

**OPTIMASI MAGNETIT TERSALUT ASAM HUMAT ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$)
SEBAGAI ADSORBEN *METHYLENE BLUE***

***OPTIMIZATION MAGNETITE COATED WITH HUMIC ACID ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$)
AS ADSORBENT *METHYLENE BLUE****

Rusda Vera Anggraini*, Soerja Koesnarpadi, Nanang Tri Widodo

Program Studi S1 Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman

Jalan Barong Tongkok No.4 Kampus Gn.Kelua Samarinda

*Corresponding Author: rusdaveraanggraini@gmail.com

Diterbitkan: 30 Oktober 2022

ABSTRACT

Optimization of pH and contact time on the adsorption of methylene blue by magnetite coated with humic acid ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$) using the batch method was studied. The synthesis of magnetite coated humic acid ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$) was carried out by coprecipitation method with a ratio of 1:2 (w/w). Optimization of pH and contact time of magnetite coated humic acid ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$) was carried out with 30 ppm methylene blue concentration and 0.1 g $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$ mass. The optimum pH and optimum contact time of magnetite coated humic acid ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$) were at pH 7 with adsorption percent of 99,93% and 120 minutes with adsorption percent of 93,88%.

Keywords: *Adsorption, $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$, Methylene Blue, Optimization*

ABSTRAK

Telah dilakukan optimasi pH dan waktu kontak terhadap adsorpsi *methylene blue* oleh magnetit tersalut asam humat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$) dengan metode *batch*. Sintesis magnetit tersalut asam humat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$) dilakukan dengan metode kopresipitasi dengan perbandingan 1:2 (w/w). Optimasi pH dan waktu kontak magnetit tersalut asam humat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$) dilakukan dengan konsentrasi *methylene blue* 30 ppm dan massa $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ 0,1 g. pH optimum dan waktu kontak optimum magnetit tersalut asam humat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$) berturut-turut yaitu pada pH 7 dengan persen adsorpsi sebesar 99,93 % dan 120 menit dengan persen adsorpsi sebesar 93,88%.

Kata Kunci: *Adsorpsi, $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$, Methylene Blue, Optimasi*

PENDAHULUAN

Di Indonesia, sangat banyak perindustrian, salah satunya yaitu industri di bidang tekstil. Industri tekstil tentunya menghasilkan limbah, contohnya yaitu limbah zat warna. Dimana limbah zat warna tersebut tentunya dapat mencemari lingkungan apabila tidak dikelola dan diolah dengan baik [1]. Pencemaran air yang disebabkan oleh zat warna, salah satunya yaitu *methylene blue*. Pengelolaan dan pengolahan agar limbah tersebut tidak mencemari lingkungan perairan yaitu dengan proses adsorpsi menggunakan magnetit (Fe_3O_4).

Fe_3O_4 dapat digunakan sebagai adsorben yang akan mengadsorpsi *methylene blue* karena Fe_3O_4 memiliki muatan negatif pada pH netral

dan adanya interaksi situs-situs aktif dari interaksi elektrostatik [2]. Fe_3O_4 memiliki keistimewaan yaitu mudah dipisahkan dari mediumnya, sehingga memudahkan pemisahan saat pengaplikasiannya dalam proses adsorpsi [3]. Namun, dibalik keistimewaannya, Fe_3O_4 tentunya memiliki kelemahan yaitu merupakan material yang tidak stabil karena Fe_3O_4 memiliki sifat mudah mengalami aglomerasi dan mudah teroksidasi [4]. Oleh karena itu, perlu dilakukannya penyalutan dengan bahan pelapis yang dapat menstabilkan Fe_3O_4 , salah satunya yaitu asam humat dari tanah gambut.

Fe_3O_4 merupakan suatu molekul yang mudah teroksidasi sehingga perlu dimodifikasi dengan AH. AH yang diekstraksi dari tanah

gambut dapat menstabilkan Fe_3O_4 dan memiliki kapasitas yang cukup tinggi untuk mengadsorpsi limbah zat warna dari hasil industri tekstil [5]. AH memiliki gugus fungsional $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ fenolat dan $-\text{OH}$ alkoholat yang merupakan bahan makromolekul polielektrolit [6].

Berdasarkan uraian diatas, telah dilakukan penelitian untuk mengetahui hasil sintesis dan modifikasi asam humat (AH) pada Fe_3O_4 sehingga terbentuk $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ yang memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik daripada AH dan Fe_3O_4 tanpa melalui proses penyalutan. Selain itu juga, untuk mengetahui kondisi optimum adsorpsi *methylene blue* berdasarkan pengaruh pH dan waktu kontak. Dimana diharapkan adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dapat menjadi salah satu alternatif untuk mengurangi dan mengelola limbah cair zat warna yang dihasilkan dari proses industri tekstil.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan 100 mesh, sentrifugasi, tanur, oven, cawan porselin, pH meter (Krisbow), UV-Visible, hot plate, neraca analitik, magnetic stirrer, desikator, termometer, tabung sentrifugasi dan peralatan gelas.

