

## PREPARASI MAGNETIT-ASAM FULVAT ( $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$ ) DARI TANAH GAMBUT SERTA APLIKASINYA UNTUK MENGADSORPSI RHODAMIN-B

## PREPARATION OF MAGNETITE-FULVIC ACID ( $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-FA}$ ) FROM PEAT SOIL AND APPLICATION TO ADSORB RHODAMINE-B

Oktaviana, D.A\*, Koesnarpadi, S, Widodo, N.T

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman, Samarinda, Kalimantan Timur, Indonesia  
Jalan. Barong Tongkok Kampus Gn Kelua FMIPA Universitas Mulawarman  
Corresponding Author : email debya9@gmail.com

### ABSTRACT

This study,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  adsorbent coated with fulvic acid ( $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$ ) was prepared from peat soil and applied to adsorb rhodamine B dye. The optimum pH conditions of rhodamine-B adsorption on  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$ .  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  adsorbent was successfully synthesized by showing the appearance of unique FTIR spectra, namely Fe-O, O-H, C-H, C=C and C=O groups. The crystal structure of  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  did not change, the surface morphology of the rigid AF colloid attached to the  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  spherical sphere and the magnetic value of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  decreased in the presence of AF. The optimum conditions for rhodamine B adsorption on  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  occurred at pH 3 with an adsorption rate of 1.96 mg/g.

**Keywords:** Preparation, Fulvic Acid,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Adsorption, Rhodamine B.

### PENDAHULUAN

Berkembangnya industri di dalam negeri memberikan dampak positif maupun negatif, adapun dampak positifnya adalah meningkatnya perekonomian nasional sedangkan dampak negatifnya adalah menurunnya kualitas lingkungan disebabkan karena limbah yang dihasilkan oleh kegiatan industri. Berbagai macam limbah industri baik gas, cair maupun padat pada umumnya termasuk dalam kategori limbah B3 (bahan berbahaya dan beracun) [1].

Industri tekstil salah satunya, kebanyakan industri tekstil menggunakan pewarna sintetis dengan alasan murah, tahan lama, mudah diperoleh dan mudah dalam penggunaannya, namun limbah dari industri tekstil tersebut umumnya merupakan limbah yang berbahaya bagi lingkungan karena sulit terdegradasi secara alami yaitu zat warna yang merupakan bahan utama dalam industri tekstil [2]. Dalam industri tekstil, zat warna merupakan salah satu bahan baku utama yaitu sekitar 10-15% dari zat warna yang sudah digunakan tidak dapat digunakan kembali dan harus dibuang. Selain dapat mencemari lingkungan, zat warna tersebut juga dapat membahayakan lingkungan dan mengganggu

kesehatan [3]. Salah satu zat warna berbahaya adalah rhodamin B.

Rhodamin B mengandung gugus amino yang bersifat basa dan inti benzena sehingga termasuk senyawa yang sulit didegradasi oleh mikroorganisme secara alami [4]. Rhodamin B berbentuk serbuk kristal, tidak berbau, berwarna kehijauan, berwarna merah keunguan pada konsentrasi tinggi dan berwarna merah terang pada konsentrasi rendah [5]. Masuknya zat warna rhodamin B dalam perairan merupakan permasalahan lingkungan yang serius. Molekul rhodamin B sangat berbahaya jika masuk ke dalam tubuh manusia karena dapat menyebabkan berbagai penyakit salah satunya adalah kanker hati [4].

Berbagai metode telah dilakukan untuk menghilangkan zat warna yaitu oksidasi kimia dengan ozon, UV ditambah  $\text{H}_2\text{O}$ , bioremediasi anaerobik, adsorpsi, dan lain-lain. Diantara metode metode tersebut metode adsorpsi merupakan metode yang efektif untuk menghilangkan zat warna dari limbah cair [5]. Penanganan limbah dalam lingkungan air yaitu dengan mengadsorpsi limbah ke dalam suatu media. Hal ini dapat dilakukan dengan memasukkan adsorben kedalam air sehingga limbah

yang terdapat dalam air akan diserap ke permukaan maupun ke dalam adsorben [3].

