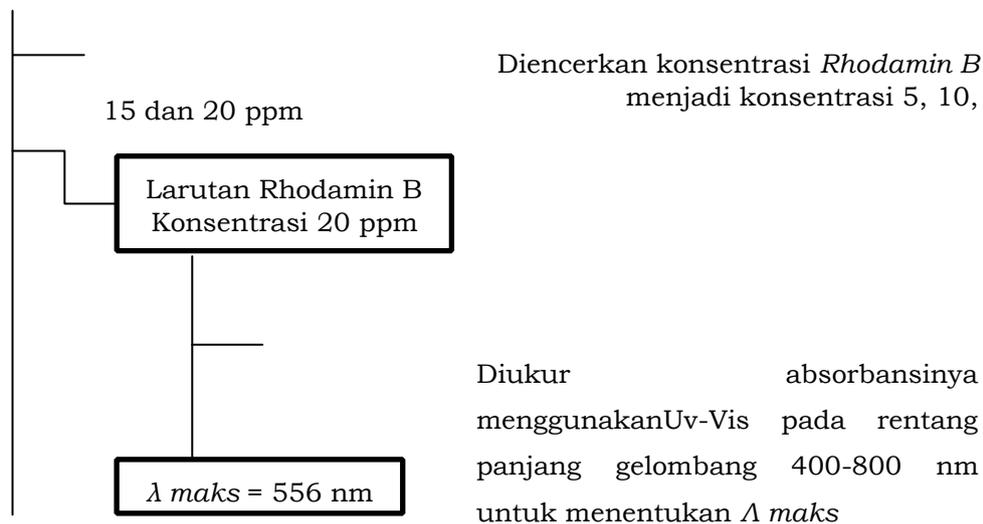
Larutan Induk Rhodamin B

Ditambahkan akuades hingga tanda tera

-

- Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar *Rhodamin B*

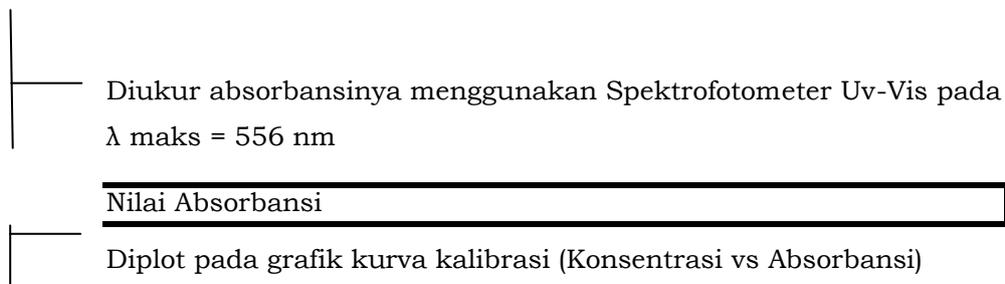
Larutan Rhodamin B 100 ppm



Larutan Rhodamin B

Konsentrasi 5, 10, 15

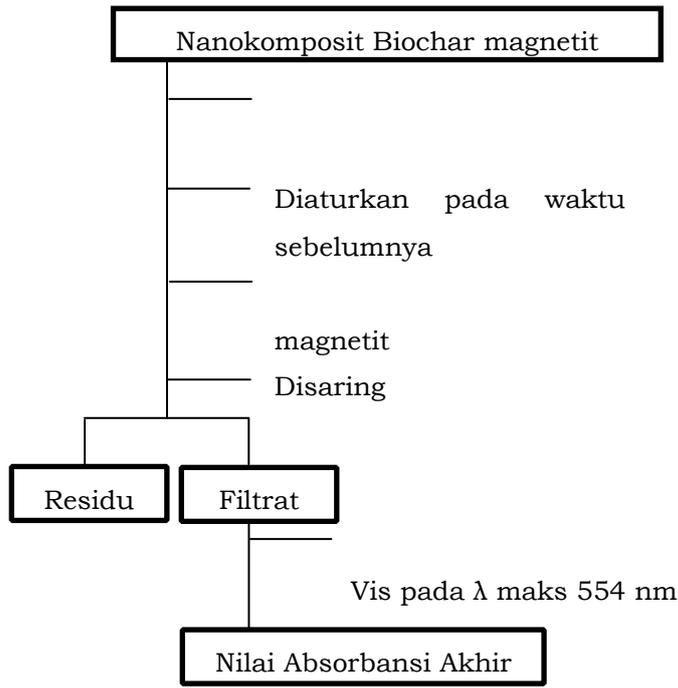
dan 20 ppm



Kurva Kalibrasi

- Penentuan Massa Optimum adsorpsi

Dimasukkan 10 mL *Rhodamin B* dengan konsentrasi 10 ppm kedalam 5 gelas kimia yang berbeda



optimum yang sudah didapat

Dilakukan variasi massa yaitu 50, 100, 150, 200 mgr Biochar

Diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer Uv-

Lampiran 3. Perhitungan

A. Pembuatan Larutan KOH 2M

Diketahui : Mr KOH = 56 g/mol Ditanya

: Massa KOH =

$$M = \frac{gr}{Mr} \times \frac{1000}{V} =$$

$$\frac{gr}{56} \times \frac{1000}{500} \quad 2M =$$

$$\frac{56 \times 2}{2}$$

$$\text{gram} = \text{gram} =$$

56 gram

B. Penghitungan kadar Air dan kadar Abu Biochar Diketahui: a :

Berat Awal sebelum pemanasan

b : Berat Setelah

Pemanasan

Berat Tandan kosong kelapa sawit (gr)

Sampel (cawan)	Berat Awal		Setelah		Kadar Abu kering		Kadar (g)
	(g)	(g)	Air	Berat abu	(%) (g)	(%)	
1	5,00	4,35	13	0,31	6,20		
2	5,00	4,25	15	0,275	5,50		
3	5,00	4,30	14	0,295	5,90		

Rumus :