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tanah gambut Samboja, Kalimantan Timur, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}_{(\text{p.a})}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}_{(\text{p.a})}$, $\text{NH}_4\text{OH}_{(\text{p.a})}$, akuades, $\text{NaOH}_{(\text{p.a})}$, $\text{KCl}_{(\text{p.a})}$, $\text{HF}_{(\text{p.a})}$, $\text{AgNO}_3_{(\text{p.a})}$, $\text{HCl}_{(\text{p.a})}$ dan *methylene blue*.

Prosedur Penelitian

Periapan Sampel

Tanah gambut dikeringkan. Tanah gambut dipisahkan dari kotoran menggunakan ayakan, lalu tanah gambut siap untuk diekstraksi dan dimurnikan.

Ekstraksi Asam Humat

Tanah gambut disiapkan sebanyak 100 g. Tanah gambut dihaluskan dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh, lalu tanah gambut dimaserasi dengan larutan NaOH 1 M sebanyak 2 L selama 1 jam sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan didiamkan selama 24 jam dan ditutup dengan *plastic wrap*. Setelah itu, campuran disentrifugasi dengan kecepatan 2500 rpm selama 30 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa atas yang mengandung asam humat dan asam fulvat kasar diambil dan

ditambahkan HCl 0,1 M hingga pH 1 [5]. Campuran didiamkan selama 16 jam hingga terbentuk 2 fasa, dimana fasa atas berupa asam fulvat dan fasa bawah berupa asam humat, kemudian campuran disentrifugasi kembali dengan kecepatan 2500 rpm selama 30 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa bawah diambil.

Pemurnian Asam Humat

Fasa bawah ditambahkan 2 L larutan KOH 0,1 M dan padatan KCl sebanyak 33,3 g [7]. Campuran disentrifugasi dengan kecepatan 2500 rpm selama 30 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa bawah diambil dan ditambahkan larutan HCl 6 M hingga pH 1, lalu campuran didiamkan selama 16 jam hingga terbentuk 2 fasa kembali. *Supernatant* disentrifugasi kembali dengan kecepatan 2500 rpm selama 30 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa bawah diambil yang berupa asam humat.

Pemurnian Asam Humat Lanjutan

Asam humat dimasukkan ke dalam wadah plastik yang berisi HCl 0,1 M dan HF 0,3 M (1:1) [8]. Campuran digojog selama 20 jam dengan suhu ruang dan akan terbentuk 2 fasa, lalu fasa bawah yang berupa asam humat diambil sedikit untuk diuji kadar abu. Asam humat dibilas kembali menggunakan larutan HCl/HF hingga kadar abu menjadi $\leq 1\%$ [9]. Asam humat ditambahkan dengan larutan AgNO_3 dan dihentikan apabila tidak terdapat endapan putih. Asam humat dikeringkan dalam desikator dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh.

Pembuatan Magnetit (Fe_3O_4)

Pembuatan Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi, dimana $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ditimbang dengan perbandingan massa 3:2 yaitu $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 6 g dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 4 g, lalu dilarutkan masing-masing hingga 50 mL dengan menggunakan akuades. Kedua larutan dicampurkan dalam gelas kimia dan dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer*. Larutan dipanaskan dengan suhu 90°C selama 30 menit dan ditambahkan larutan NH_4OH 25% sebanyak 10 mL [5]. Larutan disaring dan diambil endapannya. Endapan dibilas dengan akuades hingga pH netral (pH akuades). Residu diambil dan dikeringkan di dalam desikator selama 24 jam. Fe_3O_4 diayak dengan ayakan 100 mesh.

Pembuatan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$

Pembuatan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ menggunakan metode kopresipitasi, dimana $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 3 g dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 2 g dilarutkan dalam masing-masing hingga 50 mL dengan akuades. Larutan dicampurkan dalam gelas kimia dan dihomogenkan dengan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 90°C selama 30 menit sambil ditetesi NH_4OH 25% sebanyak 10 mL [5]. Larutan tersebut ditambahkan asam humat (AH) sebanyak 10 g. Campuran disaring dan dibilas dengan akuades hingga pH netral (pH akuades). Residu diambil dan dikeringkan di dalam desikator selama 24 jam, lalu diayak dengan ayakan 100 mesh.

Optimasi Adsorpsi *Methylene Blue* Dengan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$

Variasi pH

$\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ sebanyak 100 mg ditambahkan ke dalam masing-masing 25 mL *methylene blue* 30 mg/L dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10 yang diatur menggunakan HCl 0,1 M dan NaOH 0,1 M. Campuran digojog selama 60

menit dan didekantasi, lalu dipisahkan. Filtrat diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui konsentrasi *methylene blue* yang tersisa.

