

SINTESIS MANIK KOMPOSIT *LAYERED DOUBLE HYDROXIDE* (LDH) DAN EVALUASI KEMAMPUANNYA SEBAGAI ADSORBEN ANION NITRAT DAN FOSFAT PADA SISTEM BATCH DAN ALIRAN KONTINU

Iis Setianingrum
23/513909/PPA/06535

INTISARI

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi manik komposit LDH Mg/Al-Kitosan serta evaluasi kinerjanya sebagai adsorben anion nitrat dan fosfat. Manik disintesis menggunakan metode gelasi alkali dengan rasio massa LDH Mg/Al:kitosan (b/b) 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1, kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM, dan BET untuk menganalisis struktur kristalin, morfologi permukaan, serta tekstur pori. Rasio 3:1 dipilih sebagai formulasi optimal karena menghasilkan manik berbentuk seragam, stabil secara mekanik, dan memiliki porositas yang mendukung difusi adsorbat. Uji stabilitas kimia dan fisik dilakukan melalui uji pembengkakan dan pelepasan logam Mg dan Al pada berbagai pH (2, 6, 8, dan 12). Hasil menunjukkan bahwa manik paling stabil pada pH netral ($\approx 6,8$), ditandai oleh pembengkakan sedang dan pelepasan logam yang sangat rendah (Mg $< 0,01\%$; Al $< 0,02\%$). Pada pH ekstrem, pelepasan logam meningkat (Mg $0,08\%$ pada pH 2; Al $0,03\%$ pada pH 11) dan pembengkakan berlebih mengurangi stabilitas fisik material. Evaluasi adsorpsi menunjukkan bahwa kapasitas manik terhadap anion fosfat mencapai $0,141 \text{ mmol} \cdot \text{g}^{-1}$ pada pH 4, sedangkan terhadap anion nitrat sebesar $0,046 \text{ mmol} \cdot \text{g}^{-1}$ pada pH 6, dengan kinetika adsorpsi yang mengikuti model orde kedua semu. Dalam sistem aliran kontinu menggunakan kolom *fixed bed*, adsorpsi anion fosfat menunjukkan *breakthrough* yang lebih lambat ($C_t/C_0 < 0,08$ hingga 120 menit), dibandingkan anion nitrat ($C_t/C_0 > 0,3$ dalam 15 menit), kondisi ini menunjukkan bahwa fosfat memiliki afinitas adsorpsi lebih tinggi dibandingkan nitrat, sehingga tertahan lebih lama didalam kolom. Karakterisasi XRD dan FTIR terhadap manik setelah adsorpsi mengonfirmasi bahwa struktur kristal LDH tetap stabil. Pergeseran pita FTIR menunjukkan keterlibatan gugus hidroksil dan amina kitosan dalam proses adsorpsi, serta adanya mekanisme pertukaran anion antarlapis. Berdasarkan hasil tersebut, manik LDH Mg/Al-Kitosan dengan rasio 3:1 menunjukkan stabilitas fisik dan kimia yang baik, serta afinitas yang tinggi terhadap anion fosfat.

Kata kunci: adsorpsi, manik, LDH Mg/Al, fosfat, nitrat

SYNTHESIS OF Mg/Al-LAYERED DOUBLE HYDROXIDE (LDH)-CHITOSAN COMPOSITE BEADS AND EVALUATION OF THEIR PERFORMANCE AS ADSORBENTS FOR NITRATE AND PHOSPHATE ANION IN BATCH AND CONTINUOUS SYSTEMS

Iis Setianingrum
23/513909/PPA/06535

ABSTRACT

A study on the synthesis and characterization of LDH Mg/Al-chitosan composite beads and their performance as adsorbents for nitrate and phosphate ions has been conducted. The beads were synthesized using an alkaline gelation method with LDH Mg/Al-chitosan mass ratios (w/w) of 2:1, 3:1, 4:1, and 5:1, and characterized by XRD, FTIR, SEM, and BET to evaluate their crystalline structure, surface morphology, and pore texture, respectively. The 3:1 ratio was selected as the optimal formulation, producing uniform beads with good mechanical stability and porosity that support adsorbate diffusion. Chemical and physical stability tests were performed through swelling and metal leaching experiments at different pH values (2, 6.8, and 12). Results showed that the beads were most stable at neutral pH (≈ 6.8), with moderate swelling and minimal metal release (Mg $< 0.01\%$; Al $< 0.02\%$). At extreme pH conditions, metal leaching increased (Mg 0.08% at pH 2; Al 0.03% at pH 11), and excessive swelling reduced material integrity. Adsorption evaluation revealed capacities of $0,141 \text{ mmol}\cdot\text{g}^{-1}$ for phosphate at pH 4 and $0,046 \text{ mmol}\cdot\text{g}^{-1}$ for nitrate at pH 6, with kinetics following the pseudo-second order model. In continuous flow systems using a fixed-bed column, phosphate exhibited slower breakthrough ($C_t/C_0 < 0.08$ up to 120 minutes) compared to nitrate ($C_t/C_0 > 0.3$ within 15 minutes), indicating a higher adsorption affinity of phosphate toward the adsorbent and longer retention within the column. Post-adsorption characterization using XRD and FTIR analyses confirmed that the LDH crystalline structure remained stable. Shifts in FTIR bands indicated the involvement of hydroxyl and amine groups of chitosan and anion exchange within the LDH interlayers. LDH Mg/Al-chitosan beads with a 3:1 ratio exhibited good physical and chemical stability, as well as a high affinity toward phosphate.

Keyword: adsorption, beads, LDH Mg/Al, phosphate, nitrate