- Kadar Air = $\frac{a-b}{a} \times 100\%$ Kadar Abu = $\frac{b}{a} \times 100\%$ Cawan 1

$$\text{Kadar Air} = \frac{5-4,35}{5} \times 100\%$$

$$= 13$$

$$\text{Kadar Abu} = \frac{5}{4,35} \times 100\%$$

$$= 6,20 \text{ Cawan 2}$$

$$\text{Kadar Air} = \frac{5-4,25}{5} \times 100\%$$

$$= 15$$

$$\text{Kadar Abu} = \frac{5}{4,25} \times 100\%$$

$$= 5,50$$

Cawan 3

$$\text{Kadar Air} = \frac{5-4,30}{5} \times 100\%$$

$$= 14$$

$$\text{Kadar Abu} = \frac{5}{4,30} \times 100\%$$

$$= 5,90$$

- Pembuatan Larutan induk *Rhodamin B*

- Pembuatan larutan induk

$$\text{Konsentrasi (ppm)} = \frac{\text{Berat sampel (mg)}}{\text{Volume larutan (L)}}$$

$$= \frac{100 \text{ mg}}{1 \text{ L}}$$

$$= 100 \text{ ppm}$$

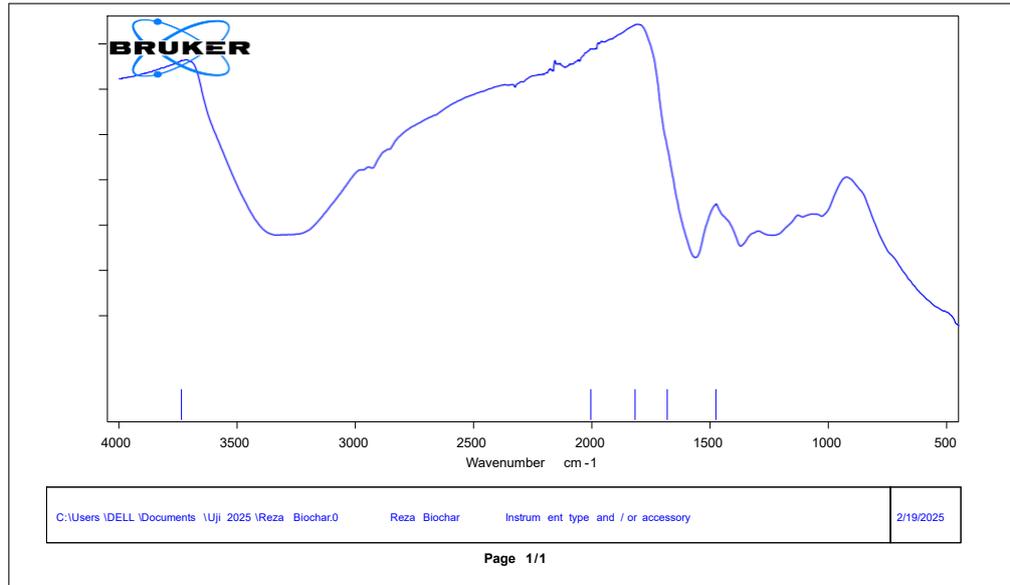
- Pengenceran *Rhodamin B* 0 ppm
 $100\text{ppm} \cdot V_1 = 0\text{ppm} \cdot 50\text{ mL}$
 $V_1 = \frac{0\text{ ppm} \times 50\text{ mL}}{100\text{ ppm}} = 0\text{ mL}$
- Pengenceran *Rhodamin B* 5 ppm
 $100\text{ppm} \cdot V_1 = 5\text{ppm} \cdot 50\text{ mL}$
 $V_1 = \frac{5\text{ ppm} \times 50\text{ mL}}{100\text{ ppm}} = 2,5\text{ mL}$
- Pengenceran *Rhodamin B* 10 ppm
 $100\text{ppm} \cdot V_1 = 10\text{ppm} \cdot 50\text{ mL}$
 $V_1 = \frac{10\text{ ppm} \times 50\text{ mL}}{100\text{ ppm}} = 5\text{ mL}$
- Pengenceran *Rhodamin B* 15 ppm
 $100\text{ppm} \cdot V_1 = 15\text{ppm} \cdot 50\text{ mL}$
 $V_1 = \frac{15\text{ ppm} \times 50\text{ mL}}{100\text{ ppm}} = 7,5\text{ mL}$
- Pengenceran *Rhodamin B* 20 ppm
 $100\text{ppm} \cdot V_1 = 20\text{ppm} \cdot 50\text{ mL}$
 $V_1 = \frac{20\text{ ppm} \times 50\text{ mL}}{100\text{ ppm}} = 10\text{ mL}$

- Uji adsorpsi *Rhodamin B*

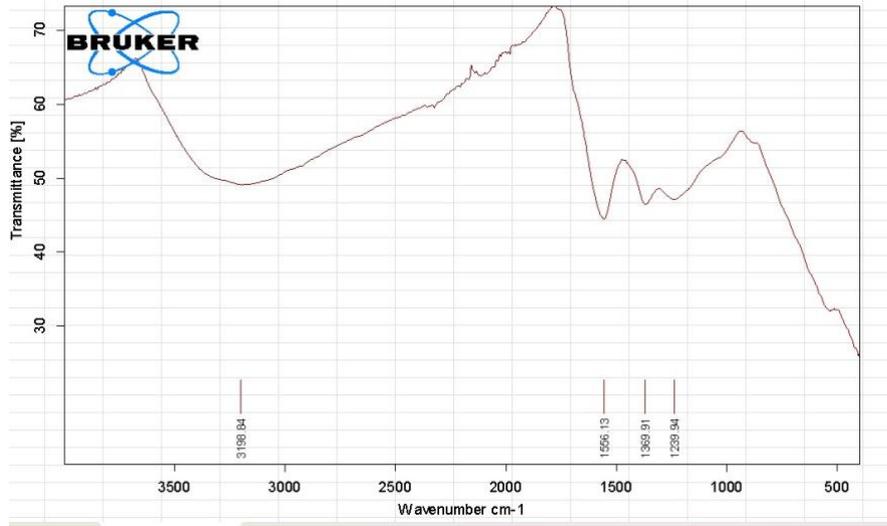
sampel	Absordansi awal	Absorbansi akhir	% Absorbansi
Nanokomposit 1:1	2,189	0,36	83%
	2,189	0,387	82%
	2,189	0,359	83%
	2,189	0,339	84%
Nanokomposit 2:1	2,189	0,401	81%
	2,189	0,333	84%
	2,189	0,324	85%
	2,189	0,309	85%
Nanokomposit 3:1	2,189	0,365	83%
	2,189	0,316	85%
	2,189	0,342	84%
	2,189	0,396	81%