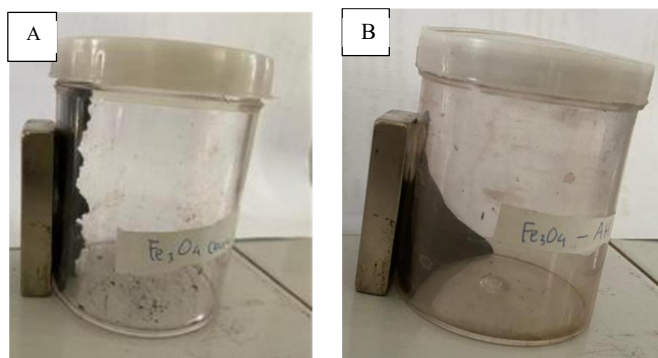
Variasi Waktu Kontak

$\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ sebanyak 100 mg ditambahkan ke dalam masing-masing 25 mL *methylene blue* 30 mg/L pH 7. Campuran digojog dengan variasi waktu 15, 30, 60, 90, 120, dan 150 menit, lalu didekantasi dan dipisahkan. Filtrat diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui konsentrasi *methylene blue* yang tersisa.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Fe_3O_4 dan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$

Proses pembuatan Fe_3O_4 dan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ menggunakan metode kopresipitasi. Proses penyalutan Fe_3O_4 dengan AH ini bertujuan untuk menstabilkan Fe_3O_4 agar dapat mengadsorpsi *methylene blue* lebih tinggi dan lebih baik [5]. Hasil pembuatan Fe_3O_4 dan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dapat dilihat pada **gambar 1**.



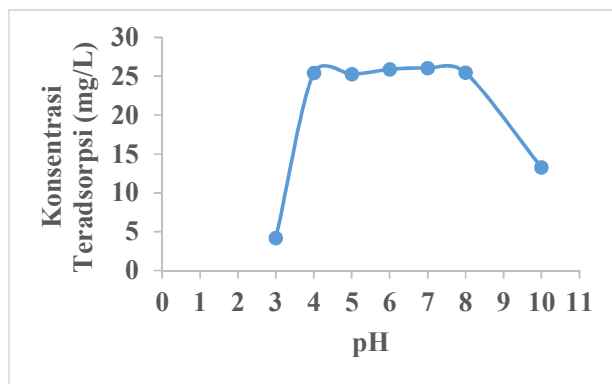
Gambar 1. (a) Fe_3O_4 dan (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$

Optimasi Adsorpsi *Methylene Blue* Dengan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$

Variasi pH

Penentuan pH optimum ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dalam mengadsorpsi *methylene blue* yang dipengaruhi

oleh pH. Selain itu juga, untuk mengetahui pengaruh pH pada permukaan adsorben dalam proses adsorpsi. Berikut grafik hasil penentuan pH optimum adsorpsi *methylene blue* pada $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ pada **gambar 2**.



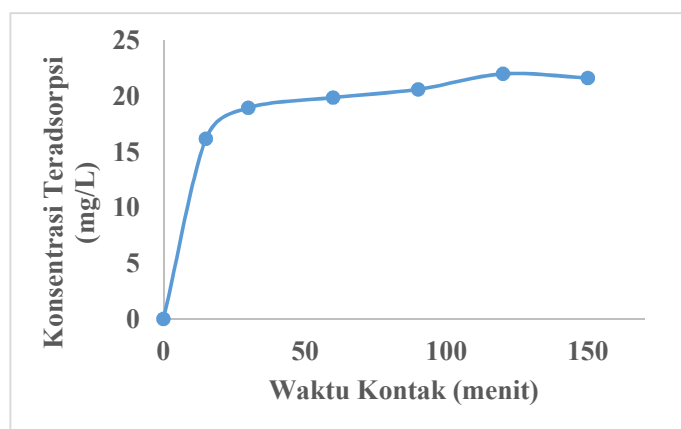
Gambar 2. Grafik Penentuan pH Optimum Adsorpsi *Methylene Blue* Pada $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$

Berdasarkan hasil yang telah diperoleh, didapatkan bahwa pH optimum dari $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ mengadsorpsi *methylene blue* yaitu pada pH 7. Hal ini dikarenakan pada pH rendah, $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ akan mengalami protonasi sehingga gugus aktif menjadi tidak bermuatan dan *methylene blue* yang bermuatan positif akan tidak teradsorpsi secara maksimal. Namun, seiring dengan kenaikan pH, $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ akan mengalami deprotonasi dan gugus aktif akan bermuatan negatif dan akan mengadsorpsi *methylene blue* yang bermuatan positif akan teradsorpsi secara maksimal. Sedangkan pada $\text{pH} > 7$, maka proses adsorpsi *methylene blue* akan mengalami penurunan yang disebabkan oleh adanya

persaingan antara adsorben yang bermuatan negatif dengan ion OH^- yang akan berinteraksi dengan *methylene blue*.

