



## Kinerja Analitik Mikrokapsul Magnetit - Alginat (MNPs-ALG) untuk Analisis Ion Logam Cu(II) dan Aplikasinya pada Sampel Alam

### [Analytical Performance of Magnetite - Alginate Microcapsules (MNPs-ALG) for Analysis of Cu(II) Metal Ions and Their Application in Samples]

Ika Yekti Lianasari✉, Aman Sentosa Panggabean, Bohari Yusuf, Alimuddin, Soerja Koesnarpadi

Program Studi S1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman, Jln. Barong Tongkok No. 4 Kampus Gn Kelua, Samarinda, Indonesia

**Abstract.** Research has been carried out regarding the synthesis of Magnetite-Alginate microcapsules (MNPs-ALG) and applied to Cu (II) metal ions. The nature of magnetic nanoparticles,  $Fe_3O_4$  which easily form aggregations can be overcome by this encapsulation process, but a very efficient separation process is also very much needed in the analytical separation process. The process of making magnetite nanoparticle compounds is carried out first using  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  and  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  and adding concentrated ammonia at a temperature of  $90^\circ C$  until the solution becomes blackish in color. The dry magnetite,  $Fe_3O_4$ , nanoparticles were then dissolved in distilled water and thickened with Na-Alginate then dropped slowly into a 1 M  $CaCl_2$  solution. The results of characterization using SEM showed that there were differences in morphology before and after contact, and there was 0.98% mass of Cu elements on the EDS results. The microcapsule adsorption optimization test gave results for the best adsorption percentage  $>90\%$  on a mass variation of magnetite (MNPs) of 0.3 grams; pH 5; contact time of 30 minutes and retention capacity of 185.95 mg/gram, at a Cu(II) concentration of 800 ppm. Analytical performance shows the best results with linearity parameters with a correlation coefficient of 0.999; the detection limit and quantitation limit are 0.0516 ppb and 0.1720 ppb with a lifetime of four times. The application of samples in the form of river water samples shows a percent recovery value of around  $>90\%$ , indicating that there is no matrix that significantly influences the measurements.

**Keywords:** Alginate, Magnetite, Nanoparticles,  $Fe_3O_4$ , Cu(II)

**Abstrak.** Telah dilakukan penelitian pembuatan mikrokapsul magnetit-alginat (MNPs-ALG) dan diaplikasikan terhadap ion logam Cu (II). Sifat nanopartikel magnetik,  $Fe_3O_4$  yang dengan mudahnya membentuk agregasi dapat ditanggulangi dengan proses enkapsulasi ini, namun proses pemisahan yang sangat efisien juga sangat dibutuhkan dalam proses pemisahan analitik. Proses pembuatan senyawa nanopartikel magnetit dilakukan terlebih dahulu dengan menggunakan  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  dan  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  serta penambahan amonia pekat pada suhu  $90^\circ C$  hingga larutan menjadi berwarna kehitaman. Nanopartikel magnetit,  $Fe_3O_4$  yang sudah kering kemudian dilarutkan dengan akuades dan dikentalkan dengan Na-Alginat kemudian ditetaskan secara perlahan ke dalam larutan  $CaCl_2$  1 M. Hasil karakterisasi dengan SEM menunjukkan terdapat perbedaan morfologi sebelum dan sesudah dikontakkan, dan terdapat 0,98% massa unsur Cu pada hasil EDS. Pengujian optimasi adsorpsi mikrokapsul memberikan hasil untuk persen adsorpsi yang terbaik  $>90\%$  pada variasi massa magnetit (MNPs) sebesar 0,3 gram; pH 5; waktu kontak 30 menit serta kapasitas retensi sebesar 185,95 mg/gram, pada konsentrasi Cu(II) sebesar 800 ppm. Kinerja analitik menunjukkan hasil terbaik dengan parameter linieritas dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,999; limit deteksi dan limit kuantisasi sebesar 0,0516 ppb dan 0,1720 ppb dengan masa pakai sebanyak empat kali. Aplikasi sampel alam berupa sampel air sungai menunjukkan nilai persen perolehan kembali berkisar  $>90\%$  menunjukkan tidak ada matriks yang mempengaruhi pengukuran secara signifikan.

**Kata Kunci:** Alginat, Magnetit, Nanopartikel,  $Fe_3O_4$ , Cu(II)

Diterima: 20 September 2023, Disetujui: 25 April 2024

Sitasi: Lianasari, I.Y., Panggabean, A. S., Yusuf, B., Alimuddin., dan Koesnarpadi, S. (2024) Kinerja Analitik Mikrokapsul Magnetit - Alginat (MNPs-ALG) untuk Analisis Ion Logam Cu (II) dan Aplikasinya pada Sampel Alam. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 10(1): 20-29.

