

## KINETIKA DAN TERMODINAMIKA KOMPOSIT HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> DARI CANGKANG TUTUT (*Bellamya javanica*) SEBAGAI ADSORBEN Pb(II) PADA LIMBAH AKUMULATOR

Muhammad Dicky Iswara, Charlena\*, Komar Sutriah

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan, IPB University  
Dramaga, Bogor, 16680, Indonesia

Dikirim: 23 Juni 2025/Disetujui: 20 Oktober 2025

\*Korespondensi: [charlena@apps.ipb.ac.id](mailto:charlena@apps.ipb.ac.id)

**Cara sitasi (APA Style 7<sup>th</sup>):** Iswara, D. I., Charlena, & Sutriah, K. (2025). Kinetika dan termodinamika komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari cangkang tutut (*Bellamya javanica*) sebagai adsorben Pb(II) pada limbah akumulator. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 28(11), 993-1015. <http://dx.doi.org/10.17844/gczc9396>

### Abstrak

Peningkatan jumlah kendaraan listrik dan perkembangan industri otomotif telah menyebabkan akumulasi limbah akumulator bekas yang mengandung logam berat berbahaya, khususnya Pb(II). Jika tidak ditangani dengan baik, limbah ini dapat mencemari lingkungan dan membahayakan kesehatan manusia dan ekosistem. Adsorpsi menggunakan material berbasis hidroksiapatit (HAp) menjadi salah satu metode penanganan yang efektif. Cangkang tutut (*Bellamya javanica*), limbah biomineral yang kaya akan kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) berpotensi dimanfaatkan sebagai prekursor kalsium pada sintesis HAp. Penelitian ini bertujuan menentukan kondisi optimum pada pH, waktu, suhu, dan konsentrasi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai adsorben ion timbel Pb(II), menentukan seberapa efisien adsorben komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi ion timbel, menentukan parameter kinetika dan termodinamikanya dalam proses adsorpsi, serta memberikan solusi material ramah lingkungan dan berkelanjutan yang dapat diimplementasikan untuk mengurangi kandungan logam berat pada lingkungan yang dihasilkan dari limbah akumulator. Komposit disintesis melalui metode deposisi kimia. Hasil karakterisasi menunjukkan struktur berpori dengan luas permukaan 3.002 m<sup>2</sup>/g, ukuran pori 2,21 nm, dan volume pori 3,32 cc/g. Optimasi menunjukkan kondisi optimum pada pH 6, waktu kontak 50 menit, suhu 25°C, dan konsentrasi awal 10 ppm. Studi kinetika mengikuti model pseudo-order-dua ( $K_2 = 2,23$  g/mg·menit), mengindikasikan adsorpsi kimia. Parameter termodinamika ( $\Delta G^\circ < 0$ ,  $\Delta H^\circ < 0$ ,  $\Delta S^\circ > 0$ ) menunjukkan proses spontan, eksoterm, dan disertai peningkatan entropi. Model isoterm Freundlich menunjukkan kesesuaian terbaik ( $1/n = 0,82$ ;  $K_F = 467$ ). Aplikasi terhadap limbah akumulator menunjukkan efisiensi adsorpsi 99,23%, menurunkan Pb(II) dari 2,28 ppm menjadi 0,017 ppm, sesuai baku mutu Permen LH No. 5 Tahun 2014. Komposit ini menunjukkan potensi tinggi sebagai adsorben logam berat yang efektif dan berkelanjutan.

Kata kunci: adsorben ramah lingkungan, biomaterial, bioremediasi logam berat, kimia hijau, limbah cangkang

## Kinetics and Thermodynamics of HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Composite from Tutut Snail Shell (*Bellamya javanica*) as Pb (II) Adsorbent in Battery Wastewater

### Abstrak

The rapid growth of electric vehicles has led to an increased accumulation of used battery waste containing hazardous heavy metals, particularly Pb(II). Improper management of this waste can severely impact the environment and human health. Adsorption using hydroxyapatite (HAp)-based materials is an effective remediation method. Tutut shells (*Bellamya javanica*), a biomineral waste rich in calcium carbonate (CaCO<sub>3</sub>), can serve as a calcium precursor for the green synthesis of HAp. This study aimed to determine the optimum conditions of pH, contact time, temperature, and initial concentration for the HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite as an adsorbent for Pb(II) ions, assess its adsorption efficiency, evaluate kinetic and

thermodynamic parameters, and provide an eco-friendly, sustainable material solution for heavy metal reduction originating from battery waste. The composite was synthesized via chemical deposition, showing a porous structure with a surface area of 3,002 m<sup>2</sup>/g, pore size of 2.21 nm, and pore volume of 3.32 cc/g. Optimum adsorption occurred at a pH of 6, 50 min, 25°C, and an initial concentration of 10 ppm. Kinetic studies followed a pseudo-second-order model ( $K_2 = 2.23$  g/mg·min), indicating chemisorption, whereas thermodynamic parameters ( $\Delta G^\circ < 0$ ,  $\Delta H^\circ < 0$ , and  $\Delta S^\circ > 0$ ) indicated a spontaneous exothermic process. The Freundlich isotherm model ( $1/n = 0.82$  and  $K_F = 467$ ) exhibited the best fit. Application to real battery wastewater achieved 99.23% removal efficiency, reducing Pb(II) from 2.28 ppm to 0.017 ppm, meeting the quality standard of the Indonesian Ministry of Environment Regulation No. 5 of 2014. These findings suggest that the HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite has strong potential as an effective and sustainable heavy metal adsorbent.

Keywords: biomaterial, composite material, environmentally friendly adsorbent, green chemistry, heavy metal bioremediation

## PENDAHULUAN

Peningkatan jumlah kendaraan listrik dan perkembangan industri otomotif turut mendorong permintaan terhadap akumulator (aki), khususnya aki timbel-asam (*lead-acid battery*) yang masih banyak digunakan di Indonesia meskipun teknologi *lithium-ion* (Li-ion) berkembang pesat (Ervianti *et al.*, 2021). Sekitar 30% kendaraan listrik, terutama di sektor komersial, masih memanfaatkan aki timbel-asam karena biayanya yang rendah dan mudah diisi ulang (Nur & Kurniawan, 2021). Penggunaan aki dalam jumlah besar dapat menyebabkan peningkatan limbah berbahaya yang mengandung timbel (Pb), asam sulfat, dan senyawa toksik lainnya jika tidak dikelola lebih lanjut. Timbel merupakan logam berat yang sangat beracun dapat mencemari tanah dan air serta menyebabkan kerusakan saraf, penurunan fungsi kognitif hingga gangguan organ dalam (Gheibi *et al.*, 2024). Metode pengolahan limbah aki yang umum digunakan adalah peleburan pirometalurgi yang mampu memulihkan timbel hingga 95%, namun berpotensi menghasilkan emisi berbahaya (Li *et al.*, 2024). Adsorpsi merupakan metode alternatif yang lebih ramah lingkungan dan efektif dalam menghilangkan logam berat dari lingkungan tercemar (Wijayanti & Kurniawati, 2019).

Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) sering digunakan dalam proses adsorpsi karena sifat magnetiknya, namun efisiensi adsorpsinya terhadap Pb hanya sekitar 80% pada konsentrasi 1 g/L, pH 5, suhu 25°C, dan waktu 40 menit (Amalia *et al.*, 2022). Oleh karena itu, magnetit perlu dikompositkan dengan hidroksiapatit (HAp) untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya. HAp dengan rumus

kimia (Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>) merupakan mineral kalsium fosfat alami yang memiliki stabilitas termal, sifat hidrofilik, dan kemampuan pertukaran ion yang baik, serta mampu mengadsorpsi Pb hingga 93% pada konsentrasi 1 g/L, pH 6, suhu 25°C, dan waktu 40 menit (Iconaru *et al.*, 2018). Pemanfaatan bahan lokal seperti cangkang keong tutut (*Bellamya javanica*) sebagai sumber CaCO<sub>3</sub> untuk sintesis HAp menjadi solusi berkelanjutan (Charlena *et al.*, 2023). Cangkang ini mengandung kalsium karbonat yang dapat dikalsinasi menjadi CaO sebagai prekursor kalsium dalam sintesis HAp (Saputra *et al.*, 2018).

Adsorben berbasis HAp dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang terbuat dari cangkang tutut dapat digunakan dalam meningkatkan sifat fisikokimia dan mekanik, serta meningkatkan kemampuan adsorben untuk menyerap logam berat. Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat disintesis melalui metode deposisi larutan kimia yang memungkinkan pengendalian morfologi dan distribusi partikel secara presisi (Vahdat *et al.*, 2019). Evaluasi kinetika dan termodinamika komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berbasis cangkang tutut perlu dilakukan sebagai adsorben ion timbel (Pb) pada limbah akumulator untuk mengetahui seberapa efisien dan besar kapasitas adsorpsi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi ion timbel. Penelitian ini bertujuan menentukan kondisi optimum pada pH, waktu, suhu, dan konsentrasi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berbasis cangkang tutut sebagai adsorben ion timbel Pb(II), menentukan seberapa efisien adsorpsi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam mengadsorpsi ion timbel, menentukan parameter kinetika dan parameter termodinamikanya dalam proses adsorpsi, serta memberikan solusi material



ramah lingkungan dan berkelanjutan yang dapat diimplementasikan untuk mengurangi kandungan logam berat pada lingkungan yang dihasilkan dari limbah akumulator.

## BAHAN DAN METODE

### Preparasi dan Kalsinasi Cangkang Tutut

Preparasi cangkang tutut merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Charlena *et al.* (2023). Limbah cangkang tutut dibersihkan, dijemur satu hingga dua hari untuk menghilangkan kadar air pada proses pembersihan, selanjutnya dihaluskan menggunakan lumpang dan diayak menggunakan ayakan 100 *mesh* untuk mendapatkan ukuran partikel cangkang tutut rata-rata 100 *mesh*. Cangkang tutut yang sudah dihaluskan hingga berukuran 100 *mesh* dikalsinasi di dalam tanur dengan suhu 1.000°C selama 5 jam untuk mendapatkan serbuk CaO, selanjutnya didiamkan selama 7 hari untuk menghasilkan serbuk Ca(OH)<sub>2</sub>.

### Sintesis Hidroksiapatit Cangkang Tutut

Sintesis hidroksiapatit merujuk pada penelitian Charlena *et al.* (2022). Larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> (Merck) 0,3 M dan larutan Ca(OH)<sub>2</sub> 0,5 M dari cangkang tutut dibuat dalam labu takar 100 mL. Larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> dimasukkan ke dalam buret dan larutan Ca(OH)<sub>2</sub> ke dalam gelas piala. Diteteskan secara perlahan larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> ke dalam larutan Ca(OH)<sub>2</sub> menggunakan buret dengan kondisi suhu dijaga agar tetap 60±2°C sambil diaduk dengan pengaduk magnet. Nilai pH dijaga agar tetap 10 dengan menambahkan NaOH (Merck) 3 M, dicek pH menggunakan indikator pH universal. Campuran dibiarkan bereaksi pada suhu dan pH terkontrol (60±2°C dan pH 10) serta tetap diaduk selama 45 menit. Campuran hasil reaksi dibiarkan dan diendapkan selama 24 jam pada suhu kamar. Endapan disaring dan dikeringkan di dalam oven selama 1 jam pada suhu 105°C, kemudian ditumbuk halus dengan mortar. Hasil yang sudah halus dimasukkan ke dalam tanur pada suhu 900°C selama 2 jam. Serbuk HAp dibiarkan mendingin dalam tanur setelah mendingin simpan HAp dalam desikator.

### Sintesis Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

Sintesis magnetit merujuk pada penelitian Amalia *et al.* (2022). Tahap awal penelitian ini, yaitu dengan melarutkan 5,75 mmol FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O (Merck) dengan 100 mL akuades dan 11,5 mmol FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O (Merck) dengan 100 mL akuades, ditambahkan NaOH 1,5 M hingga pH larutan mencapai 10. Campuran diaduk selama 90 menit sambil dipanaskan hingga suhu 90°C setelah campuran didinginkan hingga suhu ruang atau selama 20 menit, kemudian dipisahkan dengan padatan yang terbentuk dengan cara dekantasi kemudian dicuci dengan akuades hingga pH netral. Sampel diambil dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam.

