



Adsorption of *Methylene Blue* using Composite Fe₃O₄-Activated Charcoal Cassava Skin (*Manihot esculenta* C.)



Duwi Devi Wulandari^a, Soerja Koesnarpadi^{a,*}, Noor Hindryawati^a

^a Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman, Samarinda, Indonesia.

* Corresponding Author: soerja.koes@gmail.com

ABSTRACT

Preparation of Fe₃O₄ activated cassava shell charcoal composite (Fe₃O₄-AAKS) by coprecipitation method, namely mixing activated cassava shell charcoal (AAKS) with FeCl₃·6H₂O and FeSO₄·7H₂O solutions using a mole ratio of 3:2 in alkaline conditions with the addition of 25% NH₄OH has been carried out. The Fe₃O₄-AAKS composite was characterized using Fourier Transform Infra-Red (FTIR) and X-ray diffraction (XRD) instruments, and then the composite material was applied to adsorb methylene blue with variations in the influence of contact time, optimum concentration, and optimum adsorbent mass and determined the adsorption isotherm model. The results of the characterization of Fe₃O₄-AAKS with FTIR showed that a composite had been formed which was marked by the appearance of absorption at wave number 1033.85 cm⁻¹ indicating the presence of a C-O group and the appearance of a typical absorption of Fe-O groups at 540.07 cm⁻¹. Fe₃O₄-AAKS XRD results show an amorphous charcoal diffraction pattern at an angle of 20°-30° and a magnetic phase iron oxide diffraction pattern of Fe₃O₄ at 2 θ at angles of 18.59°, 30.38°, 35.62°, 43.56°, 53.85°, 57.30°, 62.90° and 74.62°. Methylene blue adsorption application using Fe₃O₄-AAKS composite showed optimum conditions at a contact time of 30 minutes, optimum concentration at 60 mg/L with an optimum adsorbent mass of 0.05 gram. The adsorption pattern of the composite material follows the Langmuir isotherm with a maximum adsorption capacity of 25.38 mg/g.

This is an open-access article under the [CC-BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license.



Article History

Received 2023-07-11

Revised 2024-05-13

Accepted 2024-05-14

Keywords

Composite

Fe₃O₄

Activated Charcoal

Adsorption

Methylene Blue

1. Pendahuluan

Pada saat ini, Indonesia merupakan negara yang memiliki perkembangan cukup pesat dalam bidang industri tekstil. Perkembangan tersebut berbanding lurus dengan pencemaran lingkungan akibat banyaknya limbah industri tekstil yang langsung dibuang ke lingkungan dan tidak dilakukan pengolahan lebih lanjut. Pencemaran oleh limbah industri tekstil berasal dari logam berat dan zat warna [1]. Banyaknya zat warna yang tidak meresap sempurna pada bahan yang digunakan pada proses industri tekstil, sehingga dihasilkan limbah yang masih mengandung zat warna tinggi [2]. Salah satu zat warna yang sering digunakan pada industri tekstil adalah *methylene blue*.

Methylene blue merupakan suatu zat warna *thiazine* yang sering digunakan karena keberadaannya yang mudah ditemukan dan memiliki harga yang relatif murah [3]. *Methylene blue* dapat mengakibatkan iritasi mata dan kulit serta perubahan darah [4]. *Methylene blue* juga dapat menyebabkan mual, nyeri perut dan dada, muntah, keringat berlebihan, hipertensi dan sakit kepala. Tertelan *methylene blue* dapat menyebabkan iritasi pada saluran pencernaan [5].

Adsorpsi adalah metode yang sering digunakan dalam pengolahan limbah dengan kandungan zat pewarna karena memiliki sifat yang mudah dipergunakan, efisien, rendah kebutuhan energi dan dapat menggunakan berbagai jenis adsorben [4]. Pada proses adsorpsi terjadi perpindahan massa pada permukaan pori-pori di dalam butiran adsorben. Adsorpsi dapat terjadi karena adanya gaya tarik dan energi permukaan [6].

Singkong merupakan makanan pokok masyarakat Indonesia setelah padi dan jagung. Seiring meningkatnya produksi olahan singkong, akhirnya menyebabkan tingginya keberadaan limbah kulit singkong pada lingkungan. Hal tersebut disebabkan karena belum dimanfaatkannya limbah kulit singkong secara maksimal. Pada limbah kulit singkong mengandung karbon sebesar 59,31 % sehingga dapat dimanfaatkan sebagai arang aktif [7]. Arang aktif adalah padatan amorf yang memiliki bentuk heksagonal datar dengan sebuah atom C dan memiliki permukaan yang luas serta pori-pori yang sangat banyak [8].

Aplikasi kulit singkong sebagai adsorben memiliki kesulitan dalam proses pemisahan fase padat adsorben dari larutan. Pemisahan dilakukan secara alami yang tentunya membutuhkan waktu yang lama, sehingga dilakukan penggabungan arang aktif dengan magnetit (Fe_3O_4). Komposit merupakan gabungan material yang dibuat dari dua atau lebih material berbeda dan memiliki sifat yang lebih baik dari material tunggalnya [9]. Penggabungan material ini diharapkan dapat mempercepat proses pemisahan adsorben dari larutan dan meningkatkan kapasitas adsorben dalam mengadsorpsi zat warna *methylene blue*

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui karakteristik komposit Fe_3O_4 -Arang Aktif Kulit Singkong (Fe_3O_4 -AAKS) dan AAKS berdasarkan kadar air, kadar abu dan luas permukaan menggunakan *methylene blue*, mengetahui karakteristik dari AAKS, Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 -AAKS menggunakan analisis FT-IR dan XRD serta menentukan kondisi optimum adsorpsi *methylene blue* menggunakan AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS berdasarkan variasi waktu kontak, konsentrasi *methylene blue* dan massa adsorben.

2. Metodologi

2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu tanur, oven, pH meter, cawan porselin, spatula, lumpang dan alu, desikator, *magnetic stirrer*, neraca analitik, peralatan gelas, *hot plate*, ayakan, *shaker*, penyaring *Buchner*, Spektrofotometer UV-Vis *type* U3900 Hitachi, FT-IR *type* IRPrestige-21 SHIMADZU, XRD brucker *type* D8 advance eco.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu kulit singkong, HCl, pH universal, aquades, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, NH_4OH dan *methylene blue*.

2.2. Prosedur Penelitian

Preparasi Sampel

Sampel kulit singkong dipisahkan dari kulit luarnya sehingga tersisa kulit singkong bagian dalam yang berwarna putih, dicuci lalu dipotong kecil-kecil. Setelah itu, dikeringkan dengan oven pada suhu 120°C selama 2 jam. Kemudian didinginkan dan ditimbang [10].

Pembuatan Arang Aktif Kulit Singkong dan Aktivasinya

Sampel kulit singkong dikarbonisasi dalam tanur pada suhu 350°C selama 1 jam hingga terbentuk arang (AKS). Selanjutnya didinginkan, diayak menggunakan ayakan 100 *mesh* lalu ditimbang dan dihitung rendemennya. Arang aktif yang terbentuk direndam dengan 500 mL larutan aktivator HCl 2 M selama 1 jam hingga terbentuk arang aktif kulit singkong (AAKS), kemudian disaring dengan penyaring *Buchner*. Setelah itu, AAKS dicuci dengan aquades hingga pH netral dan dikeringkan dengan oven pada suhu 80°C selama 24 jam [10].