Lampiran 4. Karakterisasi Material

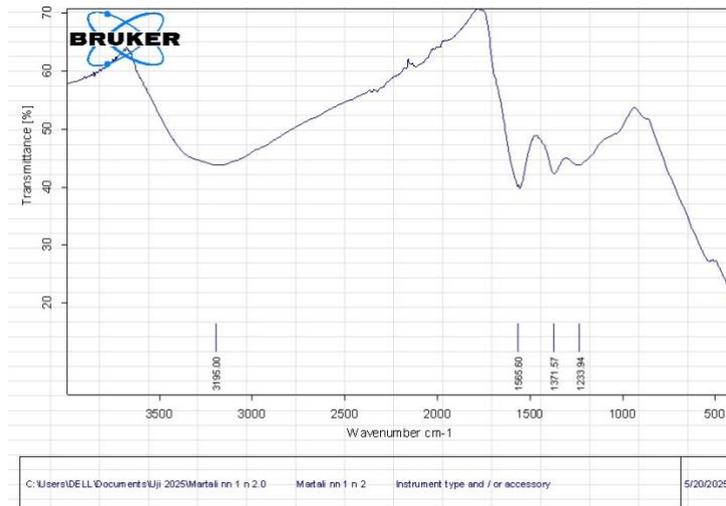
- FTIR Biochar

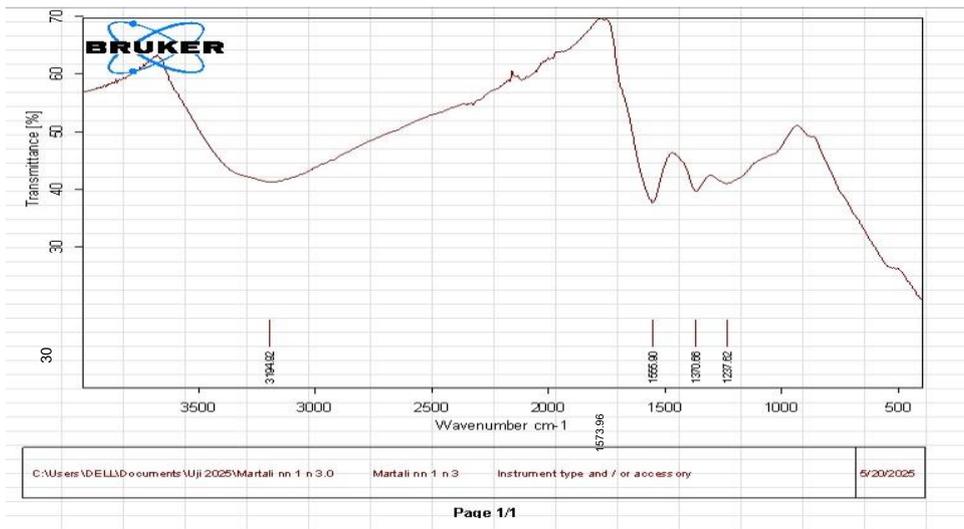


- FTIR nanokomposit biochar magnetic 1:1

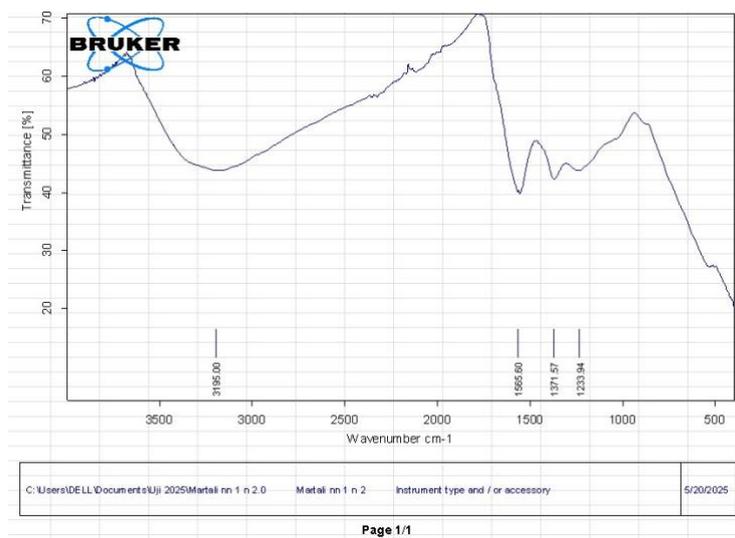


- FTIR nanokomposit biochar magnetic 2:1

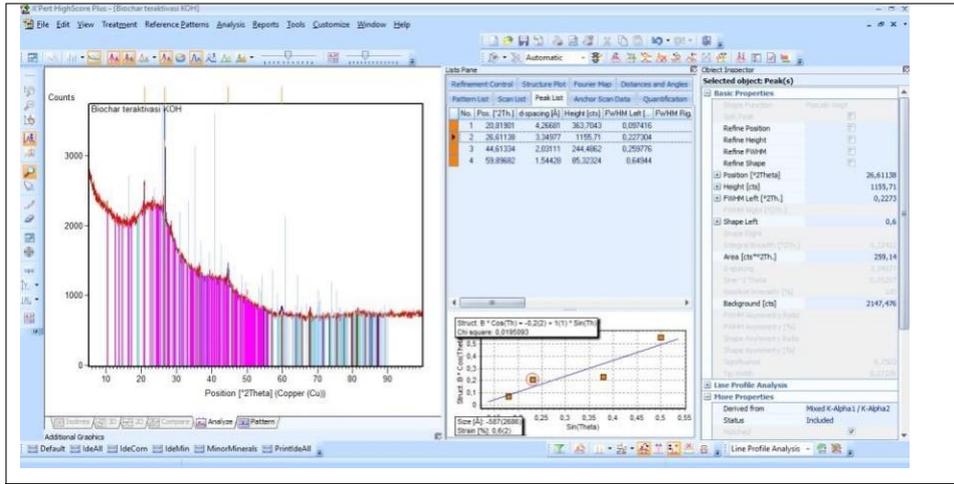




