

Sintesis dan Karakterisasi Lempung Magnetik (*Mg/Al-Fe Hydrotalcite*) serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Asam Fulvat

Irwan Agung Saputro¹, Karmanto²

¹Researcher of QA, PT De Glow International

²Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga
irwanagungsaputro@gmail.com

ABSTRAK

Sintesis lempung magnetik (*Mg/Al-Fe Hydrotalcite*) serta aplikasinya sebagai adsorben asam fulvat telah dilakukan. *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* disintesis dengan cara mereaksikan larutan $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (1:1) dengan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (2:1) menggunakan metode kopresipitasi serempak pada interval pH 10-13. Kajian sintesis meliputi kajian karakteristik padatan hasil sintesis menggunakan difraktometer sinar-X dan spektrometer FTIR, uji kemagnetan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* menggunakan medan magnet luar serta uji kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* dalam berbagai pH medium. Asam fulvat diisolasi menggunakan larutan metanol dan dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR. Kajian adsorpsi dan desorpsi asam fulvat dipelajari dengan mengkaji kinetika adsorpsi asam fulvat oleh *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* serta pengaruh waktu terhadap konsentrasi asam fulvat terdesorpsi dari *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*. Hasil karakterisasi menunjukkan karakteristik puncak serta gugus fungsi *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* dalam difraktogram sinar-X dan spektra FTIR. Kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* cenderung stabil pada pH di atas 3. Berdasarkan data spektra FTIR, asam fulvat Teluk Panji memiliki gugus fungsi utama yaitu $-\text{COOH}$ (alifatik dan aromatik) dan gugus $-\text{OH}$ fenolat. Hasil pola adsorpsi asam fulvat oleh *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* merupakan kinetika reaksi orde satu yang mencapai kesetimbangan dengan konstanta laju reaksi (k_1) sebesar 24×10^{-4} menit⁻¹. Hasil karakterisasi pasca adsorpsi menunjukkan bahwa asam fulvat masuk ke dalam antar lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* yang dibuktikan dengan peningkatan harga *basal spacing* pada d_{003} yang merupakan karakteristik dari *hydrotalcite*. Pengaruh waktu terhadap konsentrasi asam fulvat terdesorpsi menunjukkan asam fulvat mampu terdesorpsi dari *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* sebesar 82,83% atau sebesar 18,52 mg/L dari konsentrasi total 22,3556 mg/L. Kata kunci: *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*, adsorpsi, desorpsi, asam fulvat.

Kata kunci: adsorpsi; desorpsi; asam fulvat; *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*.

ABSTRACT

Synthesis of magnetic clay (Mg / Al-Fe Hydrotalcite) and its application as fulvic acid adsorbent has been carried out. Mg / Al-Fe Hydrotalcite was synthesized by reacting $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (1: 1) solutions with $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (2: 1) using the coprecipitation method simultaneously at pH intervals 10-13. Synthesis studies include the study of the characteristics of solids synthesized using X-ray diffractometer and FTIR spectrometers, Mg / Al-Fe Hydrotalcite magnetism test using an external magnetic field and Mg / Al-Fe Hydrotalcite stability test in various medium pH. Fulvic acid was isolated using methanol solution and characterized using FTIR spectroscopy. The study of fulvic acid adsorption and desorption was studied by studying the fulvic acid adsorption kinetics by Mg / Al-Fe Hydrotalcite and the effect of time on the concentrated fulvic acid concentration of Mg

/ Al-Fe Hydrotalcite. The characterization results showed the characteristics of the peak and the functional group Mg / Al-Fe Hydrotalcite in X-ray diffractogram and FTIR spectra. The stability of Mg / Al-Fe Hydrotalcite tends to be stable at pH above 3. Based on FTIR spectra data, Telukpanji fulvic acid has the main functional groups namely -COOH (aliphatic and aromatic) and phenol-OH groups. The results of the adsorption pattern of fulvic acid by Mg / Al-Fe Hydrotalcite are first order reaction kinetics that reach equilibrium with a reaction rate constant (k_1) of $24 \times 10^{-4} \text{ minutes}^{-1}$. The results of post-adsorption characterization showed that fulvic acid entered into the inter-layer of Mg / Al-Fe Hydrotalcite as evidenced by the increase in basal spacing prices in d003 which is a characteristic of hydrotalcite. The influence of time on the concentrated fulvic acid concentration showed that the fulvic acid could be desorbed from Mg / Al-Fe Hydrotalcite by 82.83% or 18.52 mg / L from a total concentration of 22.3556 mg / L.