Pembuatan Magnetit (Fe_3O_4)

Sebanyak 6 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 4 gram $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (rasio mol 3:2) dilarutkan masing-masing dalam 50 mL aquades. Kemudian dicampurkan kedua larutan tersebut dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga larutan jernih sambil dipanaskan pada suhu 70°C . Lalu ditambahkan 50 mL NH_4OH 25 % tetes demi tetes (dijaga suhunya tetap 70°C selama 3 jam). Selanjutnya disaring untuk memisahkan endapan dan filtrat menggunakan corong *Buchner* dan

pompa vakum. Endapan yang didapat dicuci hingga pH netral lalu dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 3 jam. Kemudian didinginkan di dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang [9].

Pembuatan Komposit Fe₃O₄-AAKS

Sebanyak 6 gram FeCl₃·6H₂O dan 4 gram FeSO₄·7H₂O (rasio mol 3:2) dilarutkan masing-masing dalam 50 mL aquades. Kemudian dicampurkan kedua larutan tersebut dan diaduk menggunakan magnetic stirrer hingga larutan jernih. Pada wadah lain dilarutkan 40 gram AAKS dengan 200 mL aquades. Kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer sambil dipanaskan pada suhu 70°C. Setelah itu, ditambahkan larutan campuran FeCl₃·6H₂O dan FeSO₄·7H₂O (dengan perbandingan rasio massa 4:1). Lalu ditambahkan 100 mL NH₄OH 25 % tetes demi tetes dan dijaga suhunya 70°C selama 3 jam. Selanjutnya disaring untuk memisahkan endapan dan filtrat menggunakan corong Buchner dan pompa vakum. Endapan yang didapat dicuci hingga pH netral lalu dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 3 jam. Kemudian didinginkan di dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang [11].

2.3. Uji Karakterisasi

Kadar Air

AKS, AAKS dan Fe₃O₄-AAKS ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam cawan porselin yang telah diketahui massanya. Lalu dipanaskan dengan oven pada suhu 105°C selama 2 jam. Kemudian didinginkan dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang [12].

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \% \quad (1)$$

Keterangan :

- m₁ = Berat cawan kosong (gram)
- m₂ = Berat cawan dengan sampel awal (gram)
- m₃ = Berat cawan dengan sampel akhir (gram)

Kadar Abu

AKS, AAKS dan Fe₃O₄-AAKS ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam cawan porselin yang telah diketahui massanya. Lalu dipanaskan dengan oven pada suhu 815°C selama 3 jam. Kemudian didinginkan dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang [13].

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{m_3 - m_4}{m_2 - m_1} \times 100 \% \quad (2)$$

Keterangan :

- m₁ = Berat cawan kosong (gram)
- m₂ = Berat cawan dengan sampel awal (gram)
- m₃ = Berat cawan dengan residu (gram)
- m₄ = Berat cawan kosong setelah pemanasan (gram)

Luas Permukaan menggunakan Methylene Blue

AKS, AAKS dan Fe₃O₄-AAKS ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam 40 mL larutan *methylene blue* 300 mg/L. Kemudian dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* selama 50 menit lalu disaring. Filtrat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methylene blue*. Selanjutnya dihitung nilai luas permukaannya [11].

$$X_m = \frac{V}{1000} \times C \quad (3)$$

$$\text{Luas permukaan} = \frac{X_m \times N \times A}{M_r} \quad (4)$$

Keterangan :

- X_m = Kapasitas adsorption methylene blue (mg/g)
- V = Volume larutan (mL)
- C = Konsentrasi methylene blue yang teradsorpsi (mg/L)
- W = Berat arang (g)
- N = Bilangan Avogadro (6,02 × 10²³ mol⁻¹)
- A = Luas penampang methylene blue (197 × 10⁻²⁰ m²)
- M_r = Massa relatif methylene blue (319,85 g/mol)

2.4. Uji Adsorpsi

Penentuan Waktu Optimum

Sebanyak 0,1 gram sampel AAKS dan Fe₃O₄-AAKS dimasukkan ke dalam 25 mL larutan *methylene blue* 60 mg/L. Kemudian larutan diaduk dengan *shaker* selama 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Setelah itu, disaring dan dianalisa filtrat menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum.

Penentuan Konsentrasi Optimum

Sebanyak 0,1 gram sampel AAKS dan Fe₃O₄-AAKS dimasukkan ke dalam 25 mL larutan *methylene blue* 60 mg/L, 80 mg/L dan 100 mg/L, 120 mg/L. Kemudian larutan diaduk dengan *shaker* pada waktu optimumnya. Setelah itu, disaring dan dianalisa filtrat menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum.

Penentuan Massa Adsorben

Sebanyak 0,01; 0,02; 0,03; 0,05; 0,075 gram sampel AAKS dan Fe₃O₄-AAKS dimasukkan ke dalam 25 mL larutan *methylene blue* dengan konsentrasi optimum. Kemudian larutan diaduk dengan *shaker* pada waktu optimumnya. Setelah itu, disaring dan dianalisa filtrat menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum.

Penentuan Kapasitas Adsorpsi Maksimum

Berdasarkan hasil adsorpsi dari variasi konsentrasi *methylene blue*, dapat dihitung jumlah ion yang teradsorpsi

$$Q_a = \frac{(\text{Konsentrasi awal} - \text{Konsentrasi akhir}) \times V}{W} \quad (5)$$

Keterangan :

Q_a = Jumlah ion teradsorpsi (mg/g)

V = Volume *methylene blue* (L)

W = Massa sampel (g)

Selanjutnya hasil tersebut diolah untuk mendapatkan nilai kapasitas adsorpsi dengan rumus:

a) Isoterm Langmuir

Persamaan isoterm Langmuir :

$$Q_a = Q_{\text{maks}} \frac{K_{\text{ads}} \times C_a}{1 + K_{\text{ads}} \times C_a} \quad (6)$$

Dalam persamaan linier ditulis :

$$\frac{1}{Q_a} = \frac{1}{Q_{\text{maks}} \times K_{\text{ads}}} \left(\frac{1}{C_a} \right) + \frac{1}{Q_{\text{maks}}} \quad (7)$$

Keterangan :

Q_a = Jumlah ion teradsorpsi (mg/g)

Q_{maks} = kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g)

C_a = Konsentrasi akhir ion logam (mg/L)

K_{ads} = Konstanta adsorpsi Langmuir

Kapasitas adsorpsi maksimum ditentukan dengan grafik $\frac{1}{Q_a}$ vs $\frac{1}{C_a}$ yang dibuat dengan slope $\frac{1}{Q_{\text{maks}} K_{\text{ads}}}$ dan intersep $\frac{1}{Q_{\text{maks}}}$.

b) Isoterm Freundlich

Persamaan isoterm Langmuir :

$$Q_a = K_f \times C_a^{1/n} \quad (8)$$

Dalam persamaan linier ditulis :

$$\text{Log } Q_a = \text{Log } K_f + \frac{1}{n} \text{Log } C_a \quad (9)$$

Keterangan :

Q_a = Jumlah ion teradsorpsi (mg/g)
 N = Kapasitas adsorpsi (mg/g)
 C_a = Konsentrasi akhir ion logam (mg/L)
 K_f = Konstanta adsorpsi Freundlich

Kapasitas adsorpsi maksimum ditentukan dengan grafik $\log Q_a$ vs $\log C_a$ yang dibuat dengan slope $\frac{1}{n}$ dan intersep $\log K_f$. Berdasarkan data isoterm yang didapat, pola isoterm adsorpsi ditentukan dengan cara membandingkan nilai lineaitas kurva yang ditunjukkan oleh R^2 .