### Sintesis HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Sintesis HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> merujuk pada penelitian Vahdat *et al.* (2019), dilarutkan 5,75 mmol FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O dengan 100 mL akuades dan 11,5 mmol FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O dengan 100 mL akuades dengan rasio Fe(III) dan Fe(II) adalah 2:1. Larutan yang telah disiapkan ditambahkan 5,7766 g HAp dan diaduk selama 20 menit untuk mengendapkan Fe(III) dan Fe(II) pada permukaan HAp. Larutan NaOH 1,5 M dimasukkan ke dalam campuran untuk meningkatkan pH hingga 10 pada suhu 80°C dan diaduk selama 50 menit. Komposit yang dihasilkan dipisahkan dari larutan menggunakan medan magnet dan dicuci beberapa kali dengan akuades hingga benar-benar netral. Komposit dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 100°C, selanjutnya dihasilkan serbuk komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

### Optimasi Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai Adsorben Ion Logam Pb(II)

Proses optimasi merujuk pada penelitian Vahdat *et al.* (2019) hidroksiapatite (HAp). Proses adsorpsi dilakukan masing-masing tiga kali ulangan dengan dimasukkan adsorben HAp tunggal, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tunggal, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (1:1) sebanyak 0,02 g ke dalam larutan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (Merck) dengan konsentrasi 10 ppm sebanyak 15 mL dengan

variasi pH 3, 5, 6, 7, dan 9 diaduk selama 50 menit pada suhu 25°C. Variasi adsorben 0,02 g ke dalam larutan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dengan konsentrasi 10 ppm pada pH 6 dengan variasi waktu 10, 20, 40, 50, dan 60 menit serta variasi suhu 15, 25, 30, 40, dan 60°C untuk ditentukan kinetika dan termodinamikanya. Variasi adsorben 0,02 g ke dalam larutan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi 1, 2, 6, 10, dan 20 ppm sebanyak 15 mL pada pH 6 diaduk selama 50 menit pada suhu 25°C. Larutan dipisahkan dari adsorben dan diukur absorbansinya dengan AAS pada panjang gelombang 283 nm.

### Pengaplikasian Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai Adsorben Logam Pb(II) pada Limbah Cair Akumulator

Pengaplikasian komposit pada limbah cair mengacu pada SNI 06-6989.8-2004 (BSN, 2004). Proses adsorpsi dilakukan dengan dimasukkan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 0,02 g ke dalam larutan limbah cair akumulator sebanyak 15 mL pada suhu 25°C diaduk selama 50 menit. Proses adsorpsi dilakukan dengan 5 kali ulangan dan larutan, kemudian dipisahkan dari adsorben dan diukur absorbansinya.

### Analisis Karakterisasi

Sampel HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FTIR Hitachi 270-50 dengan bilangan gelombang 400-4.000 cm<sup>-1</sup> untuk melihat gugus fungsi yang dihasilkan (Poonam *et al.*, 2018). Karakterisasi XRD PANalytical Aeris (Cu-Source) dengan  $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ,  $2\theta = 20-90^\circ$  untuk menentukan fase kristal, struktur kristal, ukuran kristal, dan derajat kristalinitas (Wang *et al.*, 2019). Pengujian BET Micromeritics® Tristar II Plus dengan analisis gas nitrogen pada suhu 77,3 K selama 3 jam untuk mengukur ukuran pori dan luas permukaan adsorben komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Wang *et al.*, 2019). SEM-EDX Hitachi SU-3500 dengan perbesaran 2000× untuk melihat morfologi dan komposisi adsorben komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebelum dan sesudah adsorpsi (Vahdat *et al.*, 2019) untuk mengukur konsentrasi awal dan akhir ion Pb(II) yang teradsorpsi (Salsabila *et al.*, 2023). Analisis data spektrum, difraktogram, grafik diolah

menggunakan *software* origin 2018 64 bit dan dengan metode statistika regresi linear untuk fitting data optimasi, kinetika, dan isotherm adsorpsi.

### Perhitungan Efisiensi Adsorpsi (Salsabila *et al.*, 2023)

$$\text{Efisiensi adsorpsi (\%)} = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100$$

Keterangan:

$C_0$  : konsentrasi awal Pb(II) (mg/L)

$C_e$  : konsentrasi akhir Pb(II) (mg/L)

### Perhitungan Kapasitas Adsorpsi (Salsabila *et al.*, 2023)

$$Q_e = (C_0 - C_e) \frac{V}{W}$$

Keterangan:

$Q_e$  : kapasitas adsorpsi (mg/g)

$C_0$  : konsentrasi awal Pb(II) (mg/L)

$C_e$  : konsentrasi akhir Pb(II) (mg/L)

$V$  : volume larutan (L)

$W$  : berat adsorben (g)

### Perhitungan Kinetika Adsorpsi (Vahdat *et al.*, 2019) hydroxyapatite (HAp)

Pseudo-Orde-Pertama (PFO)

$$\log (Q_e - Q_t) = \log Q_e - \left( \frac{K_1}{2.303} \right) \times t$$

Keterangan:

$Q_e$  : kapasitas adsorpsi pada saat kesetimbangan (mg/g)

$Q_t$  : kapasitas adsorpsi pada waktu t (menit) (mg/g)

$K_1$  : konstanta laju PFO (1/menit)

Pseudo-Orde-Kedua (PSO)

$$\frac{1}{Q_t} = \frac{1}{K_2 Q_e^2} + \frac{1}{Q_e}$$

Keterangan:

$Q_e$  : kapasitas adsorpsi pada saat kesetimbangan (mg/g)

$Q_t$  : kapasitas adsorpsi pada waktu t (menit) (mg/g)

$K_2$  : konstanta laju PSO (mg/g.menit)





## Perhitungan Termodinamika Adsorpsi (Vahdat *et al.*, 2019)

$$\Delta G^\circ = -RT \ln K_D$$

$$\ln K_D = \frac{\Delta H^\circ}{RT} + \frac{\Delta S^\circ}{R}$$

$$\Delta S^\circ = \frac{\Delta H^\circ - \Delta G^\circ}{T}$$

Keterangan:

KD : konstanta kesetimbangan

T : temperatur (K)

R : konstanta gas universal (8,314 J/mol.K)

$\Delta G^\circ$  : perubahan energi bebas gibbs standar (kJ/mol)

$\Delta H^\circ$  : perubahan entalpi (J/mol.K)

$\Delta S^\circ$  : perubahan entropi (kJ/mol)

## Perhitungan Isoterm Adsorpsi (Vahdat *et al.*, 2019)

Isoterm Langmuir

$$\frac{1}{Q_e} = \frac{1}{K_L Q_M} + \frac{1}{C_e} + \frac{1}{Q_M}$$

Keterangan:

Ce : konsentrasi adsorbat pada kesetimbangan (mg/L)

KL : konstanta Langmuir (L/mg)

Qm : kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g)

Isoterm Freundlich

$$\log Q_e = \log K_F \frac{1}{n} + \log C_e$$

Keterangan:

Qe : jumlah logam berat yang dihilangkan oleh setiap gram adsorben saat mencapai kesetimbangan (mg/g)

KF : konstanta isoterm Freundlich yang mencerminkan kapasitas adsorpsi (mg/g.L/mg)<sup>1/n</sup>

Ce : konsentrasi adsorbat (mg/L)

1/n : intensitas adsorpsi

## Validitas Data

Pengujian validitas metode AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*) untuk analisis logam Pb pada limbah akumulator dilakukan mengacu pada SNI 06-6989.8-2004 (BSN, 2004). Hasil pengukuran terhadap sampel limbah akumulator yang diuji

sebanyak lima kali ulangan dengan nilai rata-rata dan standar deviasi (SD).

## HASIL DAN PEMBAHASAN Hidroksiapatit Cangkang Tutut

Hidroksiapatit (HAp) dengan rumus kimia Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub> merupakan bahan utama dalam apatit biologis yang ditemukan pada tulang alami, dengan kontribusi berat mencapai 70–90% (Akbar *et al.*, 2021). Banyak aplikasi klinis telah memanfaatkan hidroksiapatit karena biokompatibilitas, bioaktivitas, dan osteokonduktivitasnya yang sangat baik (Charlena *et al.*, 2022). Umumnya, hidroksiapatit digunakan untuk memperbaiki, mengisi, dan merekonstruksi jaringan tulang yang mengalami kerusakan (Arifiadi, 2022). Sumber hidroksiapatit ini bisa berasal dari tulang mamalia dan juga bisa dari limbah biogenik seperti limbah kerang. Rasio molar antara kalsium dan fosfat dalam hidroksiapatit adalah 1,67. Segi fisik pada hidroksiapatit terlihat seperti serbuk putih yang berukuran mikro (Wardiana *et al.*, 2022). Senyawa ini tidak memiliki aroma dan bersifat stabil dalam kondisi biasa (Hadi *et al.*, 2022). Hidroksiapatit sulit untuk larut dalam air dan, bahkan tidak akan larut dalam larutan alkali, namun dalam larutan asam, gugus PO<sub>4</sub> dan OH pada hidroksiapatit dapat bereaksi dengan ion H<sup>+</sup> sehingga memudahkan proses pelarutan (Onwubu *et al.*, 2020). Struktur kristal hidroksiapatit termasuk dalam kelompok ruang P6<sub>3</sub>/m dengan sistem heksagonal, di mana dimensi sel satuan A dan B adalah 9,4180 Å, sedangkan C adalah 6,8840 Å (Pérez-Solis *et al.*, 2018).

Hidroksiapatit (HAp) yang disintesis dari cangkang tutut berpotensi sebagai bahan biokeramik untuk aplikasi medis dan dapat digunakan sebagai adsorben dalam pengolahan limbah logam berat, terutama timbel. Limbah industri yang mengandung logam berat seperti Pb bisa mencemari lingkungan dan berdampak buruk bagi kesehatan manusia. Oleh karena itu, dibutuhkan cara efektif untuk menurunkan konsentrasi logam berat dalam air limbah, salah satunya dengan adsorben berbasis hidroksiapatit. Proses utama penjerapan Pb oleh HAp berlangsung melalui pertukaran

ionik antara Ca(II) dalam struktur HAp dan Pb(II) dalam larutan sehingga terbentuk senyawa kalsium fosfat yang terstabilkan oleh ion Pb(II) (Ramdani *et al.*, 2020). Di samping itu, interaksi elektrostatis antara ion Pb(II) dan gugus fosfat (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) dalam HAp juga meningkatkan efisiensi adsorpsi (Prasetyo *et al.*, 2018). Proses tersebut memungkinkan pengikatan Pb(II) yang kuat sehingga HAp berfungsi efektif dalam mengurangi kontaminasi logam berat (Iconaru *et al.*, 2018).

Keunggulan utama HAp dari cangkang tutut jika dibandingkan dengan adsorben tradisional seperti karbon aktif atau zeolit adalah kemampuannya untuk mengadsorpsi Pb(II) secara spesifik dengan cara pertukaran ion (Biedrzycka *et al.*, 2021). Cangkang tutut tersedia dalam jumlah banyak dan proses sintesis HAp dengan cangkang tutut cukup mudah membuatnya menjadi pilihan yang lebih ekonomis dan ramah lingkungan. HAp juga memiliki kestabilan kimia yang baik, memungkinkan penggunaannya dalam kondisi berbeda tanpa mengalami penurunan yang signifikan (Amalia *et al.*, 2022). Beberapa tantangan dalam penggunaan HAp sebagai adsorben adalah proses regenerasi material setelah pemakaian dan pengoptimalan parameter adsorpsi untuk meningkatkan efisiensinya (Poonam *et al.*, 2018).

## Magnetit

Sifat magnetik pada magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) memberikan keuntungan signifikan dalam proses pengolahan limbah khususnya pada pemisahan adsorben setelah proses adsorpsi (Biedrzycka *et al.*, 2021). Dengan adanya sifat magnetik, partikel adsorben yang telah mengikat ion logam berat dapat dengan mudah dipisahkan dari larutan menggunakan medan magnet eksternal, tanpa memerlukan proses filtrasi atau sentrifugasi yang rumit. Hal ini tidak hanya mempercepat proses pemisahan, tetapi juga mengurangi biaya operasional dan kehilangan material adsorben. Adsorben berbasis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat didaur ulang serta digunakan kembali sehingga meningkatkan efisiensi, keberlanjutan, dan efektivitas dalam pengolahan limbah cair (Radoń *et al.*, 2017).

Sintesis magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) umumnya dilakukan melalui metode presipitasi kimia

karena prosesnya sederhana, murah, dan mampu menghasilkan nanopartikel dengan ukuran serta bentuk terkontrol (Tukan *et al.*, 2023). Sintesis dilakukan dengan mencampur larutan Fe(II) dan Fe(III) dalam rasio molar 1:2 dalam suasana basa menggunakan NaOH pada suhu 90°C. Terbentuknya partikel magnetit ditandai dengan perubahan warna menjadi hitam pekat (Wei *et al.*, 2024). Endapan dicuci hingga pH netral dan dikeringkan pada 100°C, menghasilkan serbuk hitam magnetik yang menunjukkan keberhasilan sintesis. Selama proses presipitasi, berbagai faktor seperti pH, suhu, dan waktu reaksi memiliki dampak besar terhadap kualitas partikel magnetit yang dihasilkan. pH terbaik untuk pembentukan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> umumnya berada pada pH 10 (Nguyen *et al.*, 2021). Jika pH terlalu rendah, akan terbentuk fase hematit atau fase maghemit, sedangkan pH yang terlalu tinggi dapat menyebabkan partikel besar atau aglomerasi (Shevchenko *et al.*, 2021).