✉ Corresponding author

E-mail: [ikayektisari@gmail.com](mailto:ikayektisari@gmail.com)

<https://doi.org/10.22487/kovalen.2024.v10.i1.16574>



## LATAR BELAKANG

Magnetit merupakan salah satu jenis mineral oksida besi yang memiliki kemampuan adsorpsi cukup baik. Salah satu kelebihan magnetit sebagai adsorben adalah sifat ferromagnetiknya sehingga selain mampu mengadsorpsi ion logam melalui mekanisme ikatan koordinasi maupun ionik, zat ini juga dapat mengadsorpsi melalui kemagnetan yang dimilikinya. Selain itu, magnetit dapat secara efektif dan mudah dipisahkan dengan menggunakan medan magnet eksternal. Menurut Yuniarti, (2013) magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) memiliki interaksi yang lebih kuat di dalam medan magnet (Lianasari dkk., 2023).

Adsorben  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki luas permukaan yang besar, kapasitas adsorpsi yang besar dan mudah untuk dipisahkan dengan medan magnet luar dapat menariknya. Namun kelemahan adsorben ini adalah cepat teroksidasi dan mudah terjadi penggumpalan yang dapat mengurangi kapasitasnya untuk penyerapan, sehingga kelemahan dari adsorben magnetit ini salah satunya ialah autoksidasi dan aglomerasi (Raval *et al.*, 2016).

Desai dan Park, (2005) menyatakan mikroenkapsulasi adalah proses fisik dimana bahan aktif (bahan inti), seperti partikel padatan, tetesan air ataupun gas, dikemas dalam bahan sekunder (dinding), berupa lapisan film tipis. Proses ini digunakan untuk melindungi suatu zat agar tetap tersimpan dalam keadaan baik dan untuk melepaskan zat tersebut pada kondisi tertentu saat digunakan (Sari, 2014). Lim *et al.* (2017) melakukan studi penggunaan mikrokapsul dari bahan alginat mengenai karakterisasi tembaga dengan penggunaan adsorben alginat yang terenkapsulasi secara magnetis. Salah satu ion logam yang ada di perairan adalah Cu.

Tembaga (Cu) merupakan suatu unsur yang penting dan berguna untuk metabolisme. Cu dapat mempengaruhi rasa pada air dan menimbulkan rasa yang tidak enak pada konsentrasi diatas 10 mg/L (Panggabean dkk., 2019).

Penelitian Kroll dan Winnik melaporkan metode preparasi dari alginat magnetit ini menggunakan suatu ikatan silang antara ion  $\text{Fe}^{2+}$  atau  $\text{Fe}^{3+}$  sebagai reaksi utama untuk formasi dari  $\delta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Llanes, dkk, berhasil mensintesis struktur nano magnetik dari komponen alginat maghemit dengan wujud nanokristalin, maghemit berada di dalam matriks alginat. Metode yang digunakan hampir sama yaitu dengan menambahkan oksida besi ke dalam hidrogel dari larutan garam Sodium Alginat dan diteteskan pada larutan klorida (Liu *et al.*, 2009)

Berdasarkan penjabaran di atas maka perlu dilakukan penelitian lanjut untuk mengetahui karakterisasi, optimasi adsorpsi, kinerja analitik hingga aplikasi dari mikrokapsul magnetit - alginat (MNPs - ALG). Proses karakterisasi dengan menggunakan SEM-EDS untuk memastikan morfologi dan komposisi massa unsur Cu saat mikrokapsul sebelum dan sesudah dikontakkan. Kondisi optimum dari mikrokapsul terhadap persen adsorpsi ion logam Cu (II) dilihat dari variasi massa magnetit (MNPs), pH, waktu kontak serta kapasitas retensi. Kinerja analitik juga memiliki peranan penting dalam kevaliditasan suatu metode sehingga pada penelitian ini parameter seperti linieritas, limit deteksi dan limit kuantitasi serta masa pakai *reuseability* (keberulangan). mikrokapsul perlu dilakukan. Selanjutnya setelah parameter validitas terpenuhi maka diharapkan mikrokapsul ini dapat diaplikasikan

langsung pada sampel alam yaitu air sungai, air limbah dan sebagainya.

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan Peralatan

Bahan-bahan yang digunakan bahan kimia yang berkualitas pro-analisis antara lain: Na-Alginat 1%,  $\text{CaCl}_2$  1 M, SPAN 80,  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 M, NaOH 0,1 M, HCl 1 M, Amonia pekat, etanol 95%, akuades dan air sampel Sungai Mahakam Teluk Lerong, Sungai Karang Mumus Sidodadi, Sungai Karang Mumus Lempake, Danau Folder dan Sungai Mahakam Seberang yang ada di kota Samarinda.

Alat-alat yang digunakan yaitu neraca analitik, pengaduk magnet (*stirer*), botol plastik, pH meter, spatula, peralatan gelas (gelas piala, gelas ukur, labu ukur, pipet ukur, pipet tetes, kaca arloji, batang pengaduk dan lain-lain), alat suntik dan jarum, *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) Agilent Technologies 200 series AA model 240 FS dan SEM SU 3500 Imaging - EDX Spectrum.