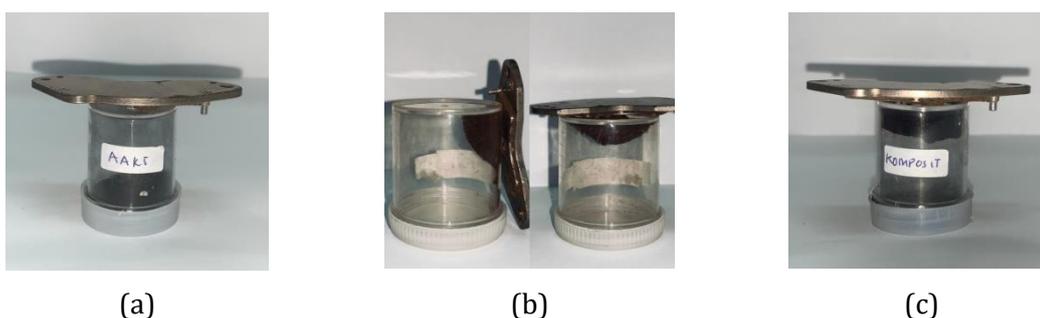
3. Hasil dan Diskusi

3.1. Pembuatan AAKS

Arang aktif kulit singkong dibuat dari kulit singkong yang dikarbonisasi pada suhu 350°C selama 1 jam dan dihasilkan AKS (arang kulit singkong) berupa serbuk berwarna hitam dengan % rendemennya sebesar 36,38 %. Dilakukan proses aktivasi pada 90 gram AKS dengan merendam AKS pada 500 mL HCl 2 M selama 1 jam. Proses aktivasi dilakukan untuk mengaktifkan arang agar memperbesar luas permukaan dan pori-pori arang sehingga meningkatkan daya serapnya. Digunakan HCl pada proses aktivasi bertujuan untuk mendegradasi molekul-molekul organik selama proses karbonisasi dan menghilangkan endapan hidrokarbon yang dihasilkan saat proses karbonisasi, membatasi pembentukan tar, dan melindungi karbon sehingga kemungkinan terjadinya oksidasi dapat dikurangi [14]. Setelah proses aktivasi didapatkan AAKS berupa serbuk berwarna hitam sebanyak 77,41 gram dengan % rendemennya sebesar 51,42 %.

3.2. Pembuatan Komposit Fe_3O_4 -AAKS

Didapatkan komposit Fe_3O_4 -AAKS yang terbentuk sebesar 42,58 gram. Berdasarkan **Gambar 1**, ketiga material tersebut memiliki bentuk fisik yang sama. Perbedaannya dapat dilihat ketika material-material tersebut didekatkan dengan medan magnet eksternal. Pada material AAKS, tidak terjadi tarikan antara material dengan medan magnet eksternal karena tidak terdapat material magnetit pada material AAKS. Pada material Fe_3O_4 , terjadi tarikan yang kuat antara material dengan medan magnet eksternal karena Fe_3O_4 memiliki sifat magnetik. Pada material komposit Fe_3O_4 -AAKS, terjadi tarikan antara material dan medan magnet eksternal yang menandakan bahwa Fe_3O_4 berhasil dikompositkan pada AAKS, namun tarikan tersebut tidak sekuat tarikan pada Fe_3O_4 ketika didekatkan dengan medan magnet eksternal. Hal tersebut disebabkan karena massa material non magnetik pada komposit yaitu AAKS lebih banyak dibanding massa Fe_3O_4 sehingga dapat menurunkan daya kemagnetannya.



Gambar 1. (a) Material AAKS, (b) Material Fe_3O_4 , (c) Material Komposit Fe_3O_4 -AAKS

3.3. Uji Karakterisasi Arang Aktif

Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi arang aktif berdasarkan SNI 06-7370-1995 yang bertujuan untuk mengetahui kualitas arang aktif. Karakterisasi arang aktif yang dilakukan yaitu kadar air, kadar abu dan luas permukaan. Hasil karakterisasi arang aktif dapat dilihat pada **Tabel 1**.

Table 1. Uji Karakterisasi Arang Aktif Kulit Singkong

Uraian	Jenis		
	<i>AKS</i>	<i>AAKS</i>	<i>Fe3O4-AAKS</i>
Kadar air, %	9,64	8,26	7,6
Kadar abu, %	10,49	1,74	10,37
Luas permukaan menggunakan <i>methylene blue</i> , m ² /g	43.653	43.920,4	44.485,9

Uji kadar air terhadap arang aktif kulit singkong dilakukan untuk mengetahui banyaknya air yang menutupi pori-pori arang. Didapatkan hasil pengujian kadar air pada AKS dan AAKS adalah 9,64 % dan 8,26 %, sedangkan uji kadar air pada Fe₃O₄-AAKS dilakukan untuk perbandingan dan didapatkan hasil uji kadar air Fe₃O₄-AAKS sebesar 7,6 %. Nilai tersebut memenuhi standar SNI 06-3730-1995 yaitu kadar air di bawah 15%. Semakin tinggi nilai kadar air menandakan semakin banyak air yang menutupi pori-pori arang dan luas permukaannya kecil sehingga menurunkan kemampuan adsorpsinya [15].

Uji kadar abu dilakukan untuk mengetahui sisa-sisa mineral yang tertinggal pada arang. Didapatkan hasil uji kadar abu pada AKS dan AAKS adalah 10,49 % dan 1,74 %, sedangkan pada Fe₃O₄-AAKS sebesar 10,37 %. Kadar abu pada AAKS memenuhi standar SNI 06-3730-1995 yaitu di bawah 10%. Pada AKS memiliki kadar abu yang tidak memenuhi standar SNI dikarenakan tidak adanya aktivasi sehingga banyak sisa mineral yang tertinggal setelah pembakaran. Semakin tinggi nilai kadar abu maka semakin banyak mineral yang terkandung pada arang sehingga pori-porinya terhambat dan menurunkan daya serapnya [16].