Suhu juga memegang peranan penting, di mana suhu sekitar 90°C mendukung pembentukan partikel nano dengan kristalinitas yang baik tanpa merusak struktur. Proses pengadukan dijaga selama 40 menit untuk mencapai reaksi yang optimal antara ion Fe(II) dan Fe(III) dalam suasana basa. Keberhasilan dalam sintesis magnetit dengan metode presipitasi ini membuka banyak peluang aplikasi. Magnetit merupakan material yang efektif dalam mengadsorpsi logam berat dan pewarna dalam air limbah, berkat kemampuannya untuk berinteraksi dengan berbagai polutan serta kemudahan dalam pemisahan dari larutan menggunakan medan magnet (Habib *et al.*, 2019).

## Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Sintesis komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> merupakan pendekatan untuk menggabungkan keuntungan dari kedua material, yaitu bioaktivitas dan afinitas ionik dari HAp serta sifat magnetik dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Komposit ini diteliti untuk digunakan dalam pengolahan limbah logam berat, terutama Pb(II) karena HAp memiliki situs aktif yang dapat mengikat ion logam secara ionik, dan mudah dalam proses pemisahan material berkat partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dapat dipengaruhi



oleh medan magnet. Penelitian ini, sintesis dilakukan melalui metode deposisi kimia yang melibatkan penempatan partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara terkendali pada permukaan HAp untuk mencapai struktur komposit yang seragam (Vahdat *et al.*, 2019). Karakterisasi produk akhir dilakukan dengan FTIR, XRD, SEM, dan EDX untuk memeriksa struktur fungsional, kristalinitas, morfologi permukaan, dan komposisi unsur, serta untuk menganalisis kemampuannya dalam menjerap Pb(II). Kombinasi dari kristalinitas ini menghasilkan struktur yang memiliki kekuatan mekanik baik dan luas permukaan efektif yang tinggi, ideal untuk aplikasi adsorpsi logam berat.

Analisis difraktogram XRD ini menunjukkan dua fase. Fase pertama, yaitu fase hidroksiapatit terbentuk grup ruang P6<sub>3</sub>/m dengan sistem kristal heksagonal serta sel satuan sebesar A = B = 9,4180 Å dan C sebesar 6,8840 Å (Fiume *et al.*, 2021) hydroxyapatite (HA). Fase kedua, yaitu fase magnetit terbentuk grup ruang Fd-3m dengan sistem kristal kubik yang memiliki nilai sel satuan sebesar A = B = C = 8,3960 Å (Vinayagam *et al.*, 2021). Ukuran kristal komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang didapat sebesar 7,63 nm dengan persentase kristalinitas komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 84,80%. Berdasarkan hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki ukuran

kristal yang sangat kecil dengan persentase kristalinitas yang cukup besar. Makin kecil ukuran kristal suatu nanomaterial, makin besar luas permukaannya serta meningkatkan kekerasan dan kuat tariknya (Lubis *et al.*, 2020). Luas permukaan yang lebih besar dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi, memungkinkan penggunaan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai adsorben. Persentase kristalinitas yang tinggi pada komposit menunjukkan bahwa proporsi kristalnya memiliki struktur yang teratur (Akbar *et al.*, 2021).

### Karakteristik FTIR

Spektrum FTIR magnetit yang dapat dilihat pada *Figure 1a* menunjukkan puncak penyerapan yang khas pada sekitar 576 cm<sup>-1</sup> yang berkaitan dengan getaran peregangan ikatan Fe–O dalam struktur spinel magnetit, kemudian terdapat pula pita serapan kecil pada rentang 3.420 cm<sup>-1</sup> dan 1.622 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan keberadaan gugus hidroksil (–OH) akibat sisa pelarut dari proses sintesis dan pengeringan (Invernizzi *et al.*, 2018). Gugus hidroksil ini berperan dalam stabilitas permukaan nanopartikel dan bisa dimodifikasi lebih lanjut untuk aplikasi lanjutan seperti pelapisan atau fungsionalisasi permukaan. Telihat pada *Figure 1b*, analisis spektrum FTIR pada HAp menunjukkan

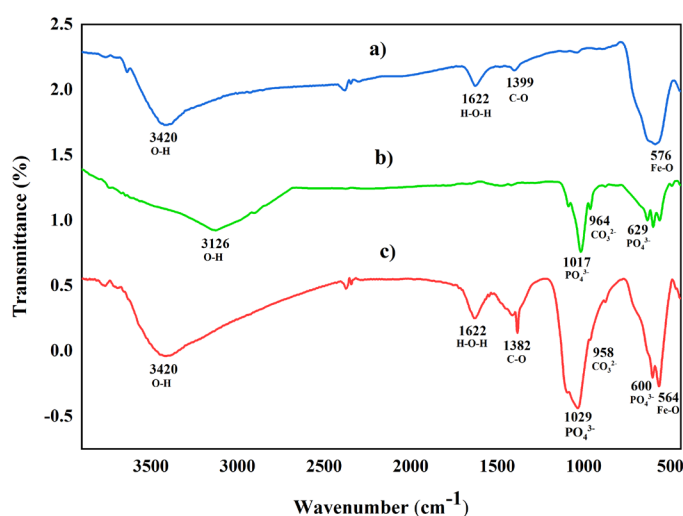


Figure 1 FTIR spectrum of a) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> b) HAp c) HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Gambar 1 Spektrum FTIR a) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> b) HAp c) HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

adanya pita serapan khusus untuk gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada rentang  $629\text{ cm}^{-1}$  dan  $1.017\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan keberadaan hidroksiapatit. Bilangan gelombang  $3126\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan keberadaan gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) yang merupakan ciri dari hidroksiapatit yang murni (Sahadat & Ahmed, 2023). Di samping gugus utama tersebut, spektrum FTIR juga menunjukkan adanya gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada rentang  $964$  dan  $1.450\text{ cm}^{-1}$  yang bisa menunjukkan potensi adanya fase kalsium fosfat karbonat dalam sampel dan fase ini mungkin berasal dari sisa bahan baku atau dampak kontaminasi karbonat selama sintesis.

Analisis spektrum FTIR komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang ditampilkan pada *Figure 1c* menunjukkan pita serapan khas HAp pada  $1.029$  dan  $600\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi simetris dan asimetris gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ). Sementara itu, pita lebar pada  $3.420\text{ cm}^{-1}$  dan  $1.622\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus hidroksil ( $-\text{OH}$ ) dan kelembapan teradsorpsi. Keberadaan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam komposit diindikasikan oleh pita serapan yang tajam di sekitar  $564\text{ cm}^{-1}$  yang berkaitan dengan regangan ikatan logam Fe-O. Tidak ada

perubahan signifikan pada posisi pita vibrasi  $\text{PO}_4^{3-}$  menunjukkan bahwa struktur HAp tetap stabil setelah penambahan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Kombinasi dari spektrum ini menunjukkan bahwa kedua komponen telah berhasil bergabung ke dalam satu struktur komposit tanpa reaksi kimia yang merusak struktur dasar masing-masing.

### Karakteristik XRD

Analisis difraksi sinar-x (XRD) dilakukan untuk mengenali fase kristalin dan tingkat kristalinitas dari HAp yang telah disintesis (*Figure 2a*). Pola difraksi sinar-x yang diperoleh dari sampel HAp menunjukkan puncak difraksi pada  $2\theta$  sekitar  $25,879^\circ$ ;  $31,774^\circ$ ;  $32,902^\circ$ ;  $34,029^\circ$ ; dan  $46,713^\circ$  yang sesuai dengan pola standar hidroksiapatit berdasarkan referensi *joint committee on powder diffraction standards* (JCPDS) nomor 00-009-0432. Hasil dari difraktogram kemudian dihitung ukuran kristal dan derajat kristalinitasnya. Didapatkan ukuran kristal  $55,21\text{ nm}$  dengan derajat kristalinitasnya  $95,53\%$ . Adanya puncak-puncak ini menunjukkan bahwa material yang terbentuk adalah hidroksiapatit dengan tingkat kristalinitas yang tinggi. Selain puncak khas HAp, beberapa puncak lemah juga

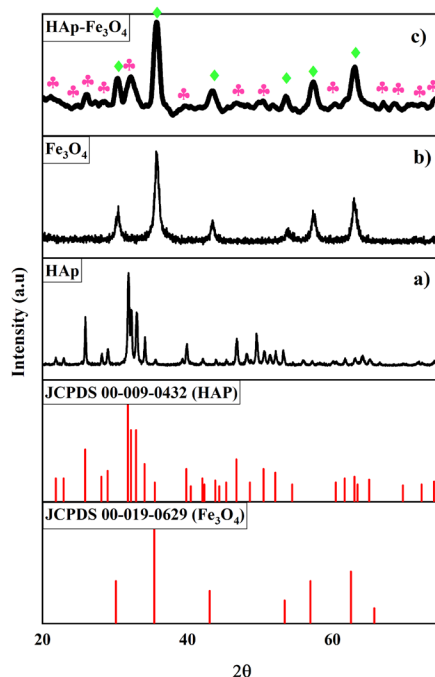


Figure 2 XRD patterns of a) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> b) HAp c) HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Gambar 2 Difraktogram a) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> b) HAp c) HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>





terdeteksi yang menunjukkan adanya fase lain, seperti trikalsium fosfat ( $\beta$ -TCP) atau sisa kalsium oksida. Fase-fase ini mungkin muncul karena perbedaan kondisi presipitasi maupun suhu kalsinasi yang memengaruhi perubahan fase.

Pola difraksi XRD yang dihasilkan pada *Figure 2b* untuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan puncak tajam pada sudut  $2\theta$  sekitar 35,423; 43,053; 53,392; 56,944; 62,516; dan 65,745° yang sesuai dengan 12 bidang kristal (220), (311), (400), (422), (511), dan (440) dari struktur spinel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, mengacu pada data referensi JCPDS nomor 00-019-0629 dengan ukuran kristal 11,85 nm dengan derajat kristalinitas 53,81% dan tidak ditemukannya puncak lain dari fase hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) atau maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) menunjukkan bahwa fase Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dihasilkan cukup murni. Ukuran kristal yang kecil pada sampel magnetit sangat memengaruhi sifat magnetik serta aplikasi potensial dari partikel magnetit dalam teknologi dan lingkungan.

Analisis XRD pada komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang terlihat pada *Figure 2c* menunjukkan puncak-puncak karakteristik HAp di  $2\theta = 25,779$ ; 31,564; 32,902; 34,012; dan 46,613° yang sesuai dengan bidang kristal (002), (211), (300), dan (202). Di sisi lain, puncak signifikan di  $2\theta = 35,423$ ; 43,053; 53,392; 56,944; 62,516; dan 65,745° menandakan ada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> melalui bidang (220), (311), (400), dan (440). Tidak ada puncak tambahan dari fase lain seperti hematit atau maghemit, menunjukkan bahwa komposit ini memiliki kemurnian yang sangat baik.

Intensitas relatif puncak-puncak Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> lebih rendah dibandingkan HAp yang menunjukkan bahwa partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terdistribusi dengan baik di permukaan HAp. HAp berfungsi sebagai matriks untuk mendukung pembentukan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam komposit membantu sebaran partikel dan mencegah aglomerasi (Iskandar *et al.*, 2019). Metode deposisi larutan kimia tidak memengaruhi proses pembentukan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> karena kristalinitas dan struktur Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tetap terbentuk sempurna di permukaan HAp melalui mekanisme reaksi standar (Vahdat *et al.*, 2019) hydroxyapatite (HAp).