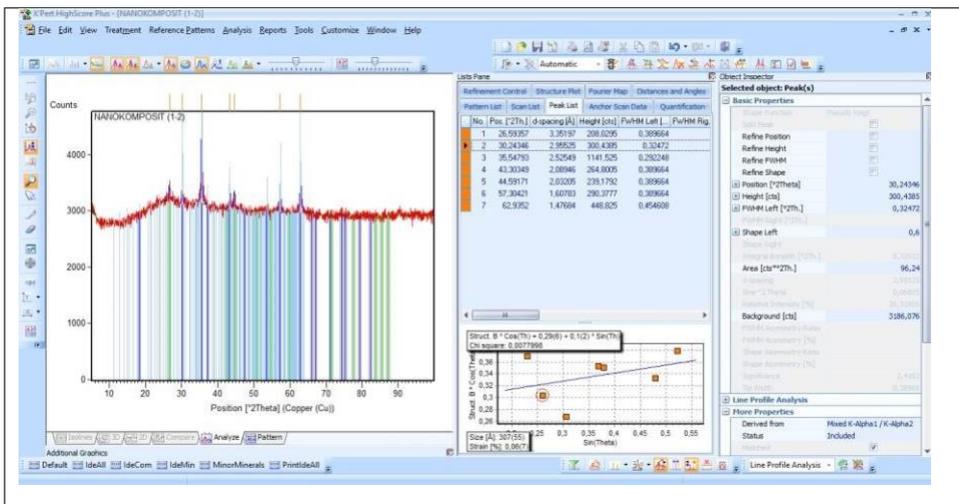
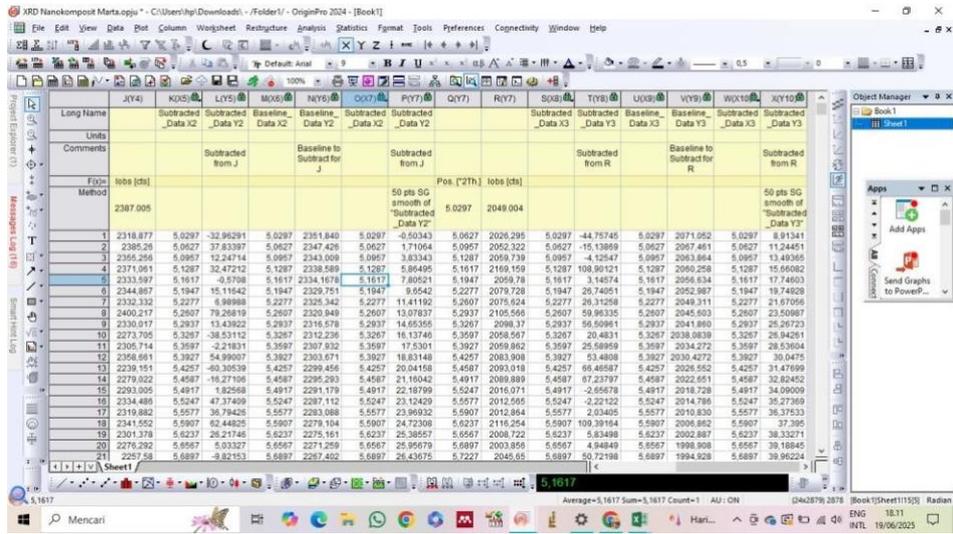
- FTIR nanokomposit biochar magnetit 3:1

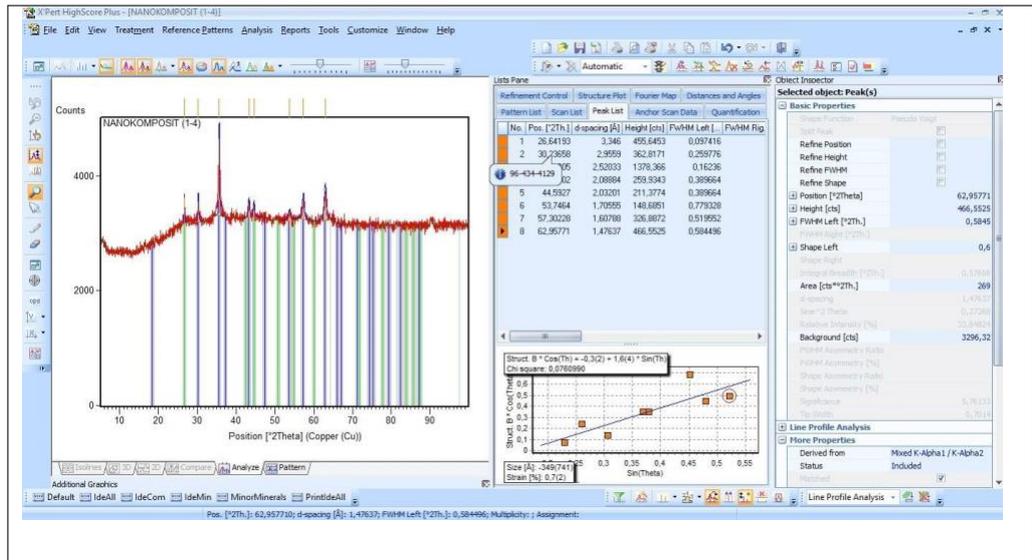


- Hasil karakterisasi Biochar Teraktivasi KOH

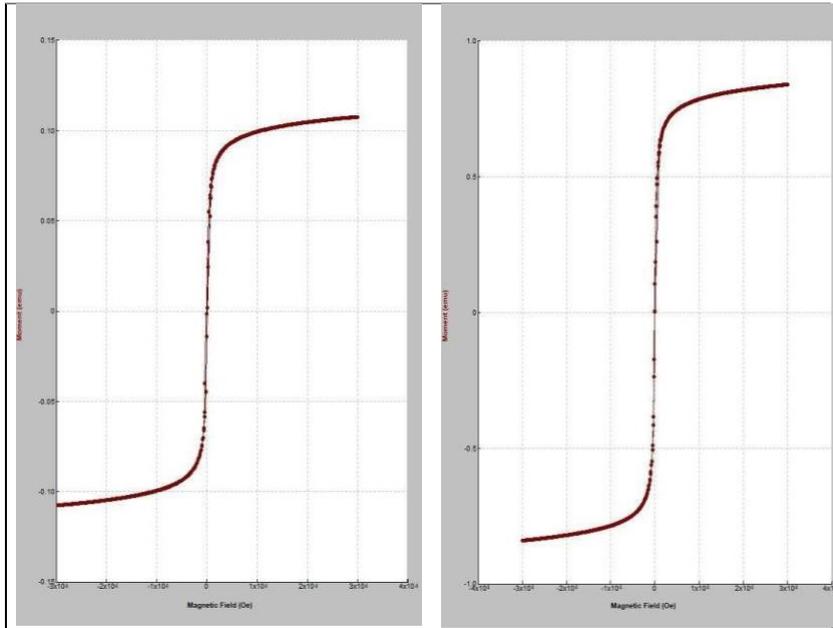


- Hasil karakterisasi Fe₃O₄
 Hasil Karakterisasi XRD Nanokomposit Biochar Magnetik