Ada banyak senyawa yang dapat digunakan untuk adsorpsi diantaranya zeolite, arang aktif dan  $Fe_3O_4$  [6]. Material  $Fe_3O_4$  sangat menarik untuk diteliti karena sifatnya yang supermagnetik, memiliki kadar toksik yang rendah dan mudah dipreparasi. Namun  $Fe_3O_4$  mudah mengalami agregasi dan tidak stabil dalam kondisi asam [7].

Metode adsorpsi umumnya berdasarkan interaksi dengan gugus fungsional yang ada pada permukaan adsorben melalui interaksi pembentukan kompleks. Adsorpsi biasanya terjadi pada permukaan padatan yang kaya akan gugus fungsional seperti: -OH, -NH, -SH dan -COOH. Pengikatan logam dari bahan organik penting untuk dipelajari karena spesiasi logam-logam dalam cairan limbah buangan didominasi oleh kompleks organik-logam dan dilingkungan tanah keberadaan logam-logam juga dipengaruhi oleh bahan organik tanah khususnya adalah senyawa humat [8].

Senyawa humat yang berasal dari tanah gambut terbagi menjadi tiga fraksi antara lain fraksi asam humat, asam fulvat dan humin [9]. Asam fulvat sebagai salah satu zat humat yang memiliki total lebih tinggi keasaman karena waktu proses humifikasi yang singkat. Pemanfaatan asam fulvat dalam penghilangan ion logam berat baik melalui adsorpsi maupun reduksi foto. Pelapisan magnetit oleh asam humat telah banyak dilaporkan sebagai adsorben logam berat dalam air. Studi terbaru menunjukkan bahwa asam humat tinggi afinitas dengan partikel  $Fe_3O_4$  dan mampu meningkatkan stabilitas dispersi nanopartikel  $Fe_3O_4$  untuk mencegah agregasi [10].

Berdasarkan uraian di atas, maka dilakukan penelitian preparasi adsorben  $Fe_3O_4$  berlapis AF dari tanah gambut yang berasal dari daerah Samboja, Kutai Kartanegara dengan metode kopresipitasi. Karakterisasi  $Fe_3O_4$ -AF dilakukan analisis FTIR, XRD, SEM dan VSM. Aplikasi dilakukan untuk mengetahui kondisi pH optimum adsorpsi rhodamin B pada  $Fe_3O_4$ -AF.

## METODE PENELITIAN

### Ekstraksi AF

Proses pembuatan AF dari tanah gambut dilakukan dengan cara mengeringkan tanah gambut kemudian diayak tanah gambut. Tanah gambut 200g diekstrak dalam 2000 mL NaOH selama 1 jam dan digojog 24 jam. Supernatan didekantir lalu ditambah

HCl 6 M hingga pH 1 dan didiamkan 16 jam, hingga terbentuk 2 lapisan, lapisan atas supernatan AF dan lapisan bawah AH terpresipitasi. Disentrifugasi 3000 rpm selama 30 menit, diperoleh supernatan AF yang lanjut diuapkan pada 60°C hingga diperoleh padatan coklat [10]. Padatan coklat yakni asam fulvat (AF) dilakukan karakterisasi analisis FT-IR, XRD, SEM.

### Pembuatan $Fe_3O_4$ -AF

Proses pembuatan  $Fe_3O_4$ -AF dilakukan dengan cara menyiapkan 4 g  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  dan 2 g  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  dilarutkan aquades 25 mL. Campuran dipanaskan pada 90°C dengan pengadukan *magnetic stirrer* 30 menit. Kemudian ditambahkan bertahap  $NH_4OH$  25% dalam campuran sampai pH 9 kemudian secara cepat ditambahkan 1 g AF. Endapan disaring menggunakan kertas saring, dibilas dengan aquades hingga netral. Dikeringkan menggunakan desikator semalaman hingga kering. [10]. Karakterisasi  $Fe_3O_4$ -AF dilakukan analisis FTIR, XRD, SEM dan VSM.