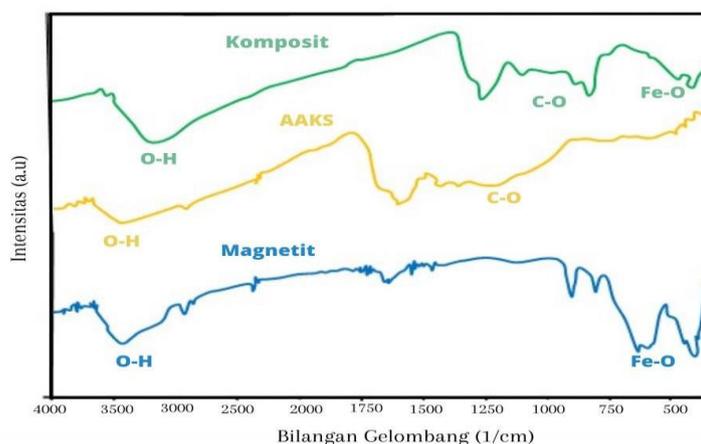
Uji karakteristik arang aktif terhadap luas permukaannya dilakukan dengan mengukur absorbansi methylene blue untuk mengetahui kemampuan arang aktif dalam menyerap larutan berwarna yang memiliki ukuran molekul sebesar 1,5 nm. Didapatkan hasil uji luas permukaan menggunakan methylene blue dari perhitungan berdasarkan [17], pada AKS dan AAKS adalah 43.653 m²/g dan 43.920,4 m²/g, sedangkan pada Fe₃O₄-AAKS sebesar 44.485,9 m²/g. Luas permukaan AAKS tidak jauh berbeda nilainya dari AKS diduga waktu aktivasi tidak cukup lama untuk HCl dapat menarik molekul organik, endapan hidrokarbon yang dihasilkan saat proses karbonisasi atau oksida logam sehingga pori-pori karbon tidak terbentuk sempurna. Hal sejalan disampaikan oleh [18], bahwa kurang lamanya waktu aktivasi menyebabkan karbon aktif tidak bereaksi sempurna sehingga pori-pori karbon aktif yang terbentuk hanya sedikit. Sedangkan setelah dikompositkan luas permukaan bertambah, menurut [19], peningkatan luas permukaan ini dimungkinkan karena logam terdispersi dengan baik di permukaan karbon sehingga tidak terjadi pemblokiran/penutupan pori. Hal ini membuat luas permukaan menjadi semakin meningkat dan akan meningkatkan kemampuan adsorpsi. Nilai tersebut sesuai dengan standar SNI 06-3730-1995 yaitu minimal 300 m²/g. Permukaan arang aktif yang semakin luas mengartikan semakin tinggi juga daya serapnya [20].

3.4. Hasil Analisa FTIR

Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi terhadap AAKS, Fe₃O₄ dan Fe₃O₄-AAKS dengan menggunakan FTIR type IRPrestige-21 SHIMADZU untuk mengidentifikasi gugus fungsi senyawa kimia yang terkandung di dalam material-material tersebut. Berikut merupakan hasil spektrum FTIR pada **Gambar 2**.

Berdasarkan **Gambar 2**, hasil spektrum pada AAKS terdapat serapan melebar pada bilangan gelombang 3394,72 cm⁻¹ dan 3425,58 cm⁻¹ yang menunjukkan bahwa terdapat gugus O-H. Selain itu, terdapat serapan pada bilangan gelombang 1249,87 cm⁻¹ yang menunjukkan terdapat gugus C-O.

Pada hasil spektrum pada Fe₃O₄, terdapat serapan melebar pada bilangan gelombang 3425,58 cm⁻¹ yang menunjukkan bahwa terdapat gugus O-H. Selain itu, terdapat serapan pada bilangan gelombang 586,36 cm⁻¹ yang menunjukkan bahwa terdapat gugus Fe-O



Gambar 2. Hasil Spektrum FTIR AAKS, Fe₃O₄ dan Fe₃O₄-AAKS

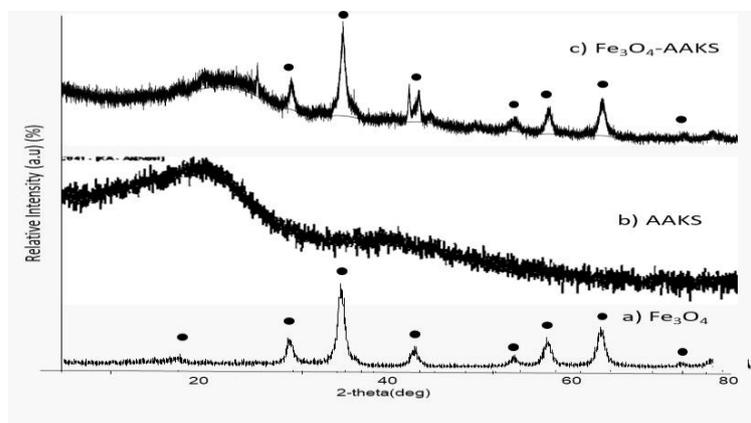
Berdasarkan hasil spektrum pada komposit Fe₃O₄-AAKS, terdapat serapan melebar pada bilangan gelombang 3425,58 cm⁻¹ yang menunjukkan terdapat gugus O-H. Selain itu, terdapat serapan pada bilangan gelombang 1103,28 cm⁻¹ yang menunjukkan terdapat gugus C-O dan serapan pada bilangan gelombang 540,07 cm⁻¹ yang menunjukkan terdapat gugus Fe-O. Hal ini menandakan bahwa material Fe₃O₄ berhasil dikompositkan pada permukaan AAKS. Tabel gugus fungsi pada material AAKS, Fe₃O₄ dan Fe₃O₄-AAKS sebagai berikut:

Table 2. Gugus Fungsi Material AAKS, Fe₃O₄ dan Fe₃O₄-AAKS

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
	Literatur (Skoog, dkk., 1998)	AAKS	Fe ₃ O ₄	Fe ₃ O ₄ -AAKS
O-H Ulur	3300-3600	3394,72; 3425,58	3425,58	3425,58
C-H Stretching	2850-2970	2870,08-2924,09	-	2924,09-2862,36
C-H Bending	1340-1470	1373,82-1442,75	-	1396,46
C=O	1540-1800	1589,34	-	1620,21
O-H Tekuk	1500-1600	-	-	-
C-O	1050-1330	1249,87	-	1103,28
Fe-O	500-610	-	586,36	540,07

3.5. Hasil Analisa XRD

Untuk mengidentifikasi fasa kristal material AAKS, Fe₃O₄ dan Fe₃O₄-AAKS dilakukan karakterisasi menggunakan XRD. Berikut hasil identifikasi puncak difraksi:



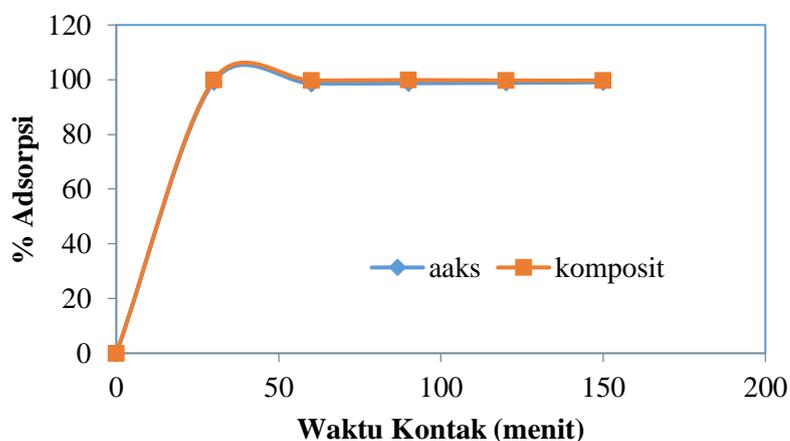
Gambar 3. Difaktogram AAKS, Fe₃O₄ dan Fe₃O₄-AAKS (• : Fe₃O₄)