Keywords: Mg/Al-Fe Hydrotalcite, adsorption, desorption, fulvic acid

PENDAHULUAN

Lempung merupakan salah satu mineral dengan berbagai aplikasi yang luas seperti keramik, material bangunan, dan juga dalam bidang kimia mempunyai peranan yang penting khususnya sebagai adsorben. Lempung dikelompokkan menjadi dua yaitu lempung kationik dan lempung anionik. lempung anionik mempunyai kemampuan mengikat anion seperti *Hydrotalcite*. *Hydrotalcite* dapat digunakan sebagai adsorben senyawa anorganik maupun senyawa organik karena memiliki kemampuan yang baik untuk memisahkan partikel-partikel koloid dengan ukuran yang sangat halus. Prinsip kerjanya melalui pertukaran ion pada permukaan adsorben maupun pada bidang antar lapisnya dengan senyawa yang ingin diadsorpsi (Xiao, dkk., 2011).

Hydrotalcite merupakan adsorben yang baik dalam perairan sehingga sering digunakan dalam proses pengolahan air bersih, khususnya perairan yang memiliki kandungan senyawa organik tinggi. Air gambut merupakan perairan yang memiliki kadar senyawa organik terlarut sangat tinggi berkisar antara 243-290 mg/L, sedangkan ambang batas maksimum zat organik dalam air konsumtif adalah 10 mg/L (Elfiana dan Zulfikar, 2012). Warna keruh pada air gambut disebabkan oleh senyawa-senyawa humus yang terkandung di dalam air tersebut. Kandungan senyawa humus yang terdapat pada air gambut

adalah asam humat, asam fulvat, dan humin.

Asam fulvat adalah fraksi dari senyawa humat dengan bobot molekul yang kecil, senyawa rantai pendek, berwarna kuning, larut dalam asam maupun basa (Supriyati, 2007). Asam fulvat keberadaannya di perairan dapat menjadi faktor penurunan kualitas air, karena dapat menyebabkan rasa asam yang tidak enak serta warna yang keruh pada perairan.

Usaha untuk meminimalkan kandungan asam fulvat dalam perairan merupakan langkah yang sangat penting untuk dilakukan. Pada penelitian ini, *Mg/Al Hydrotalcite* dimodifikasi dengan penambahan ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} hasilnya adalah adsorben *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* yang diharapkan memiliki sifat magnet sehingga proses pemisahan adsorben dan adsorbat pasca adsorpsi dapat dilakukan menggunakan medan magnet eksternal.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat digunakan adalah Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat gelas, pH meter (Orion 920A), termometer, *hot plate and stirrer*, neraca analitik (BP 110 Sartorius), oven listrik (Heraeus UT 6120), lumpang dan mortal agat, sentrifuge, *shaker*, difraktometer sinar-X (Shimadzu XRD-6000), *Flourier*

Transform InfraRed (FTIR), spectrometer UV-Visible (Hitachi U2010), dan magnet neodimium sebagai separator

Bahan yang digunakan adalah feri klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) buatan E. Merck, fero sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) buatan E Merck, magnesium nitrat heksahidrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) buatan E. Merck, aluminium nitrat nonahidrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot (\text{H}_2\text{O})$) buatan E. Merck, natrium hidroksida (NaOH) buatan E. Merck, Asam Nitrat (HNO_3) buatan E. Merck, akuabides buatan PT. Otsuka Indonesia, kertas saring whatman 42, kertas pH dan asam fulvat hasil isolasi tanah gambut dari Teluk Panji, Labuhanbatu Selatan, Sumatera Utara.