### Karakteristik Morfologi SEM-EDX

Karakterisasi morfologi permukaan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) dengan perbesaran 2000× dan tegangan 15 kV mengungkap struktur mikro sebelum dan sesudah adsorpsi ion Pb (II). Sebelum adsorpsi, permukaan komposit terlihat kasar, berpori, dan tidak teratur dengan agregat partikel halus, menunjukkan banyaknya situs aktif dan pori terbuka untuk proses adsorpsi (*Figure 3a*). Partikel HAp tampak berbentuk batang atau serat pendek, sedangkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> cenderung bulat atau sferis, membentuk struktur gabungan yang mendukung adsorpsi ion logam melalui mekanisme pertukaran ion, interaksi elektrostatik, dan koordinasi. Citra SEM setelah adsorpsi menunjukkan perubahan signifikan, yaitu permukaan menjadi lebih halus, padat, dan pori-pori sebagian tertutup oleh endapan Pb yang teradsorpsi (*Figure 3b*). Permukaan homogen

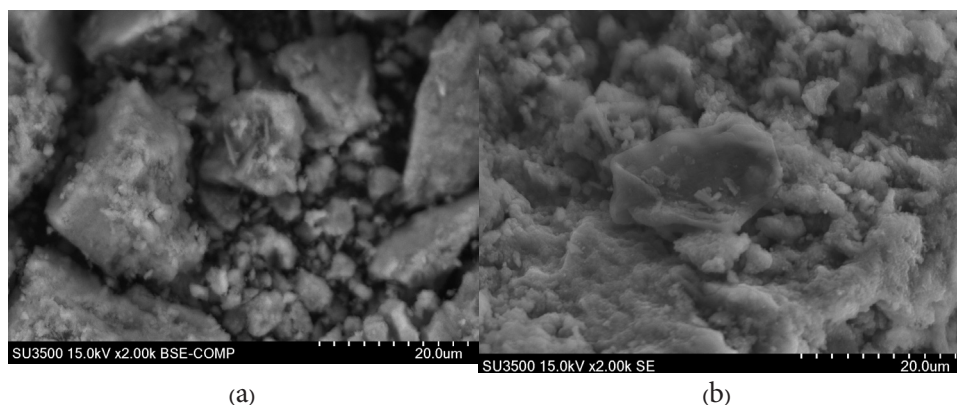


Figure 3 SEM image of HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite; a) before adsorption, b) after adsorption

Gambar 3 Citra SEM komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; a) sebelum adsorpsi b) setelah adsorpsi

dan adanya gumpalan kecil menunjukkan ikatan kuat antara ion Pb dan adsorben, menandakan terjadinya adsorpsi fisik dan kimia secara efektif. Penutupan pori ini menjelaskan penurunan efisiensi pada siklus ulang karena beberapa situs aktif menjadi tidak tersedia. Temuan ini sejalan dengan analisis BET, yang menunjukkan penurunan volume pori pasca-adsorpsi Pb, menguatkan hasil pengamatan morfologi SEM (Maslukah *et al.*, 2020).

Hasil EDX menunjukkan bahwa sampel terdiri dari unsur-unsur Ca, P, Fe, dan O, serta unsur Pb untuk sampel komposit setelah proses adsorpsi. Oksigen (O) hadir dalam jumlah 31,03%, fosfor (P) 7,86%, kalsium (Ca) 15,52%, dan besi (Fe) 45,59% untuk komposit sebelum adsorpsi. Komposisi setelah adsorpsi mengandung oksigen (O) 49,12%, fosfor (P) 5,04%, kalsium (Ca) 9,64%, besi (Fe) 30,69%, dan timbel (Pb) 5,51%. Hasil EDX menunjukkan komposisi unsur dari hidroksiapatit dan magnetit. Uji EDX menunjukkan rasio Ca/P sebesar 1,53 untuk komposit sebelum adsorpsi dan 1,25 setelah adsorpsi. Perbandingan ini menggambarkan perbedaan stoikiometri antara atom kalsium (Ca) dan fosfor (P) dalam struktur kristal hidroksiapatit. Rasio Ca/P yang didapat dari penelitian ini mendekati rasio Ca/P HAp 1,67 dari perbandingan mol antara kalsium dan fosfat yang menunjukkan bahwa senyawa yang dihasilkan adalah HAp. Rasio Ca/P pada komposit menunjukkan penurunan baik

sebelum maupun sesudah proses adsorpsi. Hal ini bisa disebabkan oleh penyerapan logam Pb ke dalam komposit, di mana ion Pb(II) yang menggantikan ion Ca(II) dalam struktur HAp karena muatan yang sama antara keduanya. Akan tetapi, ukuran ion yang mirip untuk ion Ca(II) dan Pb(II), yaitu 114 pm dan 133 pm memudahkan ion Pb(II) untuk menggantikan ion Ca(II) dalam kisi kristal tanpa menyebabkan distorsi yang berarti (Abidin *et al.*, 2020). Penambahan massa logam Pb(II) ke dalam komposit mengakibatkan peningkatan total massa komposit. Apabila tidak ada tambahan Ca atau P yang cukup untuk mengimbangi peningkatan ini, maka konsentrasi (Ca/P) akan mengalami penurunan relatif (Hariani *et al.*, 2021).

Hasil pemetaan EDX pada *Figure 4* menunjukkan distribusi unsur yang ada dalam komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. *Figure 4* menunjukkan bahwa unsur Ca dan P yang berkaitan dengan HAp serta unsur Fe dan O yang berasal dari magnetit telah tersebar secara merata dalam komposit sebelum proses adsorpsi. Warna merah dan kuning yang mewakili unsur Ca dan P, sementara warna ungu dan hijau menunjukkan keberadaan unsur Fe dan O. Hal ini mengindikasikan bahwa HAp telah terkomposit dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. *Figure 4* menunjukkan penyebaran warna jingga, adanya unsur Pb yang terikat pada komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hal ini menandakan bahwa ion Pb dapat dijerap oleh komposit tersebut.

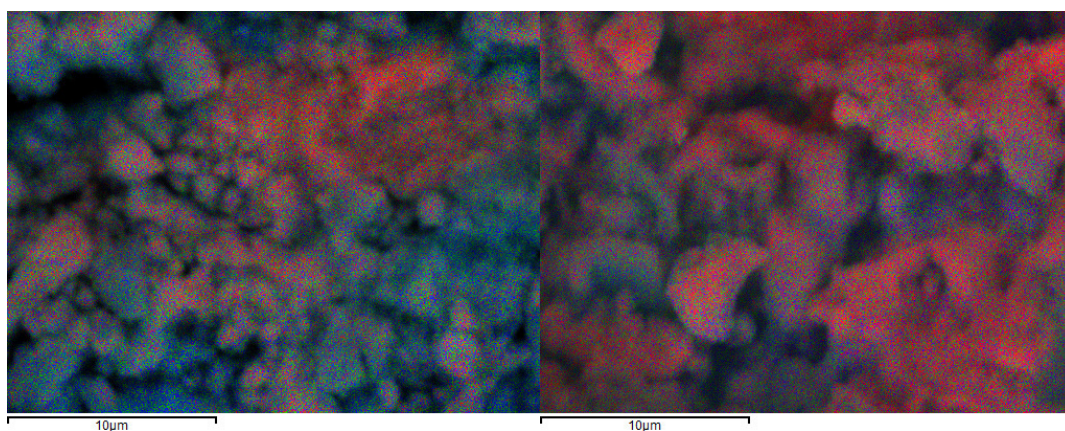


Figure 4 EDX colour images of HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite; a) before adsorption b) after adsorption

Gambar 4 Citra warna EDX komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; a) sebelum adsorpsi b) setelah adsorpsi

Table 1 BET composite HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> resultsTabel 1 Hasil BET komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

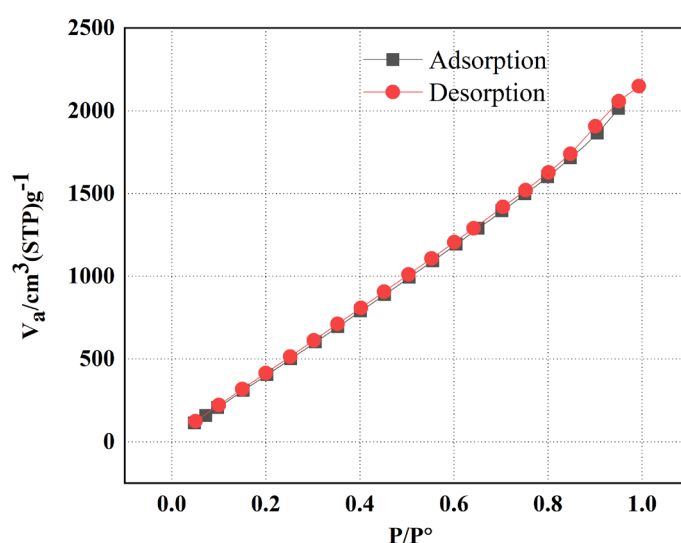
Pore size distribution of HAp-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> composite BET results	
Surface area	3.002±0.22 m <sup>2</sup> /g
Pore volume	3.323±0.53 cc/g
Average pore diameter	2.214±0.035 nm

### Karakteristik Permukaan BET Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan kinerja adsorpsi Pb(II) yang sangat tinggi karena sinergi kimia dan tekstur permukaan yang unggul sebagaimana dikonfirmasi oleh karakterisasi *brunauer-emmett-teller* (BET). *Table 1* menunjukkan luas permukaan spesifik sebesar 3002 m<sup>2</sup>/g, volume pori 3,323 cc/g, dan diameter pori rata-rata 2,214 nm. Nilai-nilai ini menandakan tersedianya ribuan situs aktif per gram material, memungkinkan interaksi pertukaran ion, elektrostatik, dan kompleksasi kimia dengan ion Pb(II) (Pranoto *et al.*, 2018). Luas permukaan yang besar juga membuktikan keberhasilan sintesis yang mencegah aglomerasi berlebih dan menghasilkan jaringan mikro mesopori stabil sehingga adsorpsi tidak hanya berlangsung di permukaan luar, tetapi juga di dinding pori bagian dalam. Volume pori besar memudahkan difusi Pb(II) ke rongga internal,

memperluas zona reaksi dan meningkatkan kapasitas total. Diameter pori 2,214 nm mengklasifikasikan material sebagai mesopori (2–50 nm) dengan dalam rentang optimal untuk logam berat karena mikropori (<2 nm) membatasi difusi, sedangkan makropori (>50 nm) akan menurunkan kekuatan ikatan (Ezzeddine *et al.*, 2025). Ukuran mesopori ini konsisten dengan waktu kontak optimum 50 menit yang lebih singkat dibanding adsorben tunggal karena jalur difusi lebar mempercepat interaksi ion permukaan (Mashentseva *et al.*, 2023).

*Figure 5* menampilkan isoterm BET adsorpsidesorpsi N<sub>2</sub> bertipe IV dengan *loop* histeresis H3, yaitu kurva sigmoidal yang terus naik tanpa *plateau* menandakan adsorpsi *multilayer* secara fisik pada celah pori. *Loop* tersebut menunjukkan pori dapat menyerap dan melepaskan gas tanpa kolaps, mengindikasikan ketahanan siklus adsorpsidesorpsi. Proses desorpsi memerlukan

Figure 5 Isothermal graph of BET adsorption and desorption of HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> compositeGambar 5 Grafik isoterm BET adsorpsi dan desorpsi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



tekanan sedikit lebih tinggi daripada adsorpsi untuk volume gas sama, menandakan energi aktivasi lebih besar bagi pelepasan molekul terperangkap, hal ini mengonfirmasi potensi regenerasi tinggi pada komposit. Dibanding HAp tunggal yang kaya akan gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dan OH<sup>-</sup> tetapi terbatas dengan luas permukaan dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tunggal yang mudah dipisahkan magnetik namun rentan aglomerasi dan komposit memadukan gugus kimia aktif HAp, stabilitas struktural Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, serta peningkatan drastis luas permukaan dan porositas (Hui *et al.*, 2021). Pengkompositan HAp dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menghasilkan kapasitas adsorpsi tinggi, difusi cepat, dan kemudahan pemisahan magnetik. Data BET juga menunjukkan struktur pori tetap stabil setelah desorpsi, memastikan banyak situs aktif dapat digunakan ulang tanpa penurunan signifikan. Secara keseluruhan, karakteristik tekstur ekstrem (3002 m<sup>2</sup>/g, 3,323 cc/g, 2,214 nm) serta profil isoterm tipe IV dengan histeresis H3 memperkuat kesimpulan bahwa peningkatan kinerja komposit bukan hanya disebabkan aspek kimia, tetapi juga arsitektur mikronano yang efisien. Oleh karena itu, komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> layak diprioritaskan sebagai adsorben utama dalam pengolahan limbah logam berat karena efisiensi tinggi, regenerasi mudah, dan stabilitas struktur untuk pemakaian berulang.

### Optimasi Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai Adsorben Ion Logam Pb(II)

Perubahan pH larutan sangat memengaruhi efisiensi adsorpsi ion Pb(II) karena memengaruhi bentuk spesiasi ion, muatan permukaan adsorben, serta ketersediaan situs aktif (Anggraini *et al.*, 2022). Penelitian ini menguji pengaruh pH 3–9 terhadap adsorpsi Pb<sup>2+</sup> menggunakan adsorben HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, pada pH 3 efisiensi penjerapan rendah dengan HAp 98,68%; Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 97,91%; dan komposit 98,95% karena adanya kompetisi ion H<sup>+</sup> dan protonasi gugus fungsional yang menyebabkan tolakan elektrostatis. Efisiensi meningkat seiring meningkatnya pH dengan pada pH 6 nilai optimal yang menghasilkan muatan negatif maksimum pada permukaan adsorben memperkuat daya tarik elektrostatis

terhadap Pb(II) (Cao *et al.*, 2025). Kondisi pH 6, HAp menunjukkan efisiensi 99,06%, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 98,12%, dan komposit mencapai tertinggi 99,36% pada pH ini efisiensi tinggi karena adanya sinergi gugus fungsional OH<sup>-</sup> dan PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dari HAp serta Fe-OH dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. *Figure 6a* menunjukkan bahwa di atas pH 6 efisiensi menurun akibat Pb(II) cenderung membentuk endapan Pb(OH)<sub>2</sub>, mengakibatkan jumlah ion Pb(II) yang bebas di dalam larutan berkurang. Oleh karena itu, pH 6 merupakan kondisi optimum karena pada pH ini Pb(II) masih stabil dalam bentuk ion bebas dan permukaan adsorben lebih bermuatan negatif memfasilitasi interaksi elektrostatis yang efektif (Vahdat *et al.*, 2019).