Berdasarkan **Gambar 3**, pada material Fe_3O_4 terdapat puncak-puncak tajam yang menunjukkan bahwa material Fe_3O_4 berbentuk kristalin. Puncak-puncak difraksi yang muncul yaitu pada sudut $18,59^\circ$, $30,38^\circ$, $35,62^\circ$, $43,56^\circ$, $53,85^\circ$, $57,30^\circ$, $62,90^\circ$ dan $74,62^\circ$ yang merupakan refleksi dari indeks miller [111], [220], [311], [400], [422], [511], [440] dan [533], dimana sudut-sudut tersebut bersesuaian dalam JCPDS No. 19 - 0629 untuk oksida besi fasa magnetik Fe_3O_4 dengan struktur kubik pada 2 theta yaitu pada sudut $18,269^\circ$, $30,095^\circ$, $35,422^\circ$, $43,052^\circ$, $53,391^\circ$, $56,942^\circ$, $62,515^\circ$ dan $73,948^\circ$. Pada material AAKS terdapat puncak lebar pada sudut $20-30^\circ$ yang menunjukkan bahwa arang berbentuk amorf [21], sedangkan pada material Fe_3O_4 -AAKS juga terdapat puncak lebar pada sudut $20-30^\circ$ yang menandakan puncak arang berbentuk amorf dan terdapat puncak-puncak pada sudut khas untuk Fe_3O_4 . Berdasarkan hasil karakterisasi tersebut, menandakan bahwa material Fe_3O_4 telah berhasil dikompositkan pada arang aktif.

3.6. Uji Adsorpsi

Penentuan Waktu Optimum

Penentuan waktu optimum dilakukan untuk mengetahui waktu yang optimum untuk mengadsorpsi *methylene blue* menggunakan AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS. Berikut ini merupakan grafik pengaruh variasi waktu kontak terhadap persentase adsorpsi pada material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS dapat dilihat pada **Gambar 4**.

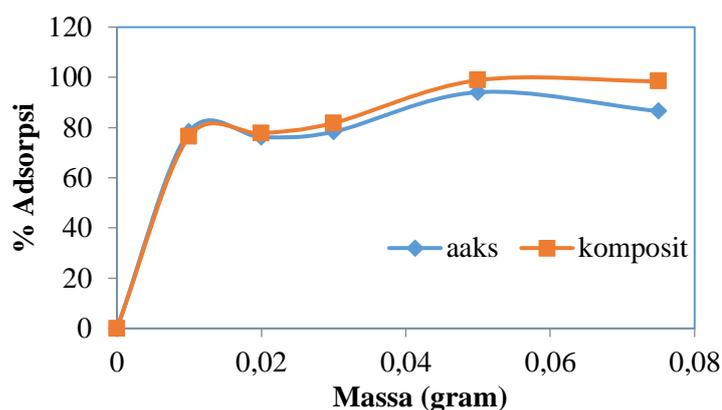


Gambar 4. Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Persentase Adsorpsi pada Material AAKS Fe_3O_4 -AAKS

Berdasarkan **Gambar 4**, dapat dilihat pengaruh variasi waktu kontak terhadap persentase adsorpsi dari material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS tidak ada perbedaan yakni memiliki kinerja yang sama dalam proses adsorpsi *methylene blue*. Pada waktu 30 menit didapatkan masing-masing persentase adsorpsi material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS sebesar 99,18 % dan 99,92 %. Pada waktu berikutnya yaitu 60, 90, 120 dan 150 menit terjadi penurunan adsorpsi ditandai dengan grafik yang semakin menurun. Hal ini disebabkan karena kontak fisik antara adsorben dengan larutan zat warna dalam waktu yang terlalu lama akan menyebabkan zat warna yang telah terserap adsorben terlepas kembali ke dalam larutan. Selain itu, setelah mencapai waktu optimum, larutan zat warna akan menutupi sisi aktif permukaan adsorben sehingga akan mengisi pori-pori adsorben dan membentuk lapisan pada permukaannya yang akan menyebabkan menurunnya daya adsorpsi dari adsorben. Didapatkan waktu kontak optimum proses adsorpsi *methylene blue* pada material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS terjadi pada waktu 30 menit.

Penentuan Massa Adsorben

Penentuan massa optimum dilakukan untuk mengetahui besarnya massa adsorben yang dapat mengadsorpsi *methylene blue* pada konsentrasi optimum dan waktu optimum. Berikut ini merupakan grafik pengaruh variasi massa adsorben terhadap persentase adsorpsi pada material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS dapat dilihat pada **Gambar 5**.



Gambar 5. Pengaruh Variasi Massa AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS Terhadap Persentase Adsorpsi *Methylene Blue*

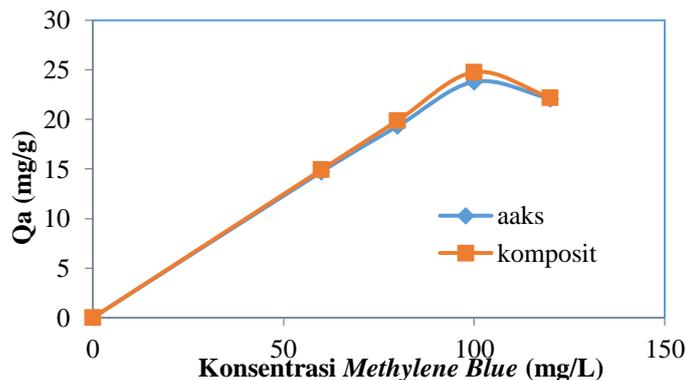
Berdasarkan **Gambar 5**, pada adsorpsi dengan massa AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS sebesar 0,01 gram; 0,02 gram; 0,03 gram, menghasilkan persentase adsorpsi sekitar 76 % - 81 %. Lalu pada saat massa AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS sebesar 0,05 gram mengalami peningkatan dan menghasilkan persentase adsorpsi *methylene blue* masing-masing sebesar 86,52 % dan 98,42 %. Lalu selanjutnya pada material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS dengan massa 0,075 gram mengalami penurunan persentase adsorpsi. Menurut [22], hal ini disebabkan karena konsentrasi *methylene blue* yang terserap pada permukaan AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS lebih besar dibandingkan konsentrasi *methylene blue* yang tersisa dalam larutan. Perbedaan konsentrasi tersebut menyebabkan *methylene blue* yang telah terserap akan terdesorpsi kembali ke dalam larutan. Selain itu, penurunan persen adsorpsi juga disebabkan karena semakin besar massa adsorben, semakin tinggi pula intensitas tumbukan pada adsorben yang mungkin terlepas kembali *methylene blue* yang telah teradsorpsi [23]. Dapat disimpulkan massa optimum pada material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS yaitu sebesar 0,05 gram dengan persentase adsorpsi masing-masing sebesar 91,11 % dan 98,27 %. Pada uji adsorpsi *methylene blue* ini didapatkan hasil yang terbaik adalah menggunakan komposit Fe_3O_4 -AAKS dibanding AAKS berdasarkan nilai persen adsorpsi yang dihasilkan, dimana Fe_3O_4 -AAKS memiliki persen adsorpsi yang lebih besar pada setiap variasi dibanding material AAKS. Menurut [24], hal ini disebabkan karena komposit Fe_3O_4 -AAKS memiliki gabungan sifat dari material penyusunnya yaitu AAKS dan Fe_3O_4 sehingga memiliki kemampuan menyerap yang lebih baik dibandingkan dengan AAKS.