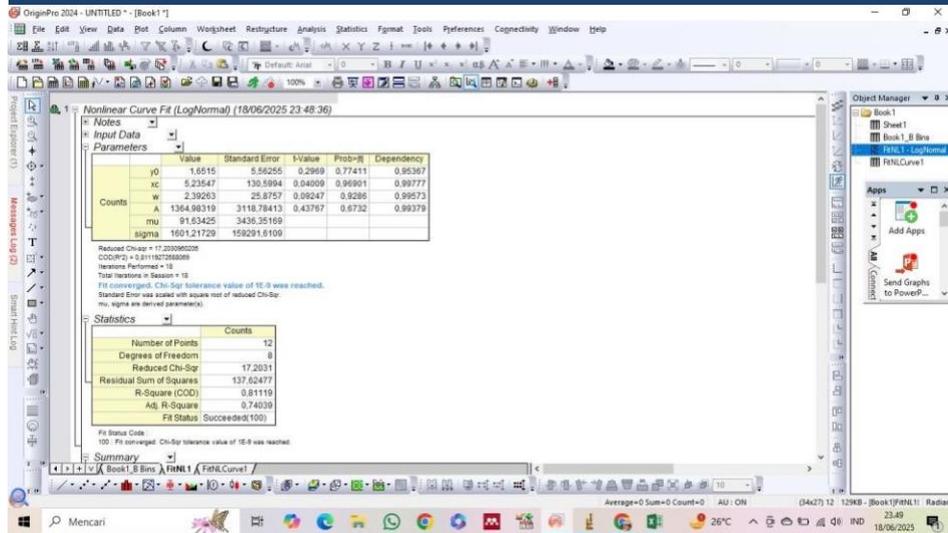
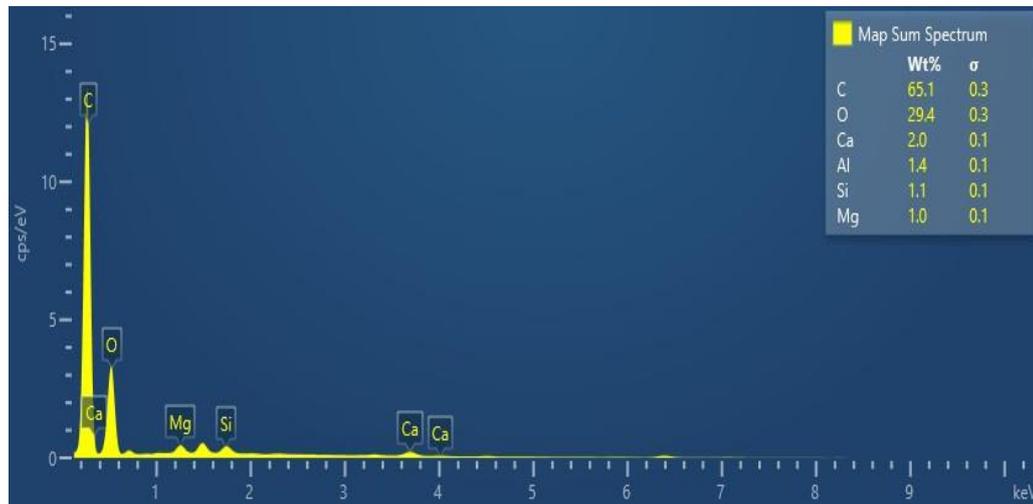
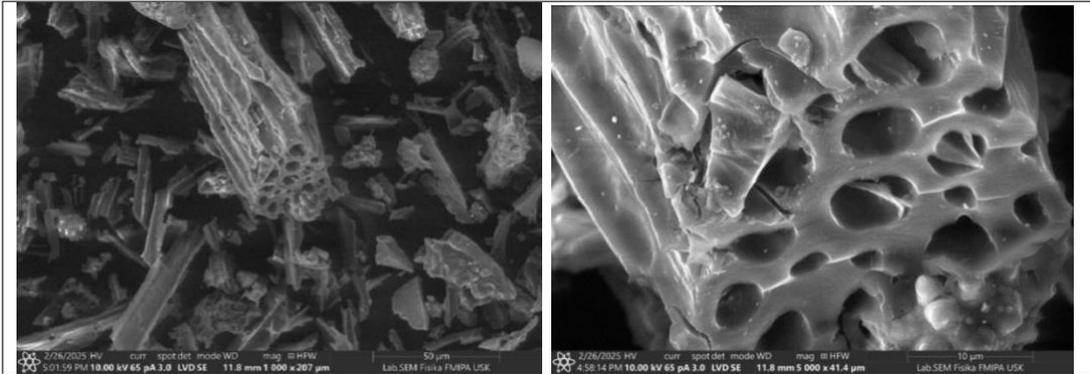
- *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