### Prosedur Penelitian

#### Pembuatan reagensia

Larutan Standar Cu(II) 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 0,2563 gram padatan  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ke dalam 50 mL akuades secara perlahan sambil terus diaduk hingga homogen. Kemudian dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 1 liter, dan dihomogenkan kembali.

Deret Larutan Standar Cu(II) disiapkan dari larutan induk Cu (II) 1000 ppm pada hari/saat akan digunakan untuk analisis, karena larutan harus dalam kondisi baru. Larutan disiapkan dalam labu takar 50 mL dengan konsentrasi yang disesuaikan dengan keperluan penelitian.

#### Pembuatan nanopartikel magnetit $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (MNPs)

Garam  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (4,30 gram) dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (11,68 gram) dilarutkan kedalam 200 mL air deionisasi yang dialirkan gas nitrogen dengan pengadukan yang kuat pada  $90^\circ\text{C}$ . Setelah itu ditambahkan 50 mL amonia pekat 30% ke dalam larutan. Warna larutan akan berubah dengan cepat dari warna orange menjadi hitam. Magnetik kemudian dicuci 2 kali dengan menggunakan air deionisasi. Magnetik yang telah dicuci tersebut disimpan didalam air deionisasi (Santosa et al., 2021)

#### Pembuatan mikrokapsul magnetit – alginat (MNPs – ALG)

Kondisi optimum pembuatan mikrokapsul Ca-alginat didasarkan dari hasil penelitian sebelumnya dimana variasi konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  1 M dan Na-alginat 1% (Sari dkk., 2016). Larutkan 0,25 gram padatan Na-Alginat ke dalam 25 mL aquades secara perlahan, dicampurkan padatan magnetik - alginat, ditambahkan beberapa tetes SPAN 80 dan diaduk hingga homogen. Diteteskan ke dalam larutan  $\text{CaCl}_2$  1 M setetes demi setetes dengan suntikkan hingga terbentuk mikrokapsul. Kemudian butiran-butiran mikrokapsul dikeringkan pada suhu ruang selama  $\pm 24$  jam. Selanjutnya yang telah kering dicuci dengan aquades dan HCl 1 M selama 1 jam secara bergantian, kemudian dikeringkan dan dikarakterisasi dengan SEM-EDS sebelum dan sesudah dikontakkan dengan Cu (II).

#### Optimasi mikrokapsul magnetik – alginat (MNPs – ALG)

1. Pengaruh Variasi Massa Magnetik (MNPs):  
Dilarutkan 0,5 gram padatan Na-Alginat ke dalam 50 mL aquades secara perlahan, dicampurkan ke dalam variasi gram padatan magnetik – alginat 0,1 - 0,5

gram ; kemudian dilakukan dengan cara yang sama seperti diatas (Sari, 2014). Setelah kering 0,1 gram mikrokapsul dengan berbagai variasi massa dikontakkan dengan, Cu (II) 25 mL dengan konsentrasi 1 ppm selama  $\pm$  24 jam. Kemudian diukur nilai absorbansinya menggunakan alat AAS. Dari pengukuran akan didapatkan massa optimum dari Mikrokapsul Magnetit – Alginat (MNPs – ALG) dalam menyerap ion logam Cu (II).

## 2. Pengaruh pH

Pada tahap ini digunakan metode *Batch*, sebanyak 0,1 gram MNPs – ALG yang paling bagus penyerapannya dimasukkan kedalam botol plastik plastic, kemudian direndam dengan larutan ion logam Cu(II) 1 ppm 25 mL dengan variasi pH 2 – 8 dimasukkan ke dalam botol film tersebut, perendaman dilakukan selama  $\pm$  24 jam (Sari, 2014). Nilai absorbansi diukur menggunakan alat AAS. Dari pengukuran akan didapatkan pH optimum dari Mikrokapsul Magnetit – Alginat (MNPs – ALG) dalam menyerap ion logam Cu(II).

## 3. Pengaruh Waktu Kontak

0,1 gram MNPs – ALG dimasukkan kedalam botol film plastik pada pH optimum, kemudian ditambahkan 25 mL larutan ion Cu (II) 1 ppm dengan variasi waktu kontak 15 – 120 menit (Sari, 2014). Kemudian masing-masing variasi kontak diukur absorbansi menggunakan alat AAS.

## 4. Kapasitas Retensi

0,1 gram MNPs – ALG dimasukkan kedalam botol film plastic, kemudian direndam dengan 25 mL larutan Cu (II) dengan variasi konsentrasi 10 – 1000 ppm, pada pH optimum (Sari, 2014).

Perendaman dilakukan pada waktu kontak optimum dan nilai absorbansi diukur menggunakan alat AAS.