Waktu kontak merupakan parameter penting dalam adsorpsi logam karena memengaruhi laju reaksi dan titik keseimbangan sistem (Naat *et al.*, 2021). Penelitian ini mengkaji pengaruh variasi waktu (10–60 menit) terhadap efisiensi adsorpsi Pb<sup>2+</sup> menggunakan adsorben HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. *Figure 6b* menunjukkan bahwa efisiensi meningkat seiring waktu dan mencapai keseimbangan optimal pada menit ke-50. Proses adsorpsi pada menit ke-10, didominasi oleh difusi eksternal, dengan efisiensi HAp 98,44%, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 94,02%, dan komposit 99,81%. Tingginya efisiensi awal komposit menunjukkan sinergi antara HAp (situs aktif tinggi, ΔG° rendah) dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (peningkatan luas permukaan dan dispersi ion). Rentang waktu 20–40 menit menunjukkan dominasi proses difusi internal yang meningkatkan efisiensi adsorpsi menjadi 99,26% untuk HAp, 95,33% untuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan 99,90% untuk komposit. Waktu adsorpsi pada menit ke-50, efisiensi adsorpsi mencapai nilai maksimum dan merupakan titik keseimbangan optimal yang menghasilkan efisiensi adsorpsi tinggi, yaitu 99,32% untuk HAp, 96,51% untuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan 99,91% untuk komposit. Menit ke-60 menunjukkan stagnasi atau penurunan kecil, kemungkinan akibat desorpsi atau aglomerasi partikel (Neolaka *et al.*, 2019). Komposit tetap stabil di atas 99%, menunjukkan efektivitas jangka panjangnya (Iconaru *et al.*, 2018).

Optimasi suhu (15–60°C) menunjukkan bahwa adsorpsi Pb(II) pada HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan

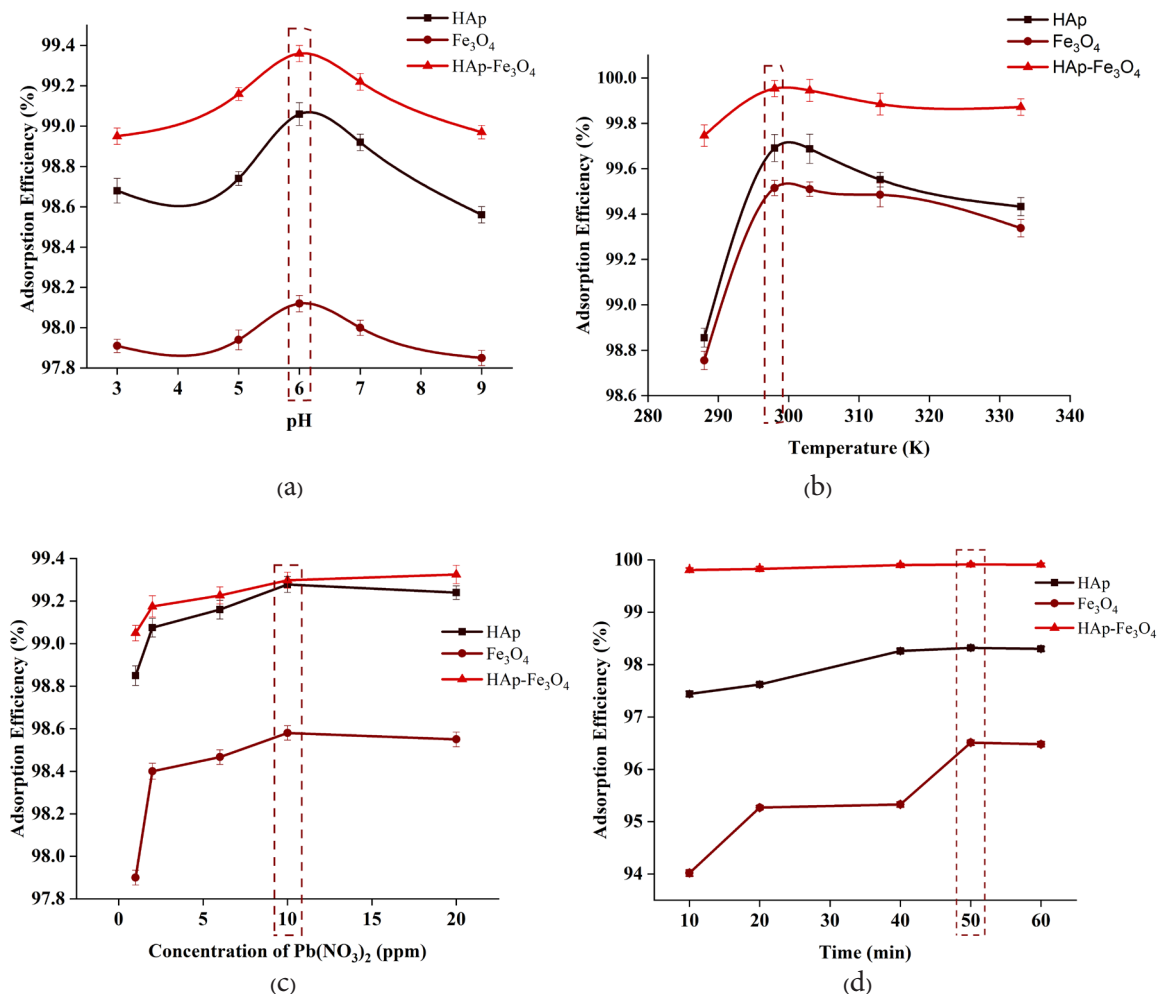


Figure 6 Optimization of Pb(II) ion adsorption; a) effect of pH b) effect of time c) effect of temperature d) effect of concentration

Gambar 6 Optimasi adsorpsi ion Pb(II); a) pengaruh pH b) pengaruh waktu c) pengaruh suhu d) pengaruh konsentrasi

komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> bersifat eksotermik, dengan suhu optimum pada 25°C (Figure 6c). Pada suhu tersebut, efisiensi adsorpsi maksimum tercapai HAp 99,69 %, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 99,52 %, dan komposit 99,95 % (Mashentseva *et al.*, 2023). Proses adsorpsi pada suhu 15 °C efisiensi menurun karena difusi lambat dan kekakuan matriks air hal ini dapat terlihat pada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang luas permukaannya lebih kecil. Kenaikan suhu di atas 25°C menurunkan efisiensi bertahap menegaskan sifat eksotermik dengan energi kinetik lebih tinggi melemahkan ikatan Pb(II) situs aktif dan memicu desorpsi (Rahman & Sedyadi, 2022). Penurunan paling lambat terjadi pada komposit, mengindikasikan stabilitas termal

superior serta sinergi gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dan OH<sup>-</sup> pada HAp dengan Fe-O pada magnetit dan jaringan pori teratur yang memfasilitasi difusi. Proses adsorpsi pada suhu 60°C efisiensi turun dengan HAp 96,02 %, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 94,11 %, komposit 98,37 %, menandakan desorpsi lebih besar dan terjadinya gangguan permukaan (Neolaka *et al.*, 2019). Parameter termodinamika  $\Delta H^\circ < 0$  mendukung sifat eksotermik dan menunjukkan ikatan Pb(II) dengan adsorben sebagian ireversibel.

Variasi konsentrasi awal Pb(II) (1–20 ppm) menunjukkan pengaruh signifikan terhadap efisiensi dan kapasitas adsorpsi HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Peningkatan konsentrasi hingga 10 ppm



meningkatkan jumlah ion teradsorpsi, namun efisiensi menurun pada 20 ppm karena kejenuhan permukaan adsorben (*Figure 6d*). Efisiensi tertinggi tercapai pada 10 ppm HAp 99,28 %, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 98,58 %, dan komposit 99,30 %. Konsentrasi rendah (1–2 ppm), semua ion Pb<sup>2+</sup> dapat berikatan tanpa kompetisi, namun kapasitas adsorpsi per satuan massa masih rendah (Abiodun *et al.*, 2023). Konsentrasi Pb(II) yang meningkat menyebabkan banyak ion Pb(II) yang bersaing untuk situs aktif, menguji performa adsorben terkait luas permukaan dan kekuatan ikatan. Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan kinerja unggul karena sinergi gugus aktif PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dan OH<sup>-</sup> melalui mekanisme kompleksasi permukaan serta interaksi elektrostatis dan sifat magnetik dan stabilitas pori dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Proses adsorpsi pada konsentrasi 20 ppm, kejenuhan permukaan menyebabkan penurunan efisiensi, paling nyata pada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Komposit tetap mempertahankan efisiensi tinggi, menunjukkan ketahanan superior. Optimalisasi konsentrasi ini mendukung desain sistem pengolahan limbah yang efisien, dengan 10 ppm sebagai kondisi ideal (Abidin *et al.*, 2020).

### Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi memberikan pemahaman penting tentang mekanisme dan laju penjerapan ion logam. Waktu kontak antara adsorben dan ion Pb(II) divariasikan (10–60 menit) pada tiga adsorben, yaitu HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hasil menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi meningkat signifikan hingga mencapai titik optimum pada 50 menit setelah itu mendekati keadaan setimbang. Tahap awal adsorpsi, mekanisme yang dominan adalah difusi eksternal, yaitu perpindahan ion logam Pb(II) dari larutan ke permukaan luar partikel adsorben (Wulandari *et al.*, 2018). Proses ini terjadi karena adanya perbedaan konsentrasi antara ion logam di dalam larutan dengan permukaan adsorben sehingga ion Pb(II) terdorong bergerak melalui lapisan film cair yang mengelilingi partikel adsorben. Kondisi awal kontak, gradien konsentrasi sangat tinggi sehingga laju perpindahan ion ke permukaan adsorben berlangsung cepat.

Hal ini menjelaskan mengapa pada waktu kontak yang lebih singkat terlihat adanya peningkatan yang drastis dalam kapasitas adsorpsi, namun setelah sebagian besar situs aktif pada permukaan luar terisi, gradien konsentrasi mulai menurun dan laju adsorpsi menjadi lebih lambat (Rahman & Sedyadi, 2022). Tahap selanjutnya, ion logam harus berdifusi lebih jauh menuju pori-pori dalam adsorben (difusi internal) yang membutuhkan waktu lebih panjang. Dengan demikian, difusi eksternal berperan penting dalam menentukan kecepatan awal adsorpsi serta efisiensi penggunaan waktu kontak pada fase awal proses.

Model orde nol tidak cocok karena grafik tidak linear, menandakan laju adsorpsi bergantung pada konsentrasi. Analisis lebih lanjut menggunakan model *pseudo-first-order* (PFO) dan *pseudo-second-order* (PSO) dilakukan untuk menentukan mekanisme kinetika yang dominan. Model kinetika *pseudo-first-order* dan *pseudo-second order* digunakan untuk memahami mekanisme serta kecepatan adsorpsi ion logam Pb(II) pada permukaan adsorben. Model PFO didasarkan pada asumsi bahwa laju adsorpsi sebanding dengan jumlah situs aktif yang belum terisi (Vahdat *et al.*, 2019). Mekanisme ini lebih merepresentasikan proses fisik, seperti gaya van der Waals atau interaksi elektrostatis lemah. Kurva biasanya menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi teoretis ( $q_e$ ) yang dihitung berbeda signifikan dari nilai eksperimen.