Prosedur

a. Isolasi asam fulvat

Sebanyak 50 g tanah gambut dimasukkan ke dalam gelas kimia 1 liter. ditambahkan 500 mL metanol (1:10). Campuran kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dan didiamkan selama 24 jam. Supernatan yang terbentuk didekantir, kemudian diasamkan dengan larutan HNO_3 6 N hingga mencapai pH 1. Campuran didiamkan kembali selama 20 jam. Supernatan yang terbentuk diambil dan diuapkan pelarutnya menggunakan *hot plate* pada temperatur 70°C . Asam fulvat kering hasil ekstraksi dikarakterisasi menggunakan *Flourier Transform Infra Red (FTIR)*.

b. Sintesis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*

Sintesis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* dilakukan dengan mencampurkan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (1:1) ke dalam labu leher tiga yang mengandung larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (2:1) kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan dijaga pada suhu 60°C dengan interval pH 10-13 kemudian ditambahkan 0,5 M NaOH tetes demi tetes. Selanjutnya, campuran dihidrotomal pada suhu 110°C selama 5 jam. Hasil padatan dicuci dengan akuabides hingga pH filtrat netral, kemudian endapan dikeringkan dalam oven pada temperatur

110°C . Padatan kristal yang diperoleh selanjutnya diidentifikasi dan dikarakterisasi menggunakan *difraktometer sinar-X (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.

c. Uji kemagnetan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* menggunakan medan magnet luar



Gambar 1 Mekanisme Pemisahan Adsorben dan Adsorbat Pasca Adsorpsi Menggunakan Medan Magnet Eksternal.

Beberapa g serbuk hasil sintesis dimasukkan kedalam suatu wadah, kemudian ditarik dengan pengaduk magnet dari luar wadah, diamati apakah serbuk tersebut dapat ditarik. Jika padatan *Mg/AlFe Hydrotalcite* dapat tertarik oleh magnet eksternal, maka pemisahan antara adsorben dan adsorbat dapat menggunakan metode sesuai gambar 1 Keterangan gambar :

- A = Adsorbat + adsorben pasca adsorpsi
- B = Penampung adsorbat
- C = Magnet eksternal yang akan menjerat adsorben
- D = Jalur pemisahan
- E = Penopang

d. Uji kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* terhadap pH

Pelarut akuabides dibuat sederet dengan variasi pH 1, 3, 5, 7, 9, 11 dan 13. Pada masing-masing pelarut tersebut 0,2 g *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* ditambahkan, kemudian *dishaker* selama 200 menit. Selanjutnya, endapan disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperature 100°C . Endapan kering ditimbang dan dibuat grafik pH versus persen berat *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* yang tersisa.

2. Kinetika adsorpsi asam fulvat pada Mg/Al - FeHydrotalcite

Sebanyak 0,05 g Mg/Al-Fe Hydrotalcite diinteraksikan dengan 20 mL asam fulvat dengan konsentrasi 50 mg/L dalam Erlenmeyer 50 mL pada pH 5. Waktu interaksi ditentukan pada waktu 5, 20, 30, 120, 180, 360, dan 380 menit. Campuran digojok menggunakan shaker waterbath kemudian pemisahan antara adsorben dan adsorbat dilakukan dengan cara menjerat adsorben menggunakan medan magnet eksternal. Selanjutnya masing-masing filtrat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Visible.

3. Kajian desorpsi asam fulvat dari Mg/Al - FeHydrotalcite

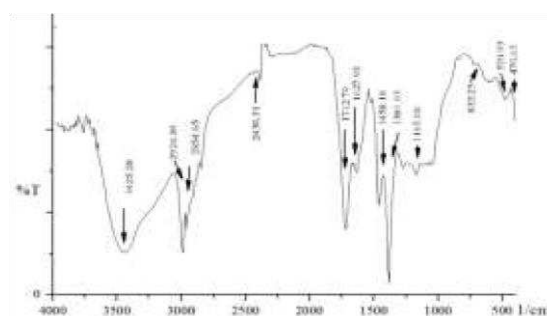
a. Karakterisasi Mg/Al - FeHydrotalcite pasca adsorpsi