### **Kinerja analitik**

#### 1. Kurva Kalibrasi/Linieritas, Limit Deteksi dan Kuantisasi

Penentuan kurva kalibrasi, linieritas, limit deteksi dan kuantisasi diperoleh dengan mengolah data dari membuat deret larutan standar Cu (II) dengan konsentrasi 0,2 ; 0,5 ; 1 dan 2 ppm. Sehingga akan didapatkan persamaan  $y = bx + a$  dan koefisien korelasi ( $r$ ). Penentuan limit deteksi (LOD) dan limit kuantisasi (LOQ) dilakukan dengan perhitungan statistik melalui garis regresi linier pada kurva kalibrasi, dimana konsentrasi ( $x$ ) berhubungan linier dengan respon instrument ( $y$ ) (Riyanto. 2017). Perhitungan LOD dan LOQ dapat dilakukan dengan format (Persamaan 1 dan Persamaan 2):

$$LOD = \frac{3 \times Sd}{Slope} \quad (1)$$

$$LOQ = \frac{10 \times Sd}{Slope} \quad (2)$$

Keterangan:

Sd = Standar deviasi

#### 2. *Reuseability* (Keberulangan)

Dilakukan pengukuran absorbansi larutan ion logam Cu (II) dengan konsentrasi tertentu secara berulang kali ( $n = 5$ ) dengan kondisi optimum dengan prosedur yang sama seperti diatas, kemudian diukur absorbansinya menggunakan alat AAS.

### **Aplikasi sampel alam**

Penentuan konsentrasi ion logam Cu (II) dalam sampel air dilakukan berdasarkan kondisi optimum seperti yang telah dilakukan pada prosedur sebelumnya. Sampel air yang

digunakan adalah air sungai. Untuk menentukan pengaruh matriks terhadap penentuan ion logam Cu (II) dalam sampel air dari alam, dilakukan penentuan % *recovery* dengan *metode spike*. Persen perolehan kembali (% *recovery*) dapat dihitung dengan format (Persamaan 3) (Riyanto, 2017):

$$\% \text{ recovery} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100 \quad (3)$$

Keterangan:

C<sub>1</sub> : konsentrasi standar + sampel (ppm)

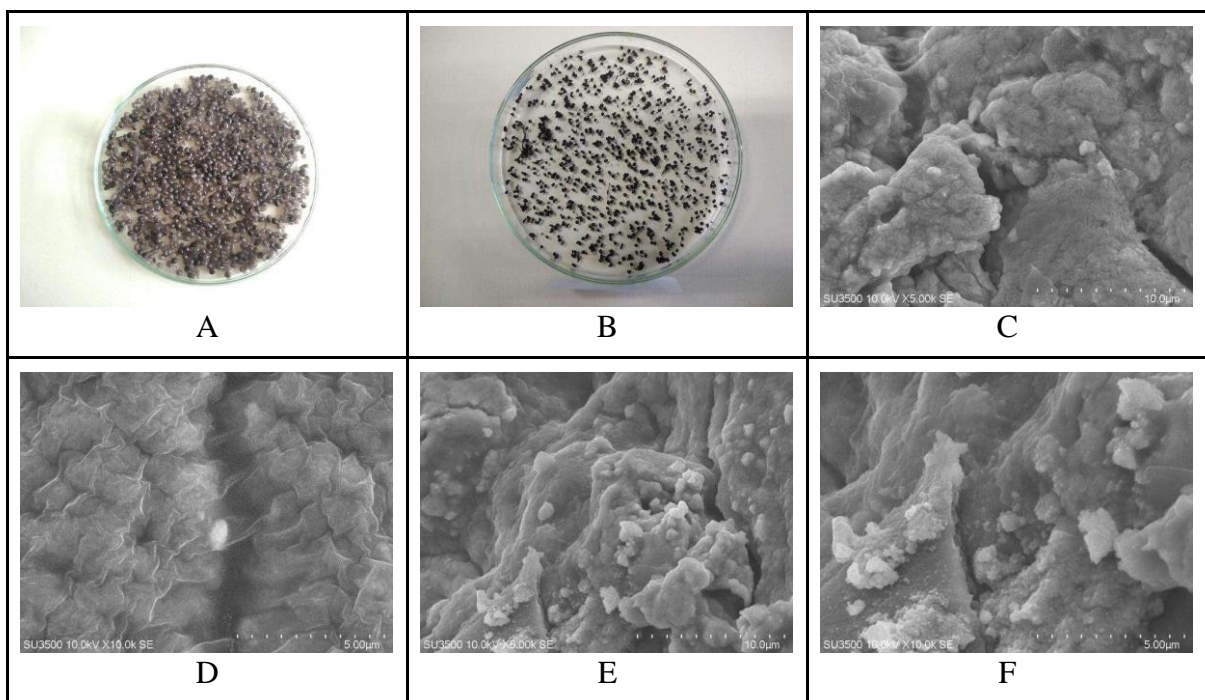
C<sub>2</sub> : konsentrasi analit dalam sampel (ppm)

C<sub>3</sub> : konsentrasi dari standar yang ditambahkan kedalam sampel (ppm)

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil Karakterisasi SEM-EDS Mikrokapsul Magnetit – Alginat (MNPs – ALG)