*Table 2* menunjukkan bahwa nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) dan kapasitas adsorpsi teoretis ( $q_e$ , cal) lebih baik pada model PSO untuk semua adsorben. Hal ini menunjukkan bahwa mekanisme adsorpsi lebih cocok dijelaskan melalui PSO yang mengindikasikan keterlibatan ikatan kimia melalui mekanisme adsorpsi kimia dalam proses penjerapan. Model PSO menyatakan bahwa laju adsorpsi bergantung pada kuadrat jumlah situs aktif yang belum terisi. Tahap awal (10–20 menit), terjadi peningkatan tajam adsorpsi akibat perbedaan konsentrasi tinggi antara larutan dan permukaan adsorben. Setelah mendekati waktu 50 menit, sebagian besar situs aktif telah terisi sehingga laju adsorpsi melambat hingga tercapai

Table 2 The adsorption kinetics parameters of HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites adsorbentTabel 2 Parameter kinetika adsorpsi adsorben HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Adsorbent	Pseudo first-order reaction		Pseudo second-order reaction	
HAp	q <sub>e,exp</sub> (mg/g)	24.7919	q <sub>e,exp</sub> (mg/g)	24.7919
	q <sub>e,cal</sub> (mg/g)	6.6871	q <sub>e,cal</sub> (mg/g)	24.9087
	K <sub>1</sub> (1/min)	0.0778	K <sub>2</sub> (1/min)	0.0627
	R <sup>2</sup>	0.7921	R <sup>2</sup>	0.9998
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	q <sub>e,exp</sub> (mg/g)	24.1275	q <sub>e,exp</sub> (mg/g)	24.1275
	q <sub>e,cal</sub> (mg/g)	7.1016	q <sub>e,cal</sub> (mg/g)	23.7993
	K <sub>1</sub> (1/min)	0.0479	K <sub>2</sub> (1/min)	0.0495
	R <sup>2</sup>	0.6762	R <sup>2</sup>	0.9996
HAp-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	q <sub>e,exp</sub> (mg/g)	25.1464	q <sub>e,exp</sub> (mg/g)	25.1464
	q <sub>e,cal</sub> (mg/g)	1.2925	q <sub>e,cal</sub> (mg/g)	25.1107
	K <sub>1</sub> (1/min)	0.0728	K <sub>2</sub> (1/min)	2.3383
	R <sup>2</sup>	0.4626	R <sup>2</sup>	1

keseimbangan. Hal ini menegaskan bahwa Pb<sup>2+</sup> berikatan kuat melalui interaksi elektrostatik, pertukaran ion, atau pembentukan kompleks dengan gugus -OH dan PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> pada HAp serta permukaan negatif Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan keunggulan sinergis, seperti peningkatan jumlah situs aktif, struktur mikronanopori yang memfasilitasi difusi, serta sifat magnetik yang memudahkan dalam proses pemisahan. Nilai q<sub>e,exp</sub> sebesar 25,1464 mg/g sangat mendekati q<sub>e,cal</sub> dari model PSO dan jauh lebih tinggi dari model PFO. Hal ini mengonfirmasi bahwa adsorpsi melibatkan ikatan kimia yang kuat dan kompleks. Oleh karena itu, model PSO paling tepat menggambarkan proses kinetika adsorpsi ion Pb(II) pada komposit ini, menunjukkan potensi besar untuk aplikasi pengolahan limbah logam berat.

### Termodinamika Adsorpsi

Studi termodinamika memberikan pemahaman mendasar tentang mekanisme adsorpsi Pb(II) pada hidroksiapatit (HAp), magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Parameter energi bebas Gibbs ( $\Delta G^\circ$ ), entalpi ( $\Delta H^\circ$ ), dan entropi ( $\Delta S^\circ$ ) dihitung pada beberapa suhu seperti pada Table 3. Semua adsorben memperlihatkan  $\Delta G^\circ$  negatif, yaitu HAp -2,107 kJ/mol, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> -2,324 kJ/mol, dan

komposit -2,132 kJ/mol, menandakan proses berlangsung spontan tanpa energi eksternal. Besarnya  $\Delta G^\circ$ , yaitu <-40 kJ/mol berada di domain fisorpsi sehingga ikatan didominasi gaya elektrostatik atau van der Waals, bukan kovalen. Adsorben HAp menghasilkan nilai  $\Delta H^\circ$  -0,088 kJ/mol mengindikasikan adsorpsi eksoterm dengan energi panas dilepas ketika Pb(II) berinteraksi dengan gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dan OH<sup>-</sup> melalui pertukaran ion (Salsabila *et al.*, 2023).  $\Delta S^\circ$  positif 7,07 J/mol.K menunjukkan peningkatan ketidakteraturan akibat pelepasan molekul air terhidrasi dari ion Pb(II).

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan nilai  $\Delta H^\circ$  +0,073 kJ mol<sup>-1</sup> (endoterm) namun tetap spontan ( $\Delta G^\circ < 0$ ). Energi panas lingkungan diperlukan untuk memutuskan air terikat atau mengaktifkan situs permukaan, sedangkan  $\Delta S^\circ$  tinggi pada nilai 7,80 J/mol.K mendominasi pendorong termodinamika. Hal ini menegaskan adsorpsi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> bersifat entropi *driven* dengan semakin tinggi suhu, maka semakin besar difusi dan mobilitas ion (Alfiah *et al.*, 2017). Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan hasil paling baik dengan  $\Delta H^\circ$  -0,131 kJ/mol (eksoterm) lebih besar secara absolut dari HAp, menandakan interaksi ionik dan kompleksasi permukaan lebih kuat akibat sinergi gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, OH<sup>-</sup>,

Table 3 Thermodynamics parameters adsorption of HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites adsorbentTabel 3 Parameter termodinamika adsorpsi adsorben HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Adsorbent	Temperature(K)	$\Delta G^\circ$ (kJ/mol)	$\Delta S^\circ$ (kJ/mol)	$\Delta H^\circ$ (J/mol.K)
HAp	288	-2.0364	7.0704	-0.0882
	298	-2.1071		
	303	-2.1424		
	313	-2.2131		
	333	-2.3545		
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	288	-2.2459	7.7985	0.0726
	298	-2.3239		
	303	-2.3629		
	313	-2.4409		
	333	-2.5968		
HAp-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	288	-2.0608	7.1551	-0.1311
	298	-2.1324		
	303	-2.1681		
	313	-2.2397		
	333	-2.3828		

dan permukaan bermuatan Fe–O. Nilai  $\Delta S^\circ$  7,16 J/mol.K menunjukkan adanya pelepasan air terhidrasi dan reorganisasi permukaan saat banyak situs aktif bersinergi.

Komposit HAp–Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menawarkan kinerja terbaik karena spontanitas, eksotermisitas, dan peningkatan entropi sekaligus, serta nilai  $|\Delta H^\circ| < 40$  kJ/mol yang mengindikasikan bahwa proses adsorpsi bersifat fisisorpsi selektif, tetapi cukup kuat untuk efisiensi tinggi dan regenerasi mudah. Temuan ini menegaskan potensi komposit sebagai adsorben hemat energi, ramah lingkungan, dan berkelanjutan untuk pemurnian air limbah logam berat. Entropi positif ( $\Delta S^\circ > 0$ ) pada proses adsorpsi menunjukkan adanya peningkatan ketidakteraturan sistem yang umumnya disebabkan oleh pelepasan molekul air terhidrasi atau ion lain dari permukaan adsorben maupun dari kompleks logam terlarut (Neolaka *et al.*, 2019). Ketika ion logam berat teradsorpsi, molekul pelarut yang semula terikat kuat akan dilepaskan ke dalam larutan sehingga jumlah keadaan mikroskopis sistem meningkat dan menghasilkan kenaikan entropi (Vahdat *et al.*, 2019). Fenomena ini

penting dalam konteks adsorpsi logam berat karena menunjukkan bahwa proses adsorpsi tidak hanya dikendalikan oleh interaksi energi bebas Gibbs, tetapi juga oleh kontribusi entropi yang mendukung spontanitas reaksi. Peningkatan ketidakteraturan sistem dapat memperkuat kestabilan kompleks adsorbat dan adsorben sehingga mempermudah ion logam untuk menempel pada permukaan aktif.

### Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi menggambarkan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi Pb<sup>2+</sup> terlarut dan jumlah yang terikat pada permukaan padat. Dua model umum yaitu isoterm Langmuir (lapisan tunggal, permukaan homogen) dan Freundlich (*multilayer*, permukaan heterogen) paling umum digunakan untuk menguji perilaku tiga adsorben HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp–Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Rochmah *et al.*, 2017). Parameter pada *Table 4* menunjukkan bahwa nilai konstanta negatif yang diperoleh dari pemodelan isoterm Langmuir pada penelitian ini mengindikasikan bahwa asumsi dasar



Table 4 Isotherms parameters adsorption of HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites adsorbent  
Tabel 4 Parameter isoterm adsorpsi adsorben HAp, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Models	Parameters	HAp	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	HAp-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
Langmuir	$q_m$ (mg/g)	-142.0255	-83.5464	-5544.3990
	$K_L$ (L/mg)	-1.8291	-1.6963	-0.0569
	$R^2$	0.9814	0.9719	0.9909
	$R_L$	-0.0578	-0.0626	2.3208
Freundlich	$1/n$	0.9911	0.9717	0.9602
	$K_F$ (mg/g.L/mg) <sup>1/n</sup>	269.8234	147.2425	271.1911
	0.9856	0.9856	0.9776	0.9921

Langmuir, yaitu permukaan homogen dengan adsorpsi *monolayer*, tidak sesuai untuk sistem ini. Oleh karena itu, interpretasi difokuskan pada model Freundlich yang memberikan nilai konstanta positif dan kesesuaian data yang lebih baik, merepresentasikan karakter permukaan heterogen serta mekanisme *multilayer*. Dengan demikian, model Freundlich merupakan representasi paling tepat untuk menggambarkan perilaku adsorpsi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Hasil isoterm Freundlich HAp menunjukkan nilai  $1/n$  0,9911 dan  $K_F$  269,82. Nilai  $1/n$  yang bernilai ( $0 < 1/n < 1$ ) menandakan adsorpsi menguntungkan dengan nilai yang mendekati 1 menunjukkan kenaikan konsentrasi Pb(II) tidak cepat menjenuhkan permukaan. Kapasitas tinggi dikaitkan dengan gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dan OH<sup>-</sup> yang mendorong pertukaran ion dan kompleksasi. Hasil Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan nilai  $1/n$  0,9717 dan  $K_F$  147,24. Nilai  $1/n$  masih menunjukkan adsorpsi *favorable*, tetapi  $K_F$  lebih rendah mengindikasikan keterbatasan kapasitas dan mungkin terjadi karena akibat dari jumlah situs aktif yang lebih sedikit. Kelebihan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terletak pada kemudahan separasi magnetik (Rahman & Sedyadi, 2022). Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menghasilkan nilai  $1/n$  0,9602 dan  $K_F$  271,19. Nilai  $1/n$  kecil mencerminkan heterogenitas energi adsorpsi yang semakin besar dan interaksi Pb<sup>2+</sup> lebih kuat, kemudian untuk nilai  $K_F$  yang tinggi menunjukkan kapasitas yang sangat besar. Peningkatan ini merupakan hasil sinergi gugus aktif Ca(II), fosfat, dan hidroksi pada HAp serta Fe-O dan peningkatan porositas yang terverifikasi

oleh hasil BET yang memfasilitasi adsorpsi multilapis dan difusi cepat kemampuan ion Pb(II) bergerak dari larutan menuju permukaan dan ke dalam pori adsorben. Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki struktur mesopori dengan diameter sekitar 2–3 nm serta luas permukaan tinggi memungkinkan difusivitas ion Pb(II) meningkat karena jalur transportasi lebih terbuka. Hal ini sejalan dengan hasil kinetika yang menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi meningkat tajam pada waktu kontak awal (10–20 menit) akibat dominasi difusi eksternal, kemudian melambat mendekati 50 menit saat difusi internal menjadi faktor pembatas (Wijayanti & Kurniawati, 2019).

Penurunan  $1/n$  dari 0,99 (HAp) menjadi 0,96 (komposit) menunjukkan energi adsorpsi lebih bervariasi, mendukung mekanisme *multilayer* dengan gaya van der Waals yang dominan. Besarnya nilai  $K_F$  pada komposit menandakan distribusi situs aktif lebih luas dan afinitas lebih besar terhadap Pb(II), sejalan dengan karakteristik BET yang menunjukkan mesopori dan luas permukaan sangat besar. Analisis menggunakan model Langmuir menunjukkan konstanta negatif yang menegaskan bahwa asumsi lapisan tunggal tidak berlaku karena permukaan adsorben tidak seragam, kapasitas maksimum tidak tercapai dalam satu lapisan, dan terdapat interaksi signifikan antar adsorbat. Oleh sebab itu, model Freundlich merupakan representasi paling akurat untuk ketiga adsorben, dengan komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan kinerja adsorpsi superior berkat sinergi kimia dan tekstur permukaan yang optimal (Salsabila *et al.*, 2023).

## Hubungan Kinetika, Termodinamika, dan Isoterm Adsorpsi

Hasil penelitian terhadap kinetika adsorpsi menunjukkan bahwa model *pseudo-second-order* (PSO) memberikan kesesuaian terbaik dengan nilai  $R^2$  yang tinggi dan kedekatan antara kapasitas adsorpsi teoretis ( $q_e, \text{cal}$ ) dan eksperimental ( $q_e, \text{exp}$ ). Secara umum, model PSO sering diasosiasikan dengan adsorpsi kimia karena mengimplikasikan keterlibatan ikatan kimia, namun kesesuaian model PSO tidak secara otomatis menjadi bukti telah terjadinya adsorpsi secara kimia, melainkan hanya representasi matematis dari mekanisme laju adsorpsi. Dengan demikian, interpretasi model kinetika perlu dikaitkan dengan data termodinamika dan isoterm agar diperoleh gambaran mekanisme yang lebih komprehensif.