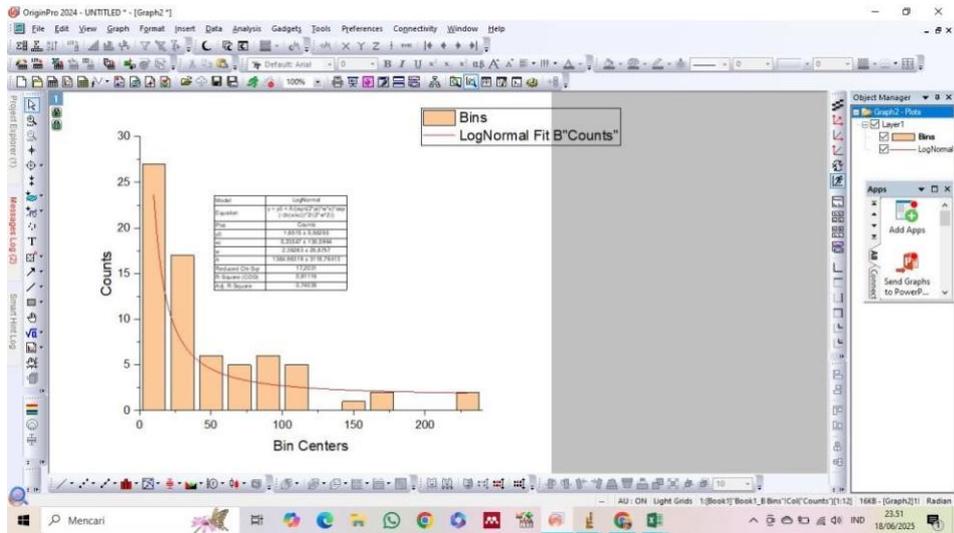


sample offset = 33.77 mm
 touchdown = 7.9199977082014 mm
 massa = 24.4 mg

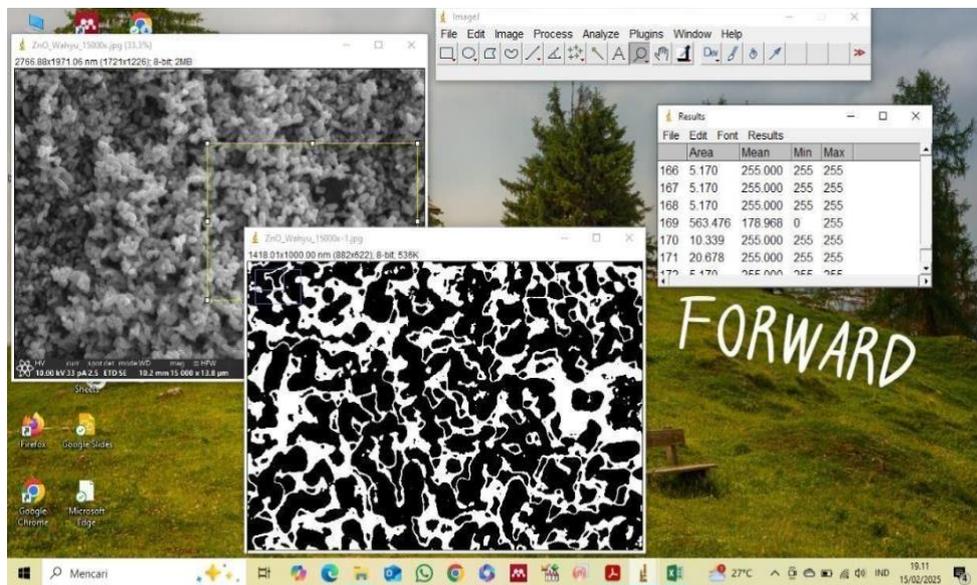
Time	Temp (K)	Magnetic Field (Oe)	Moment (emu)	M. Std Err. (emu)
0.000	299.945373535156	-0.00202170736156404	-0.00164640922996878	4.71267446028636E-7
0.009	299.945098876953	-0.00202170736156404	-0.00163444344140748	1.74380070457064E-6
0.026	299.945098876953	-0.00202170736156404	-0.00164536317318472	5.74580423181713E-7
0.041	299.944595336914	-0.00202170736156404	-0.00164498523463461	6.56685822753905E-7
0.057	299.944320678711	-0.00202170736156404	-0.00164432018669889	6.1807752352736E-7
0.074	299.944610595703	-0.00202170736156404	-0.00164583781922398	4.35048467543575E-7
0.091	299.944396972656	0.000306167174130678	-0.00164342370895815	5.16462795979742E-7
0.100	299.944030761719	0.000306167174130678	-0.00164286683553999	6.19326729934545E-7
0.126	299.942810058594	0.00434958201367408	-0.00164576601088192	5.00099037814403E-7
0.141	299.942672729492	-0.00667745666578412	-0.00164586612448804	5.3265425506203E-7
0.157	299.943176269531	-0.00434958201367408	-0.00164610868416698	4.88282196236247E-7
0.174	299.942810058594	28.7914696150692	0.00185907020188533	0.000781069616849108
0.192	299.94123040332	159.061706542969	0.0243112117953235	0.00048297995069699
0.247	299.941955566406	814.400634765625	0.0625542532877072	0.00035304503434243
0.249	299.942092895508	840.021240234375	0.0688484021426803	0.000212113781276298
0.258	299.941513061523	953.614562988281	0.0731329051286001	0.000164362998833423
0.275	299.94108581543	1155.14343261719	0.0762639799915827	0.000124314897204305
0.292	299.941665649414	1356.76544189453	0.0786688056092944	9.94830900088166E-5
0.307	299.942169189453	1532.00169677734	0.08060704192975	0.2660831297565E-5
0.324	299.941879272461	1734.38641357422	0.082224262168256	6.83318503698498E-5
0.341	299.941802978516	1949.73583984375	0.0835921150925062	5.00620249140909E-5
0.358	299.942230224609	2153.08740234375	0.0847837103982906	5.04250182762332E-5
0.374	299.941589355469	2343.48205566406	0.085825349540705	4.49137484462613E-5
0.390	299.940658509396	2533.03637695313	0.086748064481122	4.10144364738124E-5
0.407	299.940658509396	2735.47002519531	0.0875050444001071	3.7751657903520E-5
0.425	299.94108581543	2949.39782714844	0.0883412240406712	3.27134348227873E-5
0.441	299.941802978516	3151.80895996094	0.089026750610381	3.42631427782661E-5
0.457	299.942092895508	3341.21203613281	0.0896532609877811	2.97811552030219E-5
0.474	299.94108581543	3542.14709472656	0.090239249475758	2.89160990666454E-5
0.491	299.94050225391	3745.39147949219	0.0907085674834478	2.30006821037133E-5
0.500	299.940392543100	3946.90326044652	0.0912000000000000	2.73160303200000E-5

- Hasil SEM Biochar



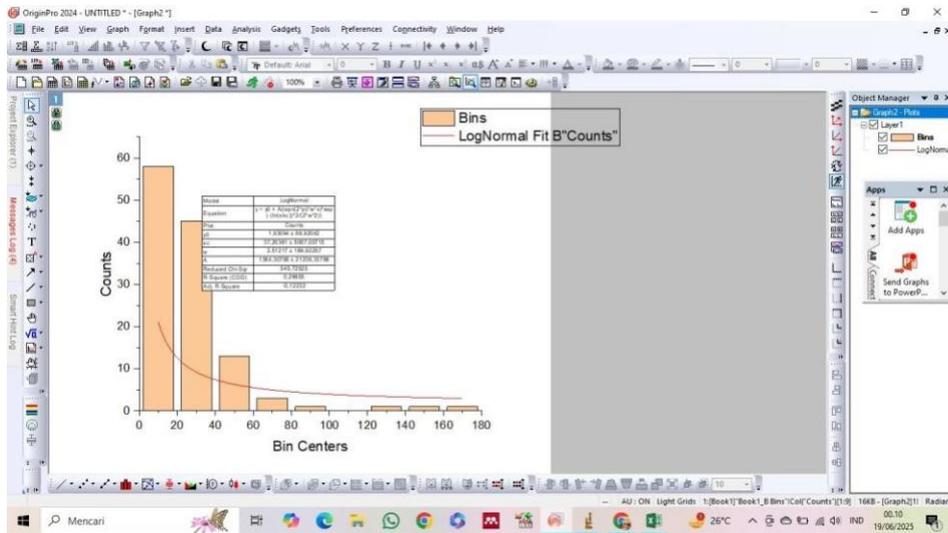
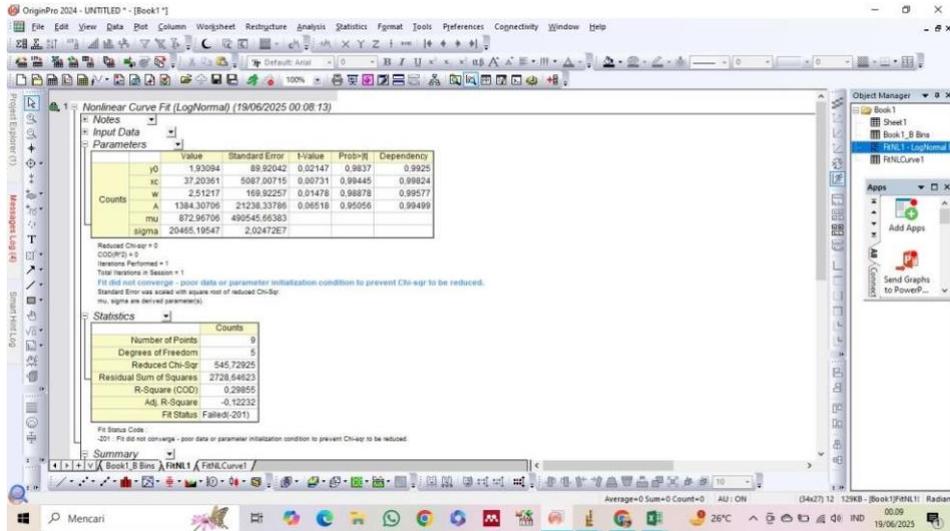