Pembuatan mikrokapsul magnetit-alginat (MNPs - ALG) menggunakan teknik emulsifikasi konvensional dengan menggunakan stirer. Fungsi penambahan SPAN 80 adalah sebagai pembentuk emulsi agar senyawa magnetik lebih mudah bercampur dengan alginat yang kental. Gambar dan hasil pengukuran dengan SEM-EDS dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** A. Mikrokapsul Magnetik - Alginat (MNPs - ALG) Basah; B. Mikrokapsul Magnetit - Alginat (MNPs - ALG) kering; C dan D MNPs - ALG sebelum kontak dengan larutan Cu(II) (5.000x dan 10.000x) serta E dan F MNPs - ALG sesudah kontak dengan larutan Cu(II) (5.000x dan 10.000x)

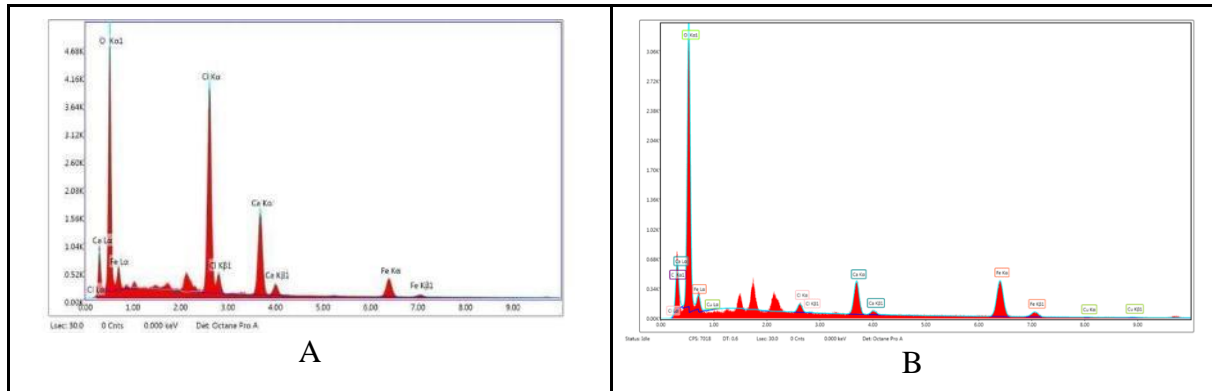
Hasil karakterisasi dengan SEM menunjukkan bahwa terdapat perbedaan morfologi permukaan saat mikrokapsul ini sebelum dan sesudah dikontakkan dengan Cu(II) dimana pada pori-pori dan permukaan mikrokapsul menjadi merata, mengembang

dan homogen setelah dikontakkan dengan larutan Cu (II), sebaiknya sebelum dikontakkan struktur morfologi terlihat lebih kasar dan mengkerut. Proses sintesis ini dinyatakan berhasil dengan terlihatnya MNPs yang menempel di dalam pori-pori alginat dengan



perbesaran 5.000x -10.000x dan secara aktif mengembang bersama yang menandakan MNPs juga aktif dalam menyerap larutan Cu (II). Untuk meyakinkan hipotesis apakah terdapat larutan Cu (II) dalam sistem ini maka

diperlukanlah bantuan EDS dalam karakterisasi selanjutnya. Hasil data EDS dalam mendeteksi keberadaan komposisi massa unsur dapat dilihat seperti Gambar 2.



**Gambar 2.** A. Data EDS MNPs - ALG sebelum dan B. Data EDS MNPs - ALG sesudah kontak dengan Cu(II)

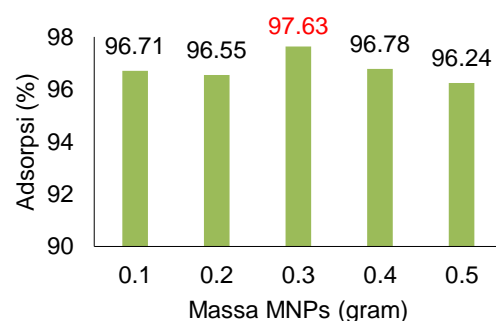
Hasil pendeteksian dengan EDS, MNPs - ALG yaitu komposisi massa pada data A berturut-turut untuk unsur O, Fe, Ca dan Cl yaitu sebesar 39,3% ; 12,46%; 20,02% dan 28,3%. Kemunculan unsur Cl diduga pada saat proses pencucian mikrokapsul MNPs - ALG kering dengan HCl masih menyisakan residu, sedangkan kecilnya massa unsur Fe disebabkan pada saat pendeteksian dengan alat sensor yang tidak merata pada permukaan

mikrokapsul. Pendeteksian MNPs - ALG pada data B yaitu komposisi massa berturut-turut untuk unsur O, Fe, Ca, Cl dan Cu yaitu sebesar 42,66% ; 42,33%; 12,046%; 1,87% dan 0,68 %. Bertambahnya massa unsur O, Fe, Cu dan berkurangnya unsur Cl menunjukkan bahwa mikrokapsul ini mampu bekerja dengan baik. Komposisi persen massa Cu masih sedikit dikarenakan belum dilakukannya optimasi terhadap mikrokapsul.