Analisis termodinamika mendukung bahwa adsorpsi berlangsung spontan ( $\Delta G^\circ < 0$ ), eksotermik ( $\Delta H^\circ < 0$ ), dan disertai peningkatan ketidakteraturan sistem ( $\Delta S^\circ > 0$ ). Akan tetapi, nilai  $\Delta H^\circ$  yang sangat rendah ( $< 1$  kJ/mol) jauh di bawah kisaran adsorpsi kimia (40–400 kJ/mol) sehingga lebih tepat dihubungkan dengan interaksi adsorpsi fisik, seperti gaya elektrostatis, interaksi van der Waals, atau pertukaran ion lemah (Neolaka *et al.*, 2019). Rendahnya nilai  $\Delta H^\circ$  juga konsisten dengan kemungkinan energi aktivasi ( $E_a$ ) yang kecil sehingga ikatan yang terbentuk bersifat lemah, reversibel, dan dapat mendukung proses regenerasi adsorben. Hal ini menegaskan bahwa meskipun kinetika menunjukkan pola

kesesuaian PSO, mekanisme ikatan yang dominan tetap bersifat fisik.

Pendekatan isoterm semakin memperkuat kesimpulan ini. Data adsorpsi lebih sesuai dengan model Freundlich dibanding Langmuir yang mengindikasikan permukaan adsorben bersifat heterogen dengan proses *multilayer* (Wijayanti & Kurniawati, 2019). Hasil ini konsisten dengan mekanisme adsorpsi fisik karena adsorpsi fisik cenderung melibatkan interaksi berlapis pada permukaan dengan energi adsorpsi yang bervariasi. Sebaliknya, model Langmuir menghasilkan konstanta negatif yang tidak bermakna secara fisika sehingga tidak dapat dijadikan dasar interpretasi. Hasil integrasi data kinetika, termodinamika, dan isoterm menunjukkan bahwa proses adsorpsi Pb(II) oleh komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> didominasi oleh mekanisme adsorpsi fisik meskipun interaksi ionik lemah tetap mungkin berkontribusi terhadap kestabilan ikatan.

## Aplikasi Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada Limbah Bekas Akumulator

Komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terbukti sangat efektif sebagai adsorben Pb(II) pada limbah aki. Hasil lima ulangan menunjukkan bahwa kadar Pb(II) turun dari 2,28 ppm menjadi 0,0168 ppm dengan efisiensi rata-rata 99,23% (Table 5). Pencapaian ini melampaui ambang baku mutu air limbah, Permen LHK 0,3 ppm dan nyaris mencapai standar EPA 0,015 ppm, menandakan potensi aplikatif skala industri. Keberhasilan dikaitkan dengan tekstur

Table 5 Adsorption efficiency of HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite against Pb metal in the waste accumulator

Tabel 5 Efisiensi adsorpsi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap logam Pb pada limbah akumulator

pH	Time (min)	Temperature (°C)	Initial concentration (ppm) (n = 5)	Final concentration (ppm) (n = 5)	Difference (ppm)	Adsorption efficiency (%)
6	50	25	2.28	0.0158	2.2642	99.31
			2.28	0.0172	2.2628	99.25
			2.28	0.0147	2.2653	99.36
			2.28	0.0182	2.2618	99.20
			2.28	0.0180	2.2620	99.21
			Average	0.0168±0.0015		99.26±0.0657





permukaan yang menghasilkan luas spesifik 3.002 m<sup>2</sup>/g, volume pori 3,323 cc/g, dan diameter 2,214 nm (mesopori) berdasarkan hasil BET. Parameter ini menyediakan situs aktif melimpah serta jalur difusi cepat, sesuai isoterm Freundlich *multilayer* pada permukaan heterogen dan didukung *loop* histeresis H3 pada isoterm N<sub>2</sub>, menandakan pori celah stabil. Optimasi pH menunjukkan kinerja puncak pada pH 6, sedangkan waktu kontak optimum 50 menit menghasilkan q<sub>e</sub> maksimum dengan di atas rentang tersebut efisiensi menurun akibat terbentuknya Pb(OH)<sub>2</sub>.

Secara termodinamika, adsorpsi pada komposit bersifat spontan dan eksoterm ( $\Delta G^\circ = -2,132$  kJ/mol dan  $\Delta H^\circ = -0,131$  kJ/mol) dengan  $\Delta S^\circ$  positif 7,155 J/mol.K, menunjukkan pelepasan molekul air terhidrasi dan peningkatan ketidakteraturan sistem. Kombinasi energi bebas negatif dan entalpi kecil menegaskan mekanisme fisorpsi kuat yang memungkinkan regenerasi. Dibanding adsorben tunggal, kapasitas komposit 1,9 kali lebih tinggi dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan sedikit melampaui HAp, mencerminkan sinergi kimia dan magnetik. Uji siklus mengonfirmasi ketahanan dengan struktur pori tetap terjaga setelah adsorpsidesorpsi, dan efisiensi konsisten di atas 99%. Stabilitas ini dipandu sifat magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, memudahkan pemisahan adsorben tanpa flokulan tambahan sehingga menurunkan biaya operasi. Integrasi data isoterm, kinetika, BET, dan termodinamika memperlihatkan bahwa komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menawarkan kapasitas tinggi, laju cepat, operasi suhu ruang, serta regenerasi mudah. Dengan performa yang memenuhi dan, bahkan melewati regulasi Pb limbah cair, material ini layak diimplementasikan dalam sistem penjernihan industri sebagai solusi ekonomis dan berkelanjutan.

Aplikasi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada limbah aki menunjukkan kinerja adsorpsi Pb (II) yang sangat tinggi dengan penurunan konsentrasi dari 2,28 ppm menjadi 0,017 ppm dan efisiensi mencapai 99,23%. Hasil ini menegaskan bahwa material mampu mengikat ion Pb(II) secara efektif meskipun matriks limbah mengandung berbagai

komponen lain yang berpotensi mengganggu. Dari sisi regenerasi, tingginya efisiensi pada siklus pertama membuka peluang besar untuk penggunaan ulang material. Potensi regenerasi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dijelaskan dari hasil karakterisasi BET yang menunjukkan luas permukaan spesifik sangat tinggi (>3.000 m<sup>2</sup>/g), volume pori besar (3,3 cc/g), dan diameter pori rata-rata dalam kisaran mesopori ( $\pm 2,2$  nm). Karakteristik ini memungkinkan proses adsorpsi-desorpsi berlangsung berulang karena jumlah situs aktif dan jalur difusi yang tersedia sangat melimpah. Dengan demikian, data BET mendukung bahwa komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki struktur pori yang stabil dan mampu mempertahankan performa adsorpsi dalam regenerasi jangka panjang, asalkan prosedur desorpsi dilakukan dengan hati-hati agar tidak merusak kerangka HAp maupun fase Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Pemaksimalan kinerja akhir dari bahan penjerap dalam proses penjerapan logam Pb(II) menunjukkan bahwa komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> adalah penjerap yang paling efektif jika dibandingkan dengan HAp dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara terpisah. Hasil penelitian menunjukkan bahwa efisiensi penjerapan tertinggi yang dicapai oleh komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari cangkang tutup sebesar 99,26% dalam kondisi pH optimal 6, waktu kontak selama 50 menit, suhu 25°C, serta konsentrasi awal Pb<sup>2+</sup> pada 10 ppm dengan 5 kali ulangan. Hasil efisinesi adsorpsi dari penelitian-penelitian sebelumnya dan hasil dari penelitian ini dapat dilihat pada *Table 6*.

Penelitian ini berfokus pada adsorpsi ion Pb(II), namun dalam konteks aplikasi nyata pada limbah industri, keberadaan ion logam lain seperti Zn(II), Cu(II), dan Cd(II) tidak dapat diabaikan (Amalia *et al.*, 2022). Ion-ion tersebut berpotensi menimbulkan interferensi karena dapat bersaing menempati situs aktif melalui mekanisme pertukaran ion maupun interaksi elektrostatik sehingga dapat memengaruhi kapasitas adsorpsi Pb(II) secara signifikan. Iskandar *et al.* (2019) melaporkan bahwa hidroksiapatit dan material berbasis magnetit memiliki afinitas berbeda terhadap berbagai logam, sehingga selektivitas menjadi faktor penting yang harus

Table 6 Comparison of the adsorption efficiency (%) of HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites from various hydroxyapatite sources against Pb metal ions

Tabel 6 Perbandingan % efisiensi adsorpsi komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari berbagai sumber hidroksiapatit terhadap ion logam Pb

HAp Sources	Efficiency (%)	Source
Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O (commercial)	89.00	Hui <i>et al.</i> 2021
Chicken bone	95.74	Vahdat <i>et al.</i> 2019
Cow bone	74.20	Salsabila <i>et al.</i> 2023
Tutut snail shells	99.26	This study

dievaluasi. Oleh karena itu, kajian lebih lanjut mengenai kompetisi ion logam dalam sistem multikomponen diperlukan agar efektivitas komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dipastikan dalam kondisi limbah industri yang kompleks.

## KESIMPULAN

Penelitian ini telah menentukan kondisi optimum pH, waktu, suhu, dan konsentrasi awal komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berbasis cangkang tutut dengan efisiensi adsorpsi yang tinggi. Komposit terbukti memiliki efektivitas adsorpsi Pb(II) yang lebih baik dibandingkan HAp dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tunggal. Analisis kinetika menunjukkan kesesuaian dengan model orde dua semu, sedangkan parameter termodinamika mengindikasikan proses adsorpsi berlangsung spontan dan bersifat eksoterm. Penelitian ini menegaskan bahwa komposit HAp-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berpotensi menjadi material adsorben ramah lingkungan dan berkelanjutan untuk pengolahan limbah logam berat, khususnya dari limbah akumulator.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Kegiatan ini didukung oleh Direktorat Jenderal Penelitian dan Pengembangan, Kementerian Pendidikan Tinggi dan Teknologi, melalui Kontrak Pelaksanaan Program Penelitian Tahun Anggaran 2025 Nomor 006/C3/DT.05.00/PL/2025. Para penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Anorganik, Departemen Kimia, IPB University, atas penyediaan fasilitas penelitian dan bantuan teknis selama tahap sintesis, analisis, dan pengolahan data. Ucapan terima kasih

juga disampaikan kepada Laboratorium Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Samaun Samadikun, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), atas kontribusinya dalam karakterisasi dan pengujian sampel yang secara signifikan mendukung integritas dan kelengkapan data penelitian.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abidin, N. H. Z., Sambudi, N. S., & Kamal, N. A. (2020). Composite of hydroxyapatite-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> for the adsorption of methylene blue. *ASEAN Journal of Chemical Engineering*, 20(2), 140–153. <https://doi.org/10.22146/ajche.55015>
- Abiodun, O. A. O., Oluwaseun, O., Oladayo, O. K., Abayomi, O., George, A. A., Opatola, E., Orah, R. F., Isukuru, E. J., Ede, I. C., Oluwayomi, O. T., Okolie, J. A., & Omotayo, I. A. (2023). Remediation of heavy metals using biomass-based adsorbents: adsorption kinetics and isotherm models. *Clean Technologies*, 5(3), 934–960. <https://doi.org/10.3390/cleantechnol5030047>
- Akbar, A. F., 'Aini, F. Q., Nugroho, B., & Cahyaningrum, S. E. (2021). Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit tulang ikan baung (*Hemibagrus nemurus sp.*) sebagai kandidat implan tulang. *Jurnal Kimia Riset*, 6(2), 93–101. <https://doi.org/10.20473/jkr.v6i2.30695>
- Alfiah, M. N., Hartini, S., & Cahyanti, M. N. (2017). Pemodelan matematika dan sifat termodinamika isoterm sorpsi air tepung singkong terfermentasi angkak. *Jurnal Penelitian Kimia*, 13(1), 29–40.
- Amalia, V., Nisa, A. R., & Hadisantoso, E.