Sebanyak 0,7g Mg/Al - FeHydrotalcite diinteraksikan dengan 50 mg/L larutan asam fulvat pada pH 5 selama 6 jam. Selanjutnya, adsorbat dan adsorben dipisahkan dengan cara menjerat adsorben menggunakan medan magnet eksternal. Endapan adsorben pasca adsorpsi dikeringkan pada temperatur 70°C selama 2 jam lalu dikarakterisasi menggunakan Fourier Transform InfraRed (FTIR) dan difraktometer sinar-X (XRD).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Interpretasi spektra inframerah menunjukkan bahwa asam fulvat hasil isolasi didominasi oleh gugus aktif hidroksil (-OH) fenolat maupun alkoholat dan karboksilat (-COOH). Gugus fungsi -OH teramati dengan puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 3425,58 cm⁻¹, sedangkan gugus -COOH memiliki serapan pada bilangan gelombang 1381,03 cm⁻¹ diperkuat dengan munculnya puncak serapan pada bilangan gelombang 1712,79 cm⁻¹ yang merupakan serapan dari

b. Desorpsi asam fulvat dari Mg/Al FeHydrotalcite Sebanyak 0.1g Mg/Al - FeHydrotalcitefulvat dilarutkan dalam 15 mL NaOH 0,5 M dan digojok menggunakan shaker waterbath dengan variasi waktu 5, 15, 30, 60, 120, dan 240 menit. Mg/Al - FeHydrotalcitepasca desorpsi dipisahkan dengan filtratnya menggunakan medan magnet eksternal. Masing-masing filtrat diukur absorbansinya menggunakan gelombang 1712,79 cm⁻¹ yang merupakan serapan dari gugus karbonil (C=O).



Gambar2. Spektra FTIR asam fulvat hasil isolasi

Untuk dapat membuktikan sifat magnetik dari material maka perlu dilakukan pengujian dengan caramenarik padatan Mg/Al-Fe Hydrotalcite menggunakan medan magnet luar. Hasil pengujian menunjukkan bahwa padatan Mg/Al-Fe Hydrotalcite bersifat magnetik sehingga dapat tertarik oleh medan magnet luar. Saat medan magnet luar ditempelkan

gugus karbonil (C=O).spektra FTIR asam fulvat disajikan padaGambar 2.

Interpretasi spektra inframerah menunjukkan bahwa asam fulvat hasil isolasi didominasi oleh gugus aktif hidroksil (-OH) fenolat maupun alkoholat dan karboksilat (-COOH). Gugus fungsi -OH teramati dengan puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 3425,58 cm⁻¹, sedangkan gugus -COOH memiliki serapan pada bilangan gelombang 1381,03 cm⁻¹ diperkuat dengan munculnya puncak serapan pada bilangan Fe Hydrotalcite yang mula-mula diam akan bergerak kearah magnet.Magnetit menunjukkan sifat listrik dan magnet yang

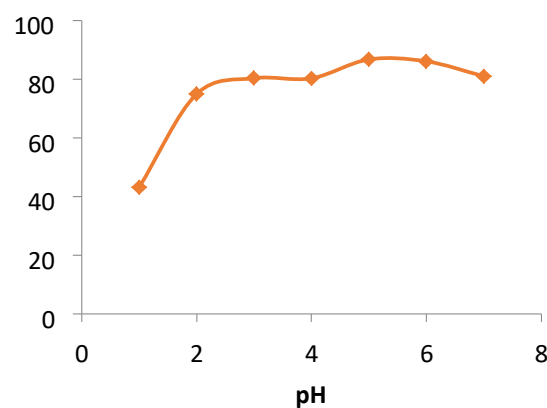
didasarkan pada transfer elektron di antara ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} pada sisi oktahedral (Yan, dkk., 2009). Magnetit dapat tertarik medan magnet dengan kuat namun sifat kemagnetannya akan hilang setelah medan magnet dihilangkan. Berdasarkan sifat magnet yang dimiliki material hasil sintesis,

pemisahan material adsorben dari adsorbat pasca adsorpsi dapat dilakukan menggunakan medan magnet eksternal melalui jalur pemisahan pada gambar.1(Chang, dkk., 2011).

4. Kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* terhadap pH

Uji kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* dilakukan untuk mengetahui pengaruh pH terhadap stabilitas material, untuk mengetahuinya maka dilakukan pengujian dengan menambahkan 0,2 g *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* kedalam akuades dengan variasi pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, dan 13. Selanjutnya, larutan diaduk menggunakan *shaker waterbath* selama 200 menit, kemudian endapan disaring dan dikeringkan dalam oven. Setelah kering endapan ditimbang kembali. dibuat grafik persentase sisa *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* lawan pH. Grafik kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* pada berbagai pH ditunjukkan pada Gambar 3.