-Hasil SEM Fe₃O₄

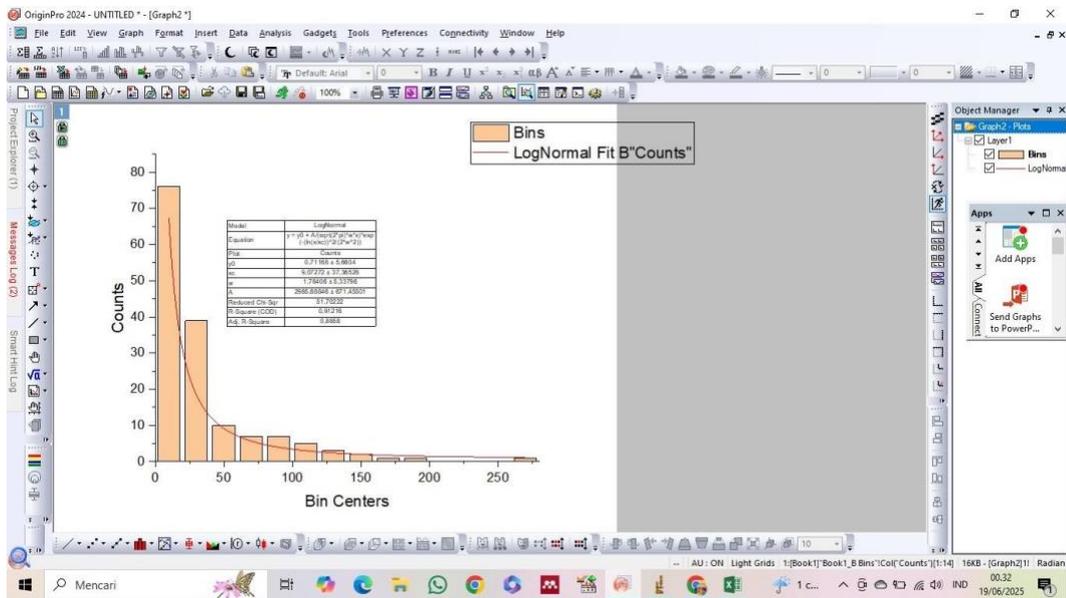
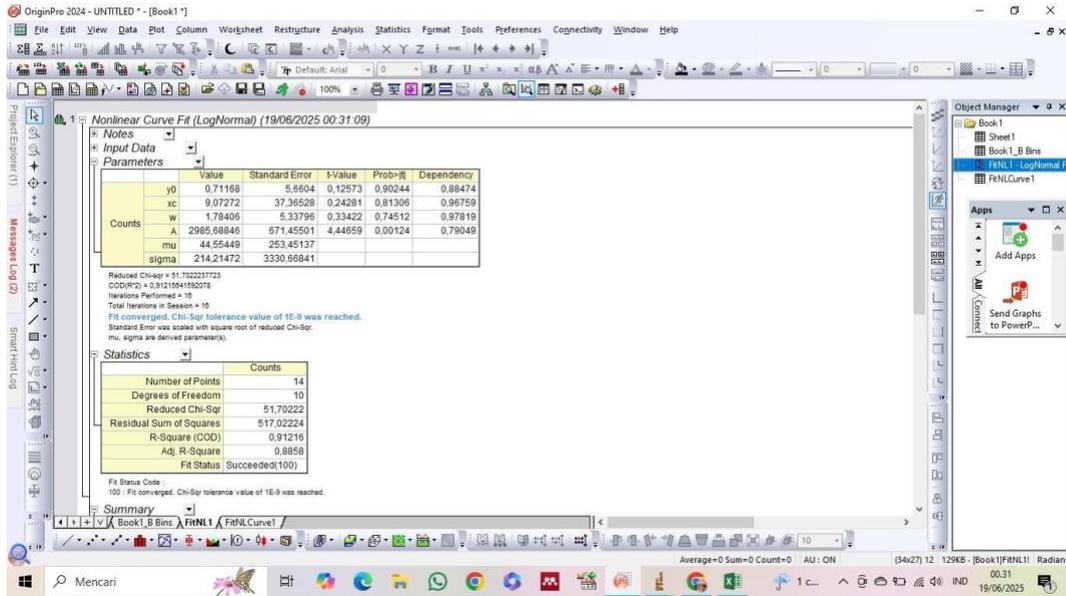