### Penentuan pH optimum adsorpsi Rhodamin B pada $Fe_3O_4$ -AF

Adsorben  $Fe_3O_4$ -AF dengan massa 20 mg, masing-masing dimasukkan kedalam larutan zat warna rhodamin B dengan konsentrasi 10 mg/mL pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 dengan menambahkan HCl atau NaOH kemudian digoyang dengan shaker selama 120 menit. Adsorben  $Fe_3O_4$ -AF dipisahkan dari larutan zat warna serta larutan tersisa diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

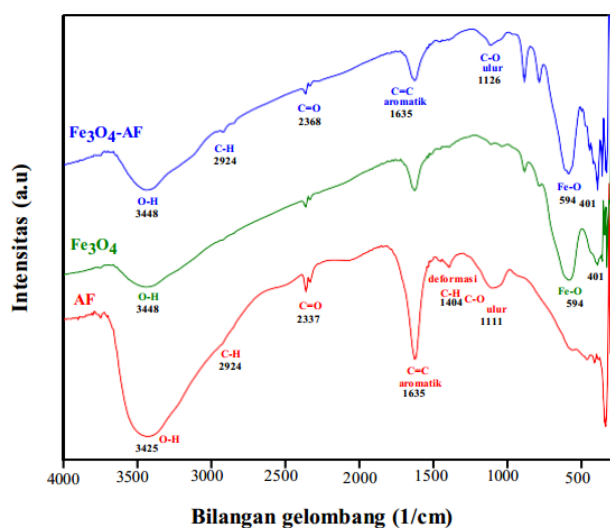
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Adsorben  $Fe_3O_4$ -AF telah berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi, dimana AF diekstrak dari tanah gambut daerah Samboja Kalimantan. Padatan AF yang diperoleh berupa padatan coklat yang ditambahkan dalam pembuatan  $Fe_3O_4$  sehingga terbentuk  $Fe_3O_4$ -AF berupa padatan berwarna hitam yang secara masih memiliki sifat magnet ketika didekatkan magnet eksternal.



**Gambar 1.** Padatan  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  didekatkan magnet eksternal

Karakterisasi spektra FTIR AF,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  ditunjukkan pada Gambar 2 berikut:

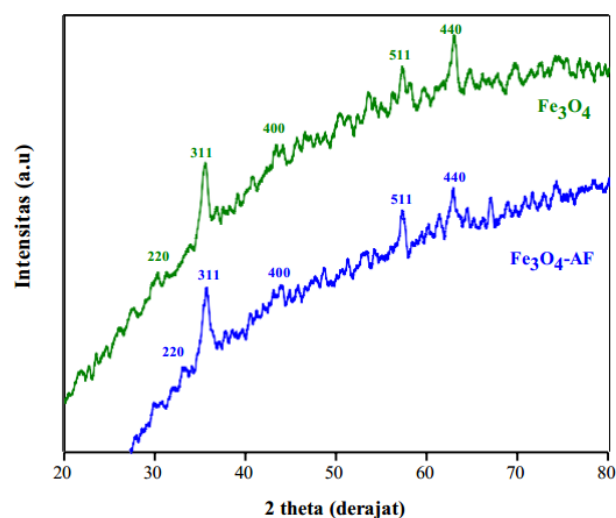


**Gambar 2.** Spektra FTIR  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$

Spektra FTIR senyawa AF, muncul bilangan gelombang 3425  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur gugus  $-\text{OH}$ , vibrasi ulur C-H alifatik alifatik pada 2924  $\text{cm}^{-1}$ , vibrasi ulur C=C aromatik dan C=O karboksilat pada 1635  $\text{cm}^{-1}$ , deformasi C-H pada 1404  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus C-H pada karboksilat. Hal ini sesuai dengan vibrasi gugus fungsional penelitian Jayaganesh dan Senthurpandian tahun 2010 [11]. Spektra FTIR  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , muncul bilangan gelombang khas 594 dan 401  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur Fe-O serta vibrasi tekuk dan ulur gugus  $-\text{OH}$  pada permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada 1625 dan 3448  $\text{cm}^{-1}$ . Adanya gugus  $-\text{OH}$  menunjukkan terbentuknya  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dan  $\text{FeOOH}$  karena hidrolisis pada permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hal ini menunjukkan bahwa proses kristalisasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  belum sempurna [12]. Sedangkan pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  menunjukkan vibrasi Fe-O pada 594 dan 401  $\text{cm}^{-1}$ , vibrasi ulur OH pada

3448  $\text{cm}^{-1}$  dan vibrasi ulur C-H alifatik pada 2924  $\text{cm}^{-1}$ . Intensitas vibrasi ulur C=C aromatik dan C=O karboksilat pada 1635  $\text{cm}^{-1}$ , turun menunjukkan adanya interaksi antara gugus karboksil dengan permukaan Fe-O dan hilangnya deformasi C-H pada 1404  $\text{cm}^{-1}$ . Pergeseran bilangan gelombang pada gugus C-H pada karboksilat pada 1126  $\text{cm}^{-1}$ , juga menunjukkan telah terjadi interaksi pada gugus karboksilat.