Penentuan Kapasitas Adsorpsi dari Variasi Konsentrasi

Penentuan konsentrasi optimum dilakukan untuk mengetahui konsentrasi *methylene blue* yang dapat diadsorpsi oleh arang aktif pada waktu optimum atau bertujuan untuk mengetahui konsentrasi *methylene blue* yang optimum pada saat proses adsorpsi menggunakan AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS. Berikut ini merupakan grafik pengaruh variasi konsentrasi *methylene blue* terhadap persentase adsorpsi pada material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS dapat dilihat pada **Gambar 6**.

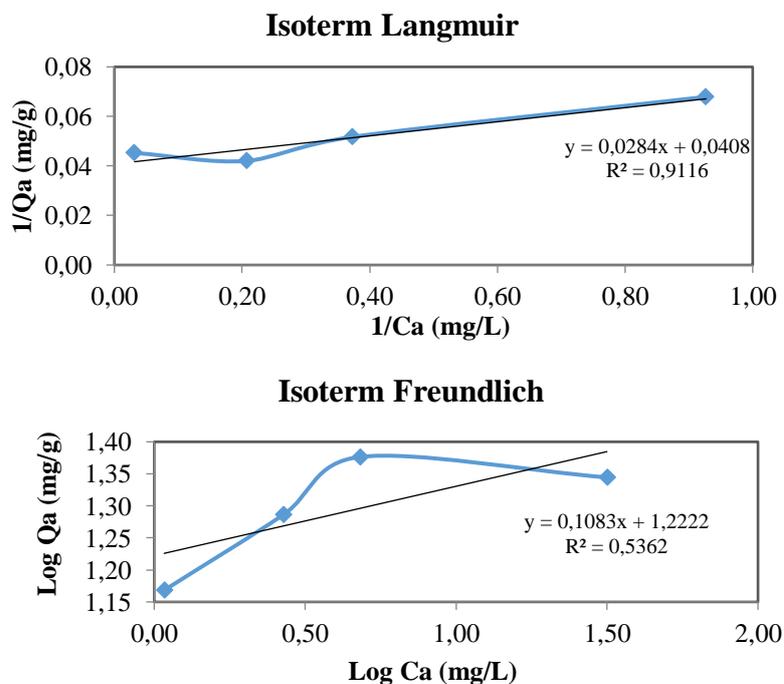
Berdasarkan **Gambar 6**, pengaruh variasi konsentrasi terhadap kapasitas adsorpsi dari material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS tidak ada perbedaan yakni memiliki kinerja yang sama dalam proses adsorpsi *methylene blue*. Pada konsentrasi 60 mg/L didapat masing-masing Q material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS sebesar 14,73 mg/g dan 14,94 mg/g. Lalu semakin meningkat pada konsentrasi 80 mg/L dan optimum pada konsentrasi 100 mg/L. Hal ini disebabkan karena semakin besar konsentrasi awal *methylene blue* yang digunakan pada uji adsorpsi, maka semakin banyak pula ion *methylene blue* yang teradsorpsi pada permukaan arang aktif. Pada uji adsorpsi *methylene blue* menggunakan material AAKS dan Fe_3O_4 -AAKS didapatkan konsentrasi *methylene blue* optimum terjadi pada konsentrasi 100 mg/L dengan masing-masing Q sebesar 23,80 mg/g dan 24,76 mg/g. Pada konsentrasi 120 mg/L, terjadi penurunan ion *methylene blue* yang teradsorpsi. Menurut [25], hal ini terjadi karena pada keadaan ini penyerapan *methylene blue* oleh permukaan arang aktif telah mencapai titik jenuh dan mencapai kesetimbangan. Saat konsentrasi *methylene blue* lebih besar dari konsentrasi optimumnya, maka mengakibatkan kapasitas adsorpsi oleh adsorben berkurang, disebabkan karena jumlah ion *methylene blue*

dalam larutan tidak sebanding dengan jumlah pori-pori adsorben yang digunakan sehingga permukaan adsorben akan mencapai titik jenuh dan mengalami pelepasan kembali adsorbat yang telah terjerap. Pada variasi konsentrasi ini, digunakan massa adsorben 0,1 gram dengan volume larutan *methylene blue* sebanyak 25 mL. Massa yang digunakan tersebut melebihi massa adsorben optimum yang didapat pada variasi massa yaitu 0,05 gram. Menurut [26], semakin besar massa adsorben maka semakin kecil nilai kapasitas adsorpsinya. Hasil yang berlawanan pada persen adsorpsi dan kapasitas adsorpsi telah dilaporkan pula dalam beberapa studi sebelumnya. Meningkatnya massa adsorben melewati kondisi optimumnya menyebabkan jumlah situs-situs jenuh per satuan massa adsorben berkurang sehingga kapasitas adsorben juga berkurang. Hal tersebut mengakibatkan, nilai Q yang didapat memiliki nilai yang kecil.



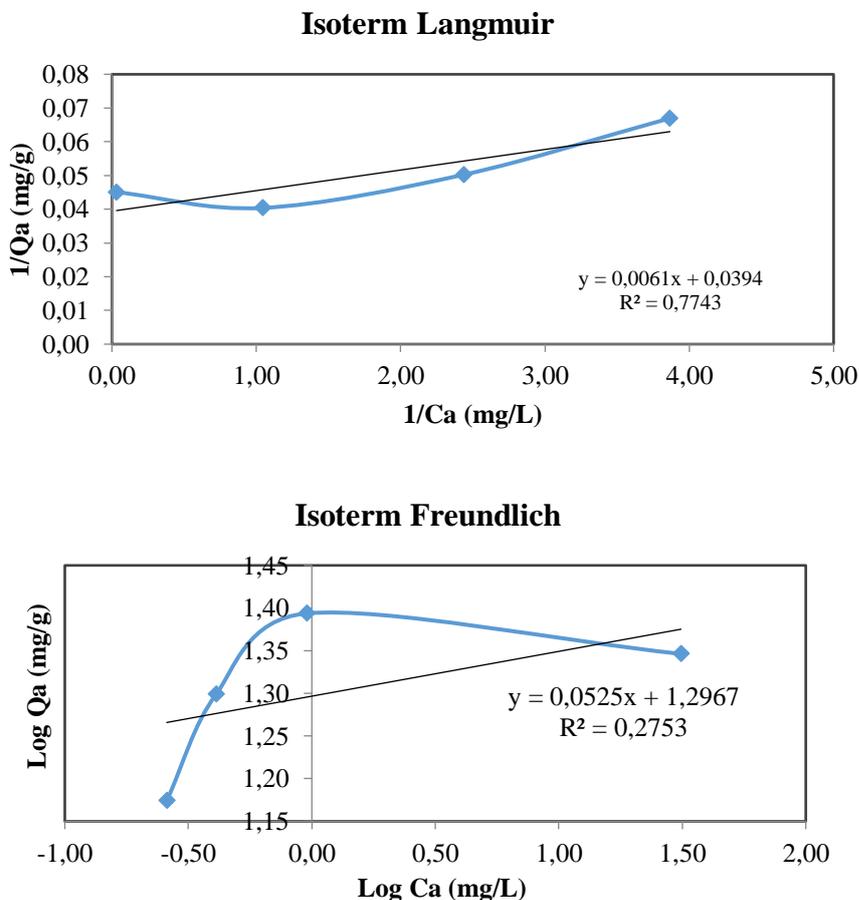
Gambar 6. Pengaruh Variasi Konsentrasi *Methylene Blue* Terhadap Jumlah Ion *Methylene Blue* Teradsorpsi (Qa) pada Material AAKS dan Fe₃O₄-AAKS