- Hasil SEM Nanokomposit Biochar magnetit

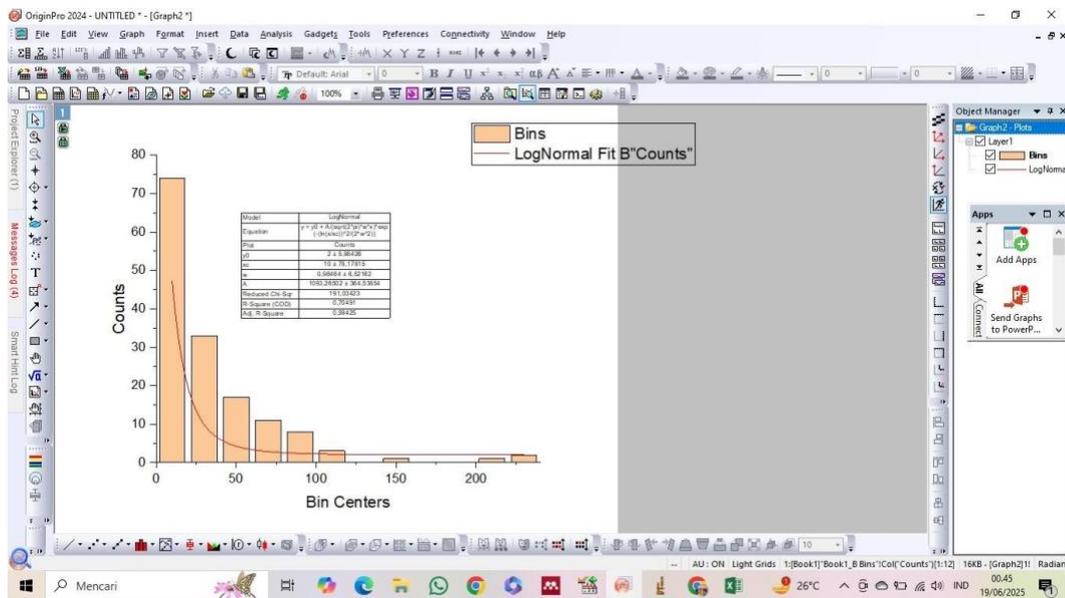
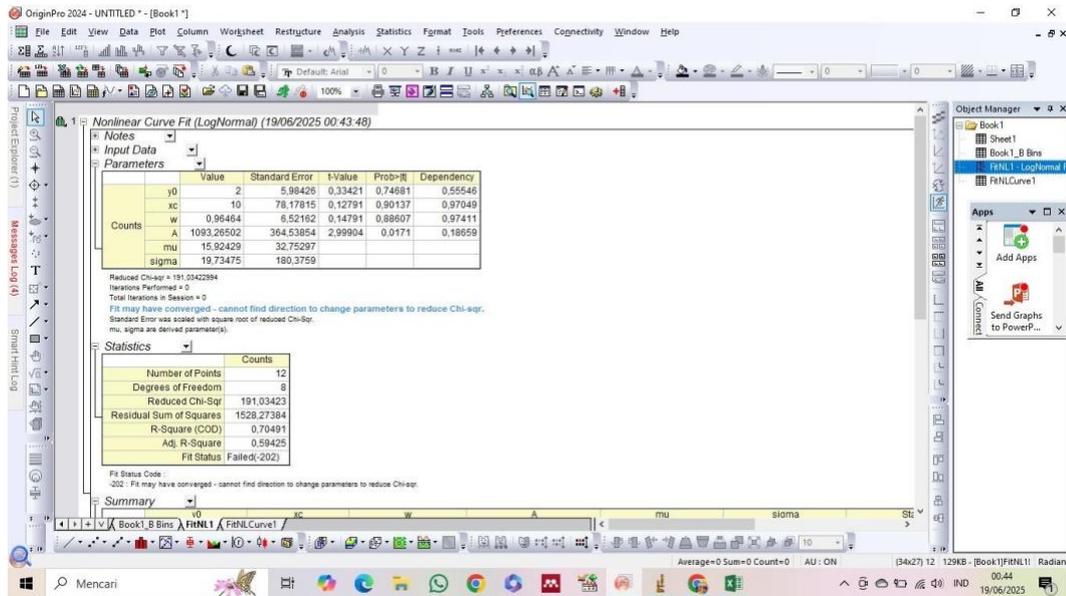
Nanokomposit 1:1



Nanokmposit 2:1



Nanokomposit 3:1



Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian

A. Preparasi dan aktivasi ekstrak kulit nanas



Dikeringkan

Dicuci kulit nanas hingga bersih



Dimasukan ke dalam botol tertutup

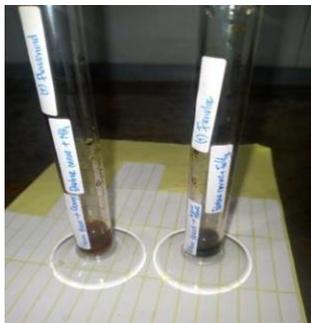
Di potong hingga menggunakan oven ukuran 0,5-1 cm



Diuapkan akan Rotary



Diperoleh ekstrak kental



Dilakukan Uji Skrining Fitokimia

B. Preparasi pasir Besi



Disaring menggunakan pasir hingga

pasir



sungai batang hari

besi



Digerus

berukuran halus



Disaring pasir berwarna hitam pekat menggunakan magnet batang



Diperoleh pasir besi

C. Sintesis nanopartikel Fe_3O_4



Diaduk menggunakan



Dipisahkan filtrat dari

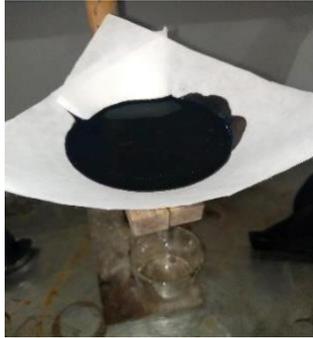


Dilarutkan 10 gram pasir besi
mL
HCl (37% 12M) dalam kimia

Filtrat ditambahkan 10mL 5% ekstrak kulit nanas sambil direfluks

magnetic stirrer pada residu menggunakan serbuk suhu 70°C selama 60 kertas saring menggunakan 63 menit gelas

selama 30 menit pada suhu 70°C



NH₄OH tetes demi tetes



kedalam campuran

Didiamkan selama



60 menit pada

Ditambahkan 73 mL

Dipisahkan endapan dari filtrat menggunakan magnet batang

reaksi untuk mengatur pH menjadi 10

Dicuci endapan menggunakan akuades sebanyak 7 kali
Dikeringkan

suhu ruang

menggunakan oven pada suhu 100°C selama 2 jam



D. Preparasi dan Aktivasi Biochar



Dihancurkan sampel hingga bentuknya menjadi serabut



Dimasukan 100gr sampel ke dalam cawan porselen



Dibakar menggunakan furnace menggunakan suhu maks 350°C selama 45 menit



Diayak arang hasil pembakaran dengan ayakan 120 mesh



Diaktivasi Arang menggunakan perbandingan 1:1:4 (Air:Arang:KOH)



Dipanaskan campuran menggunakan stirer hotplate dengan kecepatan 200rpm selama 4 jam



Dikeringkan biochar menggunakan oven pada suhu 110°C selama 4 jam

E. Sintesis Nanokomposit Biochar magnetit



Disiapkan reaktor hidrotermal ukuran 500 mL



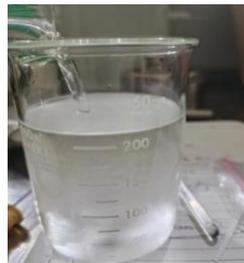
Dicampurkan Biochar dengan Fe₃O₄



Dimasukkan campuran ke dalam 200 mL gelas kimia



Dimasukkan campuran tersebut ke dalam reaktor hidrotermal



Ditambahkan 50 ml akuades dan 25 mL etanol



Ditutup reaktor dan dipanaskan pada suhu 150 °C selama 3 jam



Didiamkan reaktor hidrotermal selama 12 jam



Disaring campuran dan dicuci menggunakan akuades



Dikeringkan campuran pada suhu 110 °C selama 4 jam

. Uji adsorpsi Biochar magnetit



Ditimbang sebanyak 1 gram *Rhodamin B*
Dilartutkan menggunakan akuades sebanyak



100 mL Digojlok labu takar hingga semua *Rhodamin B* larut



Dimasukan 10 mL *Rhodamin B* dengan

konsentrasi 10 ppm kedalam 5 gelas kimia yang berbeda



Dilakukan variasi massa biochar

Disaring



Hasil absorbansi nanokomposit 1:1



Hasil absorbansi nanokomposit 2:1



Hasil absorbansi nanokomposit 3:1