Difraktogram XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  ditunjukkan pada Gambar 3 berikut:



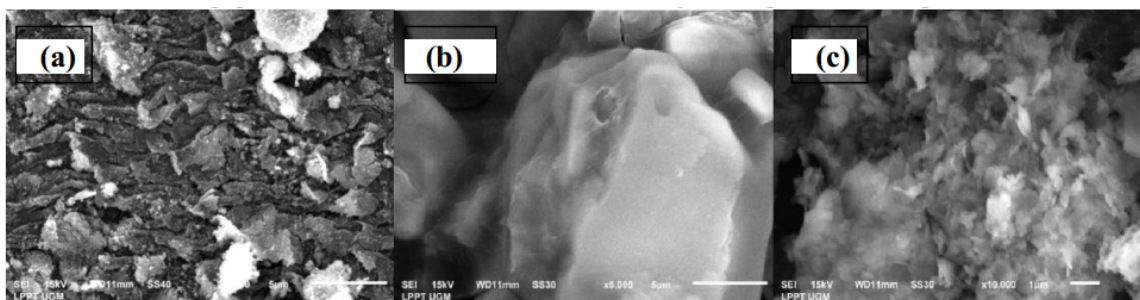
**Gambar 3.** Difraktogram XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$

Material  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  diperoleh hasil karakterisasi struktur kristal pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  diukur dengan menggunakan XRD. dengan rentang sudut difraksi  $2\theta$   $0^\circ\text{--}80^\circ$  menunjukkan bahwa puncak difraktogram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada  $2\theta = 30,17^\circ; 35,43^\circ; 43,20^\circ; 57,13^\circ; \text{ dan } 62,79^\circ$  yang merupakan refleksi dari (220) (311) (400) (511) dan (440). Hal ini sesuai dengan puncak data standar untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (JCPDS-ICDD No 07-032 untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Difraktogram  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  diperoleh puncak difraksi yang mirip dengan puncak  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yakni pada  $2\theta = 29,91^\circ; 35,56^\circ; 43,83^\circ; 57,16^\circ; \text{ dan } 62,62^\circ$  dengan sedikit pergeseran di sudut difraksi  $2\theta$ . Hal ini terjadi karena pengaruh AF yang juga memiliki struktur kristal halus dan tajam. Namun demikian, secara umum penyalutan AF pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tidak mengubah struktur kristal dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [13].

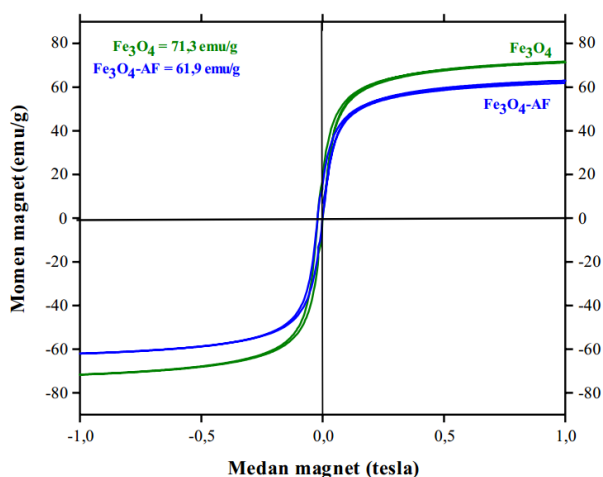
Hasil morfologi permukaan AF,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AF}$  ditunjukkan gambar SEM pada Gambar 4. Hasil analisa SEM (Gambar 4) pada material foto (a)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terlihat berbentuk sferis (bola-bola kecil) dan foto (b)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang relatif homogen saat

dianalisis pada perbesaran 50.000x. [14] Soerja (c) Asam Fulvat morfologis terlihat berbentuk koloid rigid dengan permukaan yang halus. Sedangkan foto (d)  $Fe_3O_4$ -AF terlihat bentuk koloid rigid dengan

permukaan halus pada AF tidak terlihat jelas, permukaan AF tampak tertempel pada magnetit walaupun belum dilakukan analisis SEM.