Berdasarkan data yang diperoleh dari pengaruh variasi konsentrasi terhadap jumlah ion *methylene blue* yang teradsorpsi (Qa) pada material AAKS dan Fe₃O₄-AAKS, maka dilakukan penentuan kapasitas adsorpsi maksimum dengan menentukan pola isoterm adsorpsi yang sesuai terhadap adsorben tersebut dengan cara membandingkan nilai R² yang paling mendekati 1 antara isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich. Data isoterm adsorpsi *methylene blue* oleh AAKS dapat dilihat pada **Gambar 7**.



Gambar 7. Grafik isoterm Langmuir dan isotherm Freundlich adsorpsi *Methylene Blue* pada AAKS

Berdasarkan **Gambar 7**, isoterm Langmuir pada material AAKS didapatkan linearitas sebesar 0,9116 dan isoterm Freundlich didapat linearitas sebesar 0,5362. Hal ini menunjukkan adsorpsi *methylene blue* oleh AAKS mengikuti isoterm Langmuir. Data isoterm adsorpsi *methylene blue* oleh komposit Fe₃O₄-AAKS dapat dilihat pada **Gambar 8**.



Gambar 8. Grafik isoterm Langmuir dan isotherm Freundlich adsorpsi *Methylene Blue* pada Fe₃O₄-AAKS

Berdasarkan **Gambar 8**, isoterm Langmuir pada Fe₃O₄-AAKS didapat linearitas sebesar 0,7743 dan isoterm Freundlich didapat linear sebesar 0,2753. Berdasarkan data tersebut, dapat disimpulkan bahwa pola adsorpsi AAKS dan Fe₃O₄-AAKS mengikuti isoterm Langmuir karena memiliki nilai linearitas yang lebih besar untuk mendekati 1. Didapatkan kapasitas adsorpsi maksimum AAKS dan Fe₃O₄-AAKS masing-masing sebesar 24,51 mg/g dan 25,38 mg/g. Menurut [27], hal ini menandakan bahwa adsorpsi yang terjadi oleh material AAKS dan Fe₃O₄-AAKS bersifat homogen dan adsorbat teradsorpsi membentuk satu lapisan atau lapisan tunggal (*monolayer*).

4. Kesimpulan

Hasil karakteristik AAKS berdasarkan kadar air, kadar abu dan luas permukaan masing-masing yaitu 8,26 %; 1,74 % dan 43.920,4 m²/g, sedangkan pada Fe₃O₄-AAKS masing-masing yaitu 7,60 %; 10,37 % dan 44.485,9 m²/g. Hasil karakterisasi Fe₃O₄ menunjukkan pada spektra FTIR terdapat serapan khas gugus Fe-O. Spektra FTIR pada AAKS terdapat gugus C-O, sedangkan pada Fe₃O₄-AAKS terdapat gugus C-O dan Fe-O. Difaktogram XRD Fe₃O₄ berbentuk kristalin sedangkan pada AAKS muncul puncak lebar pada sudut 20-30° menunjukkan pola difraksi arang berbentuk amorf. Pada Fe₃O₄-AAKS juga muncul puncak lebar pada sudut 20-30° menunjukkan terdapat pola difraksi arang berbentuk amorf dan puncak-puncak tajam pada sudut khas untuk Fe₃O₄ pada 2 θ yaitu sudut 18,59°, 30,38°, 35,62°, 43,56°, 53,85°, 57,30°, 62,90° dan 74,62°. Adsorpsi *methylene blue* optimum pada AAKS yaitu pada waktu kontak 30

menit, konsentrasi 60 mg/L dan massa adsorben sebesar 0,05 gram dengan kapasitas adsorpsi sebesar 24,51 mg/g, sedangkan pada komposit Fe₃O₄-AAKS yaitu pada waktu kontak 30 menit, konsentrasi 60 mg/L dan massa adsorben sebesar 0,05 gram dengan kapasitas adsorpsi sebesar 25,38 mg/g.