Berdasarkan grafik kestabilan material sintesis, padatan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* relatif stabil pada pH di atas 3. *Mg/Al Hydrotalcite* terbentuk pada interval pH 9-13 (Karmanto, 2006). Akan tetapi, pada gambar 3 memperlihatkan bahwa menyebabkan kompetisi antara anion pada antar lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* dengan anion OH^- dalam larutan (Chang, dkk., 2011). Ion OH^- terbentuk akibat penambahan NaOH yang semakin banyak pada *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*. Hal yang sama terjadi pada rentang pH di bawah 3 yang kurang stabil. Pada pH di bawah 3 kandungan ion H^+ cukup besar sehingga anion-anion dalam bidang antar lapis seperti ion nitrat dan hidroksida lebih banyak yang berikatan dengan H^+ membentuk asam nitrat dan molekul air. Akibat berkurangnya anion-anion tersebut menyebabkan lembar bidang lapis semakin bermuatan positif sehingga *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* menjadi tidak stabil.



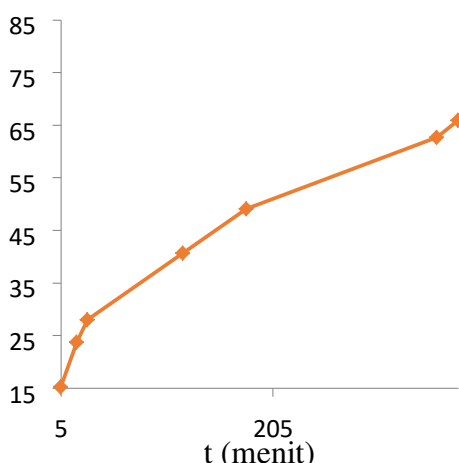
Gambar 3. Grafik kestabilan *Mg/Al-Fe*

pada pH 13 kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena pada pH tinggi semakin banyak anion OH^- dalam larutan yang akan

Hasil pengujian kestabilan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* terhadap pH relatif stabil pada pH di atas 3 disebabkan karena pada pH di atas 3 jumlah ion H^+ dalam larutan kecil, sehingga tidak banyak anion-anion pada daerah antar lapis ataupun ion hidroksida pada lembar bidang lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* yang mengikat H^+ dalam larutan. Data kestabilan material tersebut dapat digunakan sebagai dasar bahwa *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* hasil sintesis, dapat diaplikasikan langsung pada perairan gambut yang pada umumnya memiliki rentang pH 3-5 (Elfiana dan Zulfikar, 2012).

B. Kinetika Adsorpsi Asam Fulvat oleh Mg/Al-Fe Hydrotalcite

Kinetika adsorpsi menyatakan adanya proses penyerapan suatu zat oleh adsorben sebagai fungsi waktu (Atkins, 1999), sehingga kinetika adsorpsi asam fulvat pada Mg/Al-Fe Hydrotalcite dapat dipelajari dengan membuat pola adsorpsi antara persentase asam fulvat teradsorpsi lawan t (menit). Grafik persentase asam fulvat teradsorpsi lawan t (menit) disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4 Grafik persen asam fulvat teradsorpsi pada Mg/Al-Fe Hydrotalcite

Gambar 4 menunjukkan bahwa persen asam fulvat teradsorpsi berbanding lurus dengan waktu yang artinya semakin lama waktu interaksi semakin meningkat persen asam fulvat teradsorpsi. Terlihat bahwa pada interval waktu 0-30 menit terjadi kenaikan jumlah asam fulvat terdesorpsi dari Mg/Al-Fe Hydrotalcite hingga akhirnya tidak terjadi lagi perubahan yang signifikan pada menit ke-120 hingga akhir interaksi, hal tersebut karena permukaan maupun bagian antar lapis Mg/Al-Fe Hydrotalcite mulai penuh terisi oleh asam fulvat teradsorpsi.

Selanjutnya, ditentukan orde reaksi adsorpsi