**Gambar 4.** a) Foto SEM  $Fe_3O_4$  perbesaran 5.000x; b) AF perbesaran 50.000x; c)  $Fe_3O_4$ -AF perbesaran 10.000x

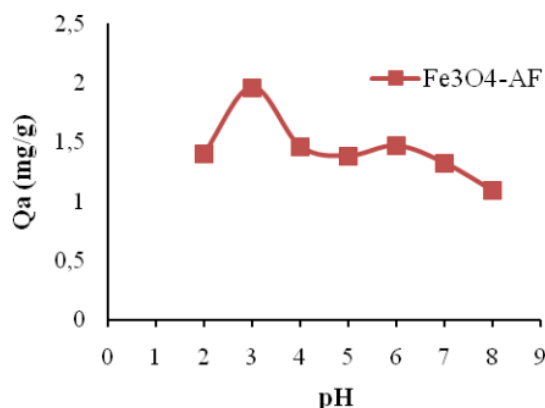


**Gambar 5.** Kurva Histeresis VSM Hasil Pengukuran Sampel  $Fe_3O_4$  dan  $Fe_3O_4$ -AF

Hasil kurva histeresis VSM pada Gambar 5. dengan rentang medan -1 sampai 1 tesla, pada  $Fe_3O_4$  mempunyai nilai saturasi magnet sebesar 71,33 emu/g. Sedangkan pada  $Fe_3O_4$ -AF mempunyai nilai saturasi magnet dikarenakan akibat adanya fraksi non magnetik, yaitu asam fulvat. Selain itu, juga terdapat kemungkinan  $Fe_3O_4$ , teroksidasi pada saat proses pembuatannya  $Fe_3O_4$ -AF.

Pengaruh pH adsorpsi rhodamin B pada  $Fe_3O_4$ -AF ditunjukkan pada Gambar 6. Adsorpsi zat warna rhodamin B pada  $Fe_3O_4$ -AF optimum pada pH 3 dengan  $Q_a$  sebesar 1,96 mg/g. Hal ini karena dominasi gugus karboksilat pada  $Fe_3O_4$ -AF maka pada  $pH < 3$ ,  $Fe_3O_4$ -AF akan terprotonasi menjadi (-COOH) yang berakibat lemahnya interaksi dengan rhodamin B bermuatan positif. Disamping itu pada pH sangat rendah,  $Fe_3O_4$ -AF tidak stabil karena

mudah larut. Pada  $pH=3$ ,  $Fe_3O_4$ -AF akan terdeprotonasi menjadi -COO- yang akan berinteraksi kuat dengan rhodamin B bermuatan positif. Sedangkan pada pH semakin besar gugus aktif -COO- akan berinteraksi dengan dwi kutub ion rhodamin B yang dipengaruhi naiknya pH sehingga interaksi penyerapan  $Fe_3O_4$ -AF dengan rhodamin B semakin melemah [15].