**Optimasi Mikrokapsul Magnetit – Alginat (MNPs – ALG)**

**Pengaruh variasi massa magnetit (MNPs)**

Untuk mengetahui variasi massa magnetik (MNPs) optimum yang paling baik dalam penyerapannya, maka sebanyak 0,1 gram direndam dengan larutan standar Cu (II) 25 mL dengan konsentrasi 1 ppm selama ± 24 jam. Variasi massa yang digunakan adalah 0,1 – 0,5 gram.

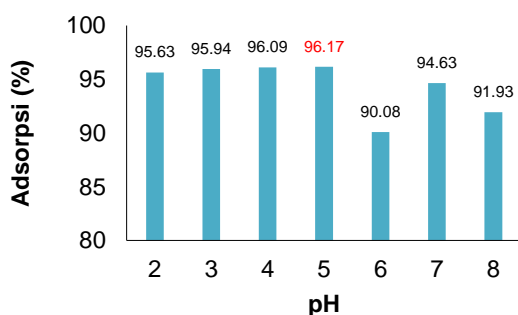


**Gambar 3.** Diagram pengaruh variasi massa MNPs terhadap persen adsorpsi

Dari data yang diperoleh maka dapat dijelaskan bahwa variasi massa MNPs terbaik dengan massa 0,3 gram dengan persen adsorpsi sebesar 97,63% (Gambar 3). Semakin sedikit massa MNPs yang ditambahkan ke dalam Alginat maka hasil penyerapan terhadap ion logam baik, namun belum maksimum dalam proses adsorpsinya, sedangkan semakin banyak massa MNPs maka proses adsorpsi pada mikrokapsul akan mengalami kejenuhan. Maka untuk kinerja serta penentuan selanjutnya digunakan massa 0,3 gram.

### Pengaruh pH

Untuk mengetahui variasi pH optimum yang paling baik dalam penyerapannya maka sebanyak 0,1 gram mikrokapsul yang terbaik massa MNPs-nya direndam dengan larutan standar Cu (II) 25 mL dengan konsentrasi 1 ppm selama  $\pm$  24 jam. Dari pengukuran diperoleh data dan dihitung persen adsorpsi.



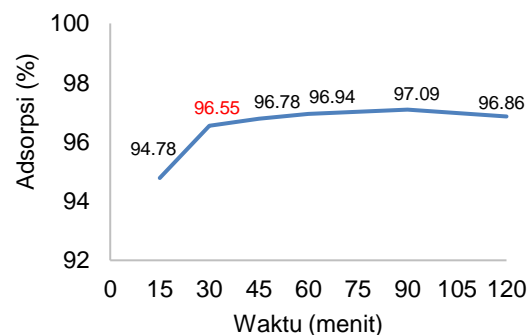
**Gambar 4.** Diagram pengaruh pH terhadap persen adsorpsi

Dari pengukuran inilah dapat diketahui pada pH 5 konsentrasi ion logam Cu (II), telah mampu terserap dengan baik oleh mikrokapsul di bawah pH 5 kemampuan resin dalam menyerap ion logam belum maksimal dikarenakan persaingan kation yang terjadi, kation ini adalah pembentukan  $H_3O^+$  yang berasal dari air dan juga dari pembentuk keasaman itu sendiri (Gambar 4). Pada pH di

atas 6 dan menuju basa akan terjadi penurunan nilai absorbansi yang sangat ekstrim hal ini disebabkan apabila semakin kondisi menuju basa ( $pH > 7$ ) maka ion-ion logam sudah membentuk hidroksidanya sehingga sudah tidak bisa terdeteksi dengan baik oleh alat. Selain itu kondisi pH yang terlalu asam dan basa juga memiliki pengaruh terhadap kekuatan dari mikrokapsul (Sari. 2014).

### Pengaruh waktu kontak

Pengaruh waktu kontak dilakukan untuk mengetahui berapa lama waktu yang dibutuhkan mikrokapsul untuk menyerap ion logam Cu (II) secara maksimal. Dari hasil pengukuran dengan prosedur yang sama seperti diatas dengan perbedaan variasi waktu maka diperoleh data dan gambar kurva dengan memplotkan waktu kontak terhadap persen adsorpsi (Gambar 5).

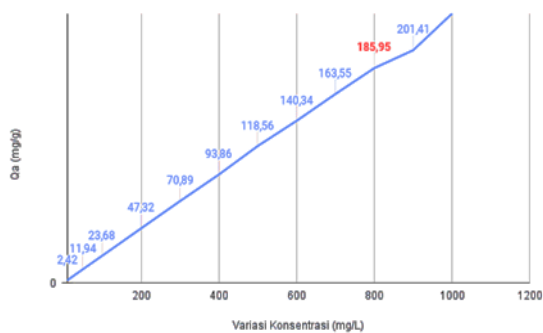


**Gambar 5.** Diagram pengaruh waktu kontak terhadap persen adsorpsi

Dari pengukuran inilah dapat diketahui pada waktu kontak 30 menit konsentrasi ion logam Cu (II), telah mampu terserap dengan baik oleh mikrokapsul, yaitu dengan persen penyerapan berkisar  $> 95\%$  dari penelitian ini diperoleh persen adsorpsi sebesar 96,55%. Untuk pengerjaan selanjutnya akan digunakan pH dan waktu kontak optimum yang diperoleh untuk mengkondisikan mikrokapsul.