- P. (2022). Tinjauan nanokomposit hidroksiapatit / Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai adsorben logam berat pada air. *Gunung Djati Conference Series*, 7(2022), 8–24.
- Anggraini, N., Agustina, T. E., & Hadiah, F. (2022). Pengaruh pH dalam pengolahan air limbah laboratorium dengan metode adsorpsi untuk penurunan kadar logam berat Pb, Cu, dan Cd. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 20(2), 345–355. <https://doi.org/10.14710/jil.20.2.345-355>
- Arifiadi, F. (2022). Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit-gibsit. *Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia*, 30(2), 78–89.
- Biedrzycka, A., Skwarek, E., & Hanna, U. M. (2021). Hydroxyapatite with magnetic core: Synthesis methods, properties, adsorption and medical applications. *Advances in Colloid and Interface Science*, 29(1), 1–21. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102401>
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2004). SNI 06-6989.8-2004. Cara uji timbel (Pb) dengan spektrofotometri serapan atom (SSA)-nyala. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional
- Cao, W., Yang, Z., Liu, R., Zhang, Z., Chen, G., Zhou, Z., & Xu, L. (2025). Pb<sup>2+</sup> adsorption, performance, and response surface optimization of hydroxyapatite nanowire sodium alginate aerogel (HSA). *Water*, 17(5), 1–21. <https://doi.org/10.3390/w17050631>
- Charlena, Maddu, A., & Hidayat, T. (2022). Synthesis and characterization of hydroxyapatite from green mussel shell with sol-gel method. *Jurnal Kimia Valensi*, 8(2), 269–279. <https://doi.org/10.15408/jkv.v8i2.27494>
- Charlena, Suparto, I. H., & Laia, D. P. O. (2023). Synthesis and characterization of hydroxyapatite from polymesoda placans shell using wet precipitation method. *Jurnal Bios Logos*, 13(1), 85–96. <https://doi.org/10.35799/jbl.v13i1.47454>
- Ervianti, T., Ikhtiar, M., Bintara, A., Hasanuddin, & Habo, H. (2021). Analisis risiko kesehatan lingkungan pajanan timbel (Pb) pada Pa'limbang-limbang di Jl.Urip Sumoharjo Kota Makassar. *Jurnal Sanitasi dan Lingkungan*, 2(1), 128–138.
- Ezzeddine, Z., Batonneau-Gener, I., Ghsssein, G., & Pouilloux, Y. (2025). Recent advances in heavy metal adsorption via organically modified mesoporous silica: a review. *Water*, 17(5), 1–17. <https://doi.org/10.3390/w17050669>
- Fiume, E., Magnaterra, G., Rahdar, A., Verné, E., & Baino, F. (2021). Hydroxyapatite for biomedical applications: a short overview. *Ceramics*, 4(4), 542–563. <https://doi.org/10.3390/ceramics4040039>
- Gheibi, M., Waclawek, S., Leo, C. P., Sadr, S., & Behzadian, K. (2024). Dynamic modelling, simulation, and sensitive analysis of lead removal in a fixed-bed adsorption column using waste-based materials. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1368(1), 1–12. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1368/1/012009>
- Habib, A., Ngatiyo, & Gusti, D. R. (2019). Sintesis dan karakterisasi magnetit terlapis dimerkaptosilika. *Chempublish Journal*, 4(2), 81–88. <https://doi.org/10.22437/chp.v4i2.8034>
- Hadi, Z., Hekmat, N., & Soltanolkottabi, F. (2022). Effect of hydroxyapatite on physical, mechanical, and morphological properties of starch-based bio-nanocomposite films. *Composites and Advanced Materials*, 31(1), 1–10. <https://doi.org/10.1177/26349833221087755>
- Hariani, P. L., Said, M., Rachmat, A., & Sari, S. P. (2021). Hydroxyapatite-peg/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite for adsorption of phenol from aqueous solution. *Polish Journal of Environmental Studies*, 30(2), 1621–1629. <https://doi.org/10.15244/pjoes/125769>
- Hui, K. C., Kamal, N. A., Sambudi, N. S., & Bilad, M. R. (2021). Magnetic hydroxyapatite for batch adsorption of heavy metals. *E3s Web of Conferences*, 287(7), 3–8. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202128704005>
- Iconaru, S. L., Motelica-Heino, M., Guegan, R., Beuran, M., Costescu, A., & Predoi, D. (2018). Adsorption of Pb (II) ions onto hydroxyapatite nanopowders in aqueous solutions. *Materials*, 11(11), 1–17. <https://doi.org/10.3390/ma11112204>

- Invernizzi, C., Rovetta, T., Licchelli, M., & Malagodi, M. (2018). Mid and near-infrared reflection spectral database of natural organic materials in the cultural heritage field. *International Journal of Analytical Chemistry*, 2018(1), 1–16. <https://doi.org/10.1155/2018/7823248>
- Iskandar, D. J., Fadli, A., & Amri, I. (2019). Sintesis komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/hidroksiapatit menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi suhu sintering dan penambahan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. *Jom FTEKNIK*, 6(2), 2–7.
- Li, X., Cui, Y., Du, W., Cui, W., Huo, L., & Liu, H. (2024). Adsorption kinetics and mechanism of Pb(II) and Cd(II) adsorption in water through oxidized multiwalled carbon nanotubes. *Applied Sciences*, 14(5), 1–13. <https://doi.org/10.3390/app14051745>
- Lubis, R. A. F., Nasution, H. I., & Zubir, M. (2020). Production of Activated carbon from natural sources for water purification. *Indonesian Journal of Chemical Science and Technology (IJCST)*, 3(2), 67–73. <https://doi.org/10.24114/ijcst.v3i2.19531>
- Mashentseva, A. A., Seitzhappar, N., Barsbay, M., Aimanova, N. A., Alimkhanova, A. N., Zheltov, D. A., Zhumabayev, A. M., Temirgaziev, B. S., Almanov, A. A., & Sadyrbekov, D. T. (2023). Adsorption isotherms and kinetics for Pb(II) ion removal from aqueous solutions with biogenic metal oxide nanoparticles. *RSC Advances*, 13(38), 26839–26850. <https://doi.org/10.1039/d3ra05347d>
- Maslukah, L., Zainuri, M., Wirasatriya, A., & Widiaratih, R. (2020). Studi kinetika adsorpsi dan desorpsi ion fosfat (PO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) di sedimen perairan Semarang dan Jepara. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*, 12(2), 385–396. <https://doi.org/10.29244/jitkt.v12i2.32392>
- Naat, J. N., Kefi, L. G., & Lawa, Y. (2021). pH dan waktu kontak adsorpsi ion logam Cu(II) menggunakan adsorben silika yang bersumber dari pasir alam takari. *Jurnal Beta Kimia*, 1(1), 42–50. <https://doi.org/10.35508/jbk.v1i1.7683>
- Neolaka, Y. A. B., Lawa, Y., Naat, J. N., Nubatonis, Y. K., & Riwu, A. A. P. (2019). Studi termodinamika adsorpsi Pb (II) menggunakan adsorben magnetik GO-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang disintesis dari kayu kusambi (*Schleichera oleosa*). *Jurnal Saintek Lahan Kering*, 2(2), 49–51. <https://doi.org/10.32938/slk.v2i2.858>
- Nguyen, M. D., Tran, H. V., Xu, S., & Lee, T. R. (2021). Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles: structures, synthesis, magnetic properties, surface functionalization, and emerging applications. *Applied Sciences*, 11(23), 1–4. <https://doi.org/10.3390/app112311301>
- Nur, A. I., & Kurniawan, A. D. (2021). Proyeksi masa depan kendaraan listrik di indonesia: analisis perspektif regulasi dan pengendalian dampak perubahan iklim yang berkelanjutan. *Jurnal Hukum Lingkungan Indonesia*, 7(2), 197–220. <https://doi.org/10.38011/jhli.v7i2.260>
- Onwubu, S. C., Naidoo, D., Mkhize, S. C., Mabaso, N. L. N., Mdluli, P. S., & Thakur, S. (2020). An investigation in the remineralization and acid resistant characteristics of nanohydroxyapatite produced from eggshell waste via mechanochemistry. *Journal of Applied Biomaterials and Functional Materials*, 18(1), 1–8. <https://doi.org/10.1177/2280800020968352>
- Pérez-Solis, R., Gervacio-Arciniega, J. J., Joseph, B., Mendoza, M. E., & Moreno, A. (2018). Synthesis and characterization of a monoclinic crystalline phase of hydroxyapatite by synchrotron X-ray powder diffraction and piezoresponse force microscopy. *Crystals*, 8(12), 1–11. <https://doi.org/10.3390/cryst8120458>
- Poonam, Bharti, S. K., & Kumar, N. (2018). Kinetic study of lead (Pb<sup>2+</sup>) removal from battery manufacturing wastewater using bagasse biochar as biosorbent. *Applied Water Science*, 8(4), 1–13. <https://doi.org/10.1007/s13201-018-0765-z>
- Pranoto, P., Martini, T., & Rachmawati, D. A. (2018). Karakterisasi dan uji efektivitas allophane-like untuk adsorpsi ion logam tembaga (Cu). *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 14(2), 202–218. <https://doi.org/10.20961/>





- alchemy.14.2.18538.202-218
- Prasetyo, K., Azis, Y., & Komalasari. (2018). Adsorpsi logam Cd, Cu dan Pb dengan menggunakan hidroksiapatit (HA) sebagai adsorban. *Jom FTEKNIK*, 5(2), 1–4.
- Radoń, A., Drygała, A., Hawelek, Ł., & Łukowiec, D. (2017). Structure and optical properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles synthesized by co-precipitation method with different organic modifiers. *Materials Characterization*, 131(1), 148–156. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.06.034>
- Rahman, A., & Sedyadi, E. (2022). Kajian adsorpsi komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-lempung terhadap ion logam Pb(II). *Indonesian Journal of Materials Chemistry*, 3(2), 67–72. <https://doi.org/10.14421/ijmc.v3i2.3917>
- Ramdani, A., Kadeche, A., Adjdir, M., Taleb, Z., Ikhrou, D., Taleb, S., & Deratani, A. (2020). Lead and cadmium removal by adsorption process using hydroxyapatite porous materials. *Water Practice and Technology*, 15(1), 130–141. <https://doi.org/10.2166/wpt.2020.003>
- Rochmah, V., Prasetya, A. T., & Sulistyaningsih, D. T. (2017). Adsorpsi Ion Logam Pb<sup>2+</sup> menggunakan limbah serbuk gergaji kayu mahoni. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 6(2), 168–172.
- Sahadat Hossain, M., & Ahmed, S. (2023). FTIR spectrum analysis to predict the crystalline and amorphous phases of hydroxyapatite: a comparison of vibrational motion to reflection. *RSC Advances*, 13(21), 14625–14630. <https://doi.org/10.1039/d3ra02580b>
- Salsabila, N., Amalia, V., & Fitriyani, R. (2023). Sintesis dan karakterisasi komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari tulang sapi sebagai adsorben ion logam timbel (II). *Seminar Nasional Kimia*, 1(1), 49–59.
- Saputra, K., Sutriyono, S., & Brata, B. (2018). Populasi dan distribusi keong mas (*Pomacea canaliculata* L.) sebagai sumber pakan ternak pada ekosistem persawahan di Kota Bengkulu. *Jurnal Sain Peternakan Indonesia*, 13(2), 189–201. <https://doi.org/10.31186/jspi.id.13.2.189-201>
- Shevchenko, I., Engelbrecht, J. P., Mostamandi, S., & Stenchikov, G. (2021). Evaluation of minerals being deposited in the Red Sea using gravimetric, size distribution, and mineralogical analysis of dust deposition samples collected along the Red Sea coastal plain. *Aeolian Research*, 52(2021), 1–22. <https://doi.org/10.1016/j.aeolia.2021.100717>
- Tukan, D. N., Rosmainar, L., Kustomo, K., & Rasidah, R. (2023). A review: optimum conditions for magnetite synthesis (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). *Jurnal Berkala Ilmiah Sains dan Terapan Kimia*, 17(2), 15–21. <https://doi.org/10.20527/jstk.v17i2.15134>
- Vahdat, A., Ghasemi, B., & Yousefpour, M. (2019). Synthesis of hydroxyapatite and hydroxyapatite/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite for removal of heavy metals. *Environmental Nanotechnology, Monitoring and Management*, 12(2019), 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2019.100233>
- Vinayagam, R., Zhou, C., Pai, S., Varadavenkatesan, T., Narasimhan, M. K., Narayanasamy, S., & Selvaraj, R. (2021). Structural characterization of green synthesized magnetic mesoporous Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>NPs@ME. *Materials Chemistry and Physics*, 262(2021), 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124323>
- Wang, X., Wang, G., Marchetti, A., Wu, L., Wu, L., & Guan, Y. (2019). Preparation of porous hydroxyapatite and its application in Pb ions effective removal. *AIP Advances*, 9(2), 1–10. <https://doi.org/10.1063/1.5086705>
- Wardiana, I. W. G. S., Setyarini, P. H., & Widodo, T. D. (2022). Pengaruh penambahan hidroksiapatit dan kitosan pada pla dan abs terhadap sifat mekanik dari komposit biomaterial. *Jurnal Rekayasa Mesin*, 13(3), 837–846. <https://doi.org/10.21776/jrm.v13i3.1224>
- Wei, J., Xu, H., Sun, Y., Liu, Y., Yan, R., Chen, Y., & Zhang, Z. (2024). Magnetite nanoparticle assemblies and their biological applications: a review. *Molecules*, 29(17), 1–16. <https://doi.org/10.3390/molecules29174160>



- Wijayanti, I. E., & Kurniawati, E. A. (2019). Studi kinetika adsorpsi isoterm persamaan langmuir dan freundlich pada abu gosok sebagai adsorben. *EduChemia (Jurnal Kimia dan Pendidikan)*, 4(2), 175–184. <https://doi.org/10.30870/educhemia.v4i2.6119>
- Wulandari, W., Rio, A., & Pratama Istiadi, D. (2018). Karakterisasi dan kinetika kalsinasi dolomit characterization and kinetics of dolomite calcination. *Teknologi Bahan dan Barang Teknik*, 8(2), 71–76.