Variasi Waktu Kontak

Penentuan waktu kontak optimum ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dalam mengadsorpsi *methylene blue* yang dipengaruhi oleh waktu. Selain itu juga, untuk mengetahui nilai maksimum $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dalam proses adsorpsi pada pengaruh waktu kontak. Berikut adalah grafik hasil penentuan waktu kontak optimum adsorpsi *methylene blue* pada $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dilihat pada **gambar 3**.



Gambar 3. Grafik Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi *Methylene Blue* Pada $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$

Berdasarkan hasil penentuan waktu optimum adsorpsi *methylene blue* oleh $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ didapatkan bahwa pada menit ke-0 hingga menit ke-90 mengalami kenaikan konsentrasi teradsorpsi, pada menit ke-120 merupakan proses adsorpsi yang optimal, dan pada menit ke-150 mengalami penurunan. Hal ini dikarenakan membutuhkan waktu untuk proses adsorpsi sehingga terjadi kenaikan hingga menit ke-120,

namun terjadi penurunan pada menit ke-150 tersebut disebabkan terjadinya pemutusan pada ikatan antara gugus aktif $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dengan *methylene blue* karena terjadi penjenuhan atau nilai batas maksimum pada proses adsorpsi, sehingga dibutuhkan waktu kembali untuk berinteraksi antara $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ dengan *methylene blue* [10].

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa ekstraksi asam humat memiliki kadar abu sebesar 0,24%. Kemudian, pH optimum dan waktu kontak optimum adsorpsi *methylene blue* oleh $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$ berturut-turut yaitu pH 7 dan 120 menit.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Huda, T dan Tantri, K. 2018. *Kajian Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Selulosa Dari Alang-alang*. Indonesian journal of chemistry analys. 1 (01).
- [2] Purwamargapratala, Y., Madhub, G dan Haseena. 2013. *Degradasi Metilen Biru dengan Komposit $\text{TiO}_2\text{SiO}_2\text{Fe}_3\text{O}_4$* . Seminar Nasional IX SDM Teknologi Nuklir. Yogyakarta.
- [3] Krisbiantoro, P. A., Santosa, S. J., dan Kunarti, E.S. 2017. *Synthesis of fulvic acid-coated magnetite ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-FA}$) and its application for the reductive adsorption of $[\text{AuCl}_4]$* . Indonesian Journal of Chemistry Vol.17 No.3 (453–460).
- [4] Faraji, M., Yamini, Y. dan Rezaee, M. 2010. *Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Stabilizations, Functionatization, Characterization and Application*. J. Iran Che. Soc 7, 1-37.
- [5] Kustomo dan Santosa, S. J. 2019. *Studi Kinetika dan Adsorpsi Zat Warna Kation (Metilen Biru) dan Anion (Metil Orange) pada Magnetit Terlapis Asam Humat*. Jurnal Jerjaring Matematika dan Sains Vol.1 No.2 (64-69).
- [6] Firda, Mulyani, O., dan Yuniarti, A. 2016. *Pembentukan, Karakterisasi Serta Manfaat Asam Humat Terhadap Adsorpsi Logam Berat*. Jurnal Soilrens Vol.14 No.2.
- [7] Mohadi, R., Hidayati, N., Santosa, S.J., dan Narsito. 2008. *Karakterisasi Asam Humat Dari Tanah Gambut Indralaya, Ogan Ilir Sumatera Selatan*. Jurnal Penelitian Sains Vol.11 No.1 Hal.411-420.
- [8] Burhan, A.H., Rusdiarso, B., dan Dea. 2014. *Studi Adsorpsi Kompetitif Kadmium (II) dan Seng (II) Dengan Green Adsorben Asam Humat Tinja Sapi*. Universitas Gadjah Mada. Tesis S2 Ilmu Kimia.
- [9] Koesnarpadi, S., Santosa, S.J., Siswanta, D., Rusdiarso, B. 2021. *Ekstraksi, Pemurnian dan Karakterisasi Asam Humat Dari Tanah Gambut Samarinda*. Jurnal Kimia FMIPA UNMUL. ISBN:978-602-50942-5-5.
- [10] Agnestisia, R. 2017. *Sintesis dan Karakterisasi magnetit (Fe_3O_4) serta aplikasinya sebagai adsorben methylene blue*. Universitas Palangka Raya. Sains dan Terapan Kimia Vol. 11, No. 2.