**Kapasitas retensi**

Kapasitas retensi/adsorpsi merupakan salah satu faktor penting dalam tahapan ini karena akan menentukan berapa banyak mikrokapsul yang diperlukan untuk menghapus secara kuantitatif jumlah tertentu ion logam dari larutan sampel. Kapasitas adsorpsi diuji mengikuti prosedur *Batch*. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa kapasitas retensi yang diperoleh untuk ion logam Cu (II) sebesar 185,95 mg/gram mikrokapsul. Namun, dari gambar kurva dibawah ini dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi ion logam Cu (II) yang ditambahkan, maka semakin besar pula kapasitas dari mikrokapsul ini untuk menyerap karena masih belum mencapai kondisi jenuhnya, sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut. Gambar kurva kapasitas ion logam Cu (II) dapat dilihat seperti gambar dibawah ini.

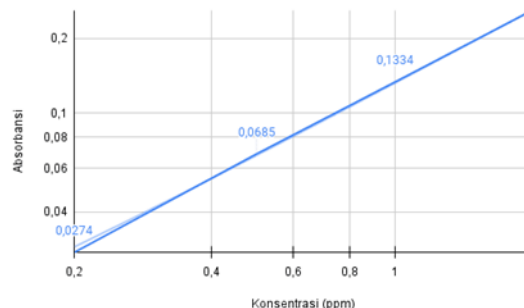


**Gambar 6.** Kurva kapasitas retensi ion logam Cu (II)

**Kinerja Analitik**

**Kurva kalibrasi/linieritas, limit deteksi dan kuantisasi**

Kurva kalibrasi dibuat melalui pengukuran serapan dengan rentan konsentrasi analit 0,2; 0,5; 1 dan 2 ppm larutan ion logam Cu (II). Hasil absorbansi yang diperoleh diplotkan dalam kurva kalibrasi (Gambar 7).



**Gambar 7.** Kurva kalibrasi/ linieritas ion logam Cu (II)

Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan garis  $y = 0,1299x + 0,00302$  dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,999. Nilai koefisien korelasi yang mendekati angka 1 menunjukkan kurva kalibrasi yang diperoleh memenuhi syarat sehingga memberikan linieritas yang bagus. Limit deteksi dan limit kuantitasi diperoleh dari persamaan garis regresi kurva kalibrasi. Hasil percobaan dan perhitungan pada penelitian ini dapat dilihat pada tabel berikut.

**Tabel 1.** Hasil uji LOD dan LOQ

Perhitungan	Hasil
Standar Deviasi	$2,234 \times 10^{-7}$
LOD	0,0156 ppb
LOQ	0,1720 ppb

Berdasarkan data diatas didapatkan nilai limit deteksi (LOD) sebesar 0,0156 ppb. Hal ini menunjukkan pada konsentrasi tersebut sampel masih mampu dideteksi. Sedangkan nilai limit kuantitasi (LOQ) sebesar 0,1720 ppb. Hal ini menunjukkan hasil yang diperoleh tersebut masih bisa memberikan hasil yang cermat dan seksama.

**Reuseability (keberulangan)**

Penggunaan kembali kemampuan dari adsorben dalam beberapa proses adsorpsi berturut-turut telah diuji. Li et al. (2022)



melakukan penelitian dengan Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa nanopartikel besi oksida magnetik yang dimodifikasi dapat digunakan kembali untuk lima kali tanpa kehilangan yang cukup besar dalam efisiensi adsorpsinya (Baskar et al., 2022). Begitu halnya dengan memodifikasi nanopartikel besi oksida magnetik dengan alginat. Dengan masa pakai adsorben sebanyak empat kali persen adsorpsi yang diperoleh masih berkisar >90%. Dalam penelitian ini proses pembilasan residu dengan menggunakan HCl 1 M .

**Tabel 2.** Hasil uji *reuseability* (keberulangan)

Masa Pakai	% Adsorpsi
Ke-1	97,02%
Ke-2	96,94%
Ke-3	96,86%
Ke-4	96,82%
Ke-5	78,85%

### Aplikasi Sampel Alam

Pada penelitian ini, untuk melihat apakah terdapat pengaruh matriks pada pengukuran maka dilakukan pengukuran persen perolehan kembali (*% recovery*) dengan metode *spike*. Metode dikatakan baik, jika didapatkan *% recovery* antara 95 - 105% atau ada pula rentang *% recovery* yang bisa diterima yaitu 90 - 110%.