**Gambar 6.** Pengaruh variasi pH terhadap adsorpsi rhodamin B pada  $Fe_3O_4$ -AF

### KESIMPULAN

Telah berhasil dilakukan sintesis  $Fe_3O_4$ -AF dengan karakterisasi munculnya gugus khas Fe-O, O-H, C-H, C=C dan C=O. Tidak terjadi perubahan struktur kristal pada  $Fe_3O_4$ -AF. Morfologi permukaan  $Fe_3O_4$ -AF berbentuk koloid rigid AF tertempel bulatan sferis  $Fe_3O_4$  dan nilai saturasi magnet  $Fe_3O_4$ -AF mengalami penurunan dibanding  $Fe_3O_4$ . Adsorpsi rhodamin B pada  $Fe_3O_4$ -AF optimum pada pH 3 dengan daya serap 1,96 mg/g.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Asip, F., Mardhiah, R., dan Husma. 2018. Uji Efektifitas Cangkang Telur dalam Mengadsorpsi Ion Fe dengan Proses Batch. *Jurnal Teknik Kimia* Vol. 1 No. 2.
- [2] Charismayani., Saputra, E., dan Fadli, A.,. 2017. Adsorpsi Zat Warna Rhodamin B menggunakan Fly Ash Sawit yang Dimodifikasi dengan NaOH sebagai Adsorben. *Jurnal Teknik* Vol. 4 No.2.
- [3] Sukmawati, P dan Utami, B., 2014. Adsorpsi Zat Pewarna Tekstil Malachite Green menggunakan Adsorben Kulit Buah Kakao (*Theobroma cacao*) Teraktivasi HNO<sub>3</sub>. *Prosiding Seminar Nasional Fisika dan Pendidikan Fisika (SNFPF)* Vol. 5 No. 1 ISSN:2302-7827.
- [4] Setiyanto., I.R. dan Laeli K. 2015. Adsorpsi Pewarna Tekstil Rodhamin B menggunakan Senyawa Xanthatpulpua Kopi. *Jurnal Momentum* Vol. 11 No. 1 Hal 24-28.
- [5] Kurniasih, M., Anung R. dan Anas R. 2014. Adsorpsi Rhodamin B dengan Adsorben Kitosan Serbuk dan Beads Kitosan. *Jurnal* Vol. 2 No.2, ISSN 2302-7290.
- [6] Maylani, Amanda S., Triastuti S. dan Ella K. 2016. Preparasi Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (magnetit) serta Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium. *Indo. J. Chem. Sci* 5(2).
- [7] Susanto., Ricka P. dan Theodor C. M. Bolle. 2015. Pengaruh Pelarut Terhadap Dispersi Partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Sitrat. *Jurnal Sains Materi Indonesia* Vol. 17 No. 4 Hal.153-159.
- [8] Rahmawati, A. 2011. Pengaruh Derajat Keasaman Terhadap Adsorpsi Logam Kadmium (II) dan Timbal (II) pada Asam Humat. *Jurnal Penelitian Sains & Teknologi* Vol. 12 No. 1:1-14.
- [9] Ardhayanti, L. I. 2017. Aplikasi Humin pada Proses Adsorpsi Resuktif AuCl<sub>4</sub><sup>-</sup> Dibawah Pengaruh Sinar UV. *Jurnal Sains dan Teknologi* Vol. 6 No.1.
- [10] Krisbiantoro, P.A., Santosa, SJ., dan Kunarti, E.S. 2017. Synthesis of Fulvic Acid-Coated Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-FA) and Its Application for the Reductive Adsorption of [AuCl<sub>4</sub>], *Indonesia J. Chem.*, 17(3), 453-460.
- [11] Jayaganesh, S., and Senthurpandian, V.K., 2010, Extraction and characterization of humic and fulvic acids from latosols under tea cultivation in South, India, *Asian J. Earth. Sci.*, 3 (3), 130–135.
- [12] Lu, A.H., Salabas, E.L., dan Schuth F. 2007. Magnetic Nanoparticles; Synthesis, Protection, Functionalization and Application, *Angwandte Chemie International Edition*. 46: 1222-1244.
- [13] Amanda, M.P.S, Alexandre C. B, Ana, C. C.P, Borges, Raphael A.B., Jerusa S.G dan Marcello G. T, 2017, New Organomineral Complex from Humic Substances Extracted from Poultry Wastes: Synthesis, Characterization and Controlled Release Study, *J. Braz. Chem. Soc.*, , 1-11.
- [14] Koesnarpadi, S., Santosa, S.J., Siswanta, D., dan Rusdiarso, B., 2015, Synthesis and characterization of magnetite nanoparticle coated humic acid (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/HA), *Procedia Environ. Sci.*, 30, 103–108.
- [15] Peng, L., Pufeng Qin., Ming Lei., Qingru Zeng., Huijuan Song., Jiao Yang., Jihai Shao., Bohan Liao., Jodong Gu. 2012. Modifying Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles with Humic Acid for Removal of Rhodamine B in Water. *Journal of Hazardous Materials* 209-210 (193-198).