References

- [1] A. B. Baunsele and H. Missa, "Kajian kinetika adsorpsi metilen biru menggunakan adsorben sabut kelapa," *Akta Kimia Indonesia/Akta Kimia Indonesia*, vol. 5, no. 2, p. 76, Nov. 2020, doi: 10.12962/j25493736.v5i2.7791.
- [2] Y. Ristianingsih, A. Istiani, and F. Irfandy, "Kesetimbangan Adsorpsi Zat Warna Metilen Blue dengan Adsorben Karbon Aktif Tongkol Jagung Terimpregnasi Fe₂O₃," *Jurnal Teknologi Agro-Industri/Jurnal Teknologi Agro Industri*, vol. 7, no. 1, pp. 47–55, Jun. 2020, doi: 10.34128/jtai.v7i1.115.
- [3] D. E. Chandra, N. Hindryawati, and S. Koesnarpadi, "Degradasi Metilen Biru dengan Metode Fotokatalitik Berdasarkan Variasi Berat Katalis Zeolit-Wo₃" in *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, Samarinda, Indonesia, Dec 2019. [Online]. Available: <http://jurnal.kimia.fmipa.unmul.ac.id/index.php/prosiding/article/view/873>.
- [4] I. Riwayati, N. Fikriyyah, and S. Suwardiyono, "Adsorpsi Zat Warna Methylene Blue Menggunakan Abu Alang-Alang (*Imperata cylindrica*) Teraktivasi Asam Sulfat," *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, vol. 4, no. 2, Nov. 2019, doi: 10.31942/inteka.v4i2.3016.
- [5] N. Maria, I. Trivena, W. S. M. Noraji, U. Dania, and Y. Hartati, "Pemanfaatan karbon aktif dari kulit singkong (*Manihot utilissima*) sebagai adsorben zat pewarna tekstil methylene blue", *Biv. Chem. Stud. J.*, vol. 4, no. 2, Jan. 2021, doi: <https://doi.org/10.30872/bcsj.v4i2.917>
- [6] P. Pungut, M. A. Kholif, and W. D. I. Pratiwi, "Penurunan Kadar Chemical Oxygen Demand (COD) Dan Fosfat Pada Limbah Laundry Dengan Metode Adsorpsi," *Jurnal Sains Dan Teknologi Lingkungan/Jurnal Sains & Teknologi Lingkungan*, vol. 13, no. 2, Jun. 2021, doi: 10.20885/jstl.vol13.iss2.art6.
- [7] K. I. Damayanti and R. Hermawan, "Sintesis arang aktif dari kulit singkong sebagai adsorben ion FE," *Jurnal Chemtech*, vol. 7, no. 1, pp. 13–16, Jun. 2021, [Online]. Available: <https://e-jurnal.lppmunsera.org/index.php/Chemtech/article/view/3395>.
- [8] A. Ariyani, P. A. R, E. R. P, and F. R, "Pemanfaatan Kulit Singkong sebagai Bahan Baku Arang Aktif dengan Variasi Konsentrasi Naoh dan Suhu," *Konversi*, vol. 6, no. 1, p. 7, Apr. 2017, doi: 10.20527/k.v6i1.2992.
- [9] E. Reknosari, T. Wirawan, and S. Koesnarpadi, "Adsorpsi Fenol Menggunakan Adsorben Komposit Fe₃O₄-Arang Aktif Ampas Kopi," *Jurnal Atomik*, vol. 6, no. 2, pp. 81–89, Aug. 2021, [Online]. Available: <http://jurnal.kimia.fmipa.unmul.ac.id/index.php/JA/article/view/924>.
- [10] R. Indarti, "Uji Daya Adsorpsi karbon Aktif Kulit Singkong terhadap Zat Warna," *Skripsi*, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Jawa Timur, Indonesia, 2021.
- [11] D. S. Dirgayanti, "Pembuatan Komposit Fe₃O₄-Arang Aktif Rak Telur dan Aplikasinya sebagai Adsorben Metilen Biru", *Skripsi*, Universitas Mulawarman, Kalimantan timur, Indonesia, 2020.
- [12] *Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Cokel*, ASTM D 3173-03, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008.
- [13] *Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke from Coal*, ASTM D 3174 - 02. ASTM International, West Conshohocken, PA, 100, 19428- 12959, 2002.
- [14] Verayana, M. Papatungan, dan H. Iyabu, "Pengaruh Aktivator HCl dan H₃PO₄ Terhadap Karakteristik (Morfologi Pori) Arang Aktif Tempurung Kelapa serta Uji Adsorpsi pada Logam Timbal (Pb)", *Jambura Journal of Educational Chemistry*, vol 13, No. 1, pp. 67-75, 2018.
- [15] L. E. Laos, M. Masturi, and I. Yulianti, "Pengaruh Suhu Aktivasi Terhadap Daya Serap Karbon Aktif Kulit Kemiri," *Prosiding Seminar Nasional Fisika*, vol. 5, Jan. 2016, doi: [10.21009/0305020226](https://doi.org/10.21009/0305020226).
- [16] D. Alimah, "Sintesis dan Mutu Arang Aktif dari Tempurung Biji Mete (*Anacardium occidentale* L.)", *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*, vol. 35, no. 2, pp. 123-133, 2011.

-
- [17] T. A. Zaharah, I. Syahbanu, dan F. Jubilate, "Pengaruh Aktivasi Arang Dari Limbah Kulit Pisang Kepok Sebagai Adsorben Besi (II) Pada Air Tanah," *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, vol. 5, no. 4, Mar. 2016, [Online]. Available: <http://jurnal.untan.ac.id/index.php/jkkmipa/article/view/16743/14398>.
- [18] I. Sumiati and R. Farma, "Pengaruh Variasi Waktu Aktivasi Terhadap Tingkat Penyerapan Karbon Aktif Dari Kayu *Eucalyptus Pellita*," Repository University of Riau, Oct. 2016, [Online]. Available: <http://repository.unri.ac.id/xmlui/handle/123456789/8680>
- [19] N. Ya'aini, A. P. A, L. G. Krishnan, and A. Ripin, "Synthesis of activated carbon doped with transition metals for hydrogen storage," *E3S Web of Conferences*, vol. 90, p. 01016, Jan. 2019, doi: [10.1051/e3sconf/20199001016](https://doi.org/10.1051/e3sconf/20199001016).
- [20] Diharyo, Salampak, Z. Damanik, and S. Gumiri, "Pengaruh Lama Aktivasi dengan H₃PO₄ dan Ukuran Butir Arang Cangkang Kelapa Sawit Terhadap Ukuran Pori dan Luas Permukaan Butir Arang Aktif," *Prosiding Seminar Nasional Lingkungan Lahan Basah*, vol. 5, No. 1, pp. 48-54, 2020
- [21] A. W. Y. P. Parmita, A. D. Laksono, M. I. Zulkarnain, A. F. B. Hartanti, and R. V. Mudhawammah, "Karakteristik Buah Nipah Karbon Aktif dari Serabut Nipah Teraktivasi Potassium Hydroxide (KOH)," *Specta*, vol. 4, no. 3, pp. 72-79, Dec. 2020, doi: [10.35718/specta.v4i3.232](https://doi.org/10.35718/specta.v4i3.232).
- [22] A. Irawan, "Kalibrasi Spektrofotometer Sebagai Penjaminan Mutu Hasil Pengukuran dalam Kegiatan Penelitian dan Pengujian," *Indonesian Journal of Laboratory*, vol. 1, no. 2, p. 1, Apr. 2019, doi: [10.22146/ijl.v1i2.44750](https://doi.org/10.22146/ijl.v1i2.44750).
- [23] W. P. Utoo et al., "Studi Adsorpsi Zat Warna Naphthol Yellow S Pada Limbah Cair Menggunakan Karbon Aktif Dari Ampas Tebu," *Jurnal Kimia (Journal of Chemistry)*, vol. 13, no. 1, p. 104, Jan. 2019, doi: [10.24843/jchem.2019.v13.i01.p16](https://doi.org/10.24843/jchem.2019.v13.i01.p16).
- [24] M. Zannah, "Isoterm Adsorpsi Metilen Biru oleh Biochar dari Kulit Singkong (*Manihot esculenta* C.) yang dimodifikasi menggunakan Magnetit (Fe₃O₄)," *Skripsi*, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta, Indonesia, 2020.
- [25] M. S. Dewi, E. B. Susatyo, and E. Susilaningasih, "Pemanfaatan arang aktif kulit pisang raja untuk menurunkan kadar ion PB(II)," *Indonesian Journal of Chemical Science*, vol. 4, no. 3, 2015, [Online]. Available: lib.unnes.ac.id/id/eprint/51553.
- [26] N. L. Zahra, D. Sugiyana, and S. Notodarmojo, "Adsorpsi Zat Warna Tekstil Reactive Red 141 Pada Tanah Liat Lokal Alami," *Arena Tekstil*, vol. 29, no. 2, Dec. 2014, doi: [10.31266/at.v29i2.876](https://doi.org/10.31266/at.v29i2.876).
- [27] M. Murthihapsari, B. Mangallo, and D. D. Handyani, "Model Isoterm Freundlich Dan Langmuir Oleh Adsorben Arang Aktif Bambu Andong (*G. verticillata* (Wild) Munro) dan Bambu AteR (*G. atter* (Hassk) Kurz ex Munro)," *Sains Natural*, vol. 2, no. 1, p. 17, Nov. 2017, doi: [10.31938/jsn.v2i1.31](https://doi.org/10.31938/jsn.v2i1.31).