**Tabel 3.** Aplikasi sampel alam

Sampel	Konsentrasi Spike (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Standar (ppm)	% <i>Recovery</i>
Kode A	0,9225	0,0145		91,10
Kode B	0,9270	-0,0148		94,18
Kode C	0,9455	-0,0256	1	97,11
Kode D	0,9316	-0,0248		95,64
Kode E	0,9416	-0,0109		95,26

Hasil perolehan kembali (*% recovery*) yang dihasilkan untuk analisis sampel air Sungai memberikan nilai >90% yang menunjukkan bahwa akurasi metode yang dikembangkan ini cukup baik. Berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa metode ini dapat digunakan untuk menganalisis ion logam Cu (II) untuk sampel air di alam karena pengaruh matriks yang terdapat pada sampel dapat disederhanakan melalui penggunaan metode *spike* pada penelitian ini.

### KESIMPULAN

Hasil karakterisasi dengan SEM menunjukkan bahwa terdapat perbedaan morfologi permukaan saat mikrokapsul ini sebelum dan sesudah dikontakkan dengan Cu(II) dimana pada pori-pori dan permukaan mikrokapsul menjadi merata, mengembang dan homogen setelah dikontakkan pada perbesaran 5000x dan 10.000x dan magnetit (MNPs) menempel pada permukaan alginat, didukung dengan data EDS dengan munculnya komposisi massa unsur Cu yang muncul sebesar 0,68%. Pengujian optimasi adsorpsi mikrokapsul memberikan hasil untuk persen adsorpsi yang terbaik >90% pada variasi massa magnetit (MNPs) sebesar 0,3 gram; pH 5; waktu kontak 30 menit serta kapasitas retensi sebesar 185,95 mg/gram, pada konsentrasi Cu(II) sebesar 800 ppm. Kinerja analitik menunjukkan hasil terbaik dengan parameter linieritas dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,999; limit deteksi dan limit kuantisasi sebesar 0,0516 ppb dan 0,1720 ppb dengan masa pakai sebanyak empat kali. Aplikasi sampel alam berupa sampel air sungai menunjukkan nilai persen perolehan kembali berkisar >90%.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dapat terlaksana atas bantuan dana dari Skim Bantuan Biaya Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Pendanaan PNBPN Tahun Anggaran 2023 Universitas Mulawarman, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Untuk itu pada kesempatan ini tim peneliti mengucapkan terima kasih kepada Universitas Mulawarman yang telah mendanai penelitian ini. Peneliti juga mengucapkan terima kasih kepada Admin, Staff Laboratorium Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi (PPNN) atau SIPA PPNN Institut Teknologi Bandung (ITB) beserta jajarannya, serta PT. Mutu Agung Lestari, Samarinda.

## DAFTAR PUSTAKA

- Baskar, A.V., et al. (2022). Recovery, regeneration and sustainable management of spent adsorbents from wastewater treatment streams: A review. *Science of the Total Environment*, 822: 153555. doi: 10.1016/j.scitotenv.2022.153555.
- Lianasari, I.Y., Koesnarpadi, S. Pratiwi, R.P. dan Munandar, A. (2023). Penentuan Variasi Komposisi dan pH Optimum Adsorben Kitosan - Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Berdasarkan persen Penyerapan Ion Pb<sup>2+</sup>. *Jurnal Atomik*, 2023, 08(1), 4-8.
- Liu, J. Zhang, Y. et al. (2009). Synthesis, Characterization, and Application of Composite Alginate Microspheres with Magnetic and Fluorescent Functionalities. *Wiley Periodicals, Inc. J Appl Polym Sci* 113, 4042–4051, 2009.
- Panggabean, A. S., Pasaribu, S. P., dan Sari, I. Y. L. (2019). Prakonsentrasi Ion Cu(II) Menggunakan Resin Berbasis Mikrokapsul Ca-Alginat Secara *Off-Line* dengan Metode Kolom. *Chem. Prog.* 5(2).
- Raval, N. P., Shah, P. U. and Shah, N. K. (2016). Nanoparticles Loaded Biopolymer as Effective Adsorbent for Adsorptive Removal of Malachite Green from Aqueous Solution. *Water Conservation Science and Engineering*. 1: 69–81.
- Riyanto. (2017). Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Lobaratorium Pengujian dan Kalibrasi. Deepublish. Yogyakarta.
- Santosa, S. J., Krisbiantoro, P. A., Yuniarti, M., and Koesnarpadi, S., (2021). Magnetically Separable Humic Acid-Functionalized Magnetite For Reductive Adsorption Of Tetrachloroaurate (III) Ion In Aqueous Solution Environmental Nanotechnology, *Journal of Science*, 15, 400-454.
- Sari, I. Y. L. (2014). *Prakonsentrasi Ion Logam Berat Dengan Menggunakan Magnetik-Alginat (MNPs-ALG)*. Tesis, Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Sari, R.J, Panggabean, A.S dan Erwin. (2016). Pemanfaatan resin Ca-Alginat termodifikasi dengan Etilen Diamine Tetra Asetat (EDTA) dalam tahapan prakonsentrasi ion Mn(II) berbasis metode kolom. *J Atomik*, 1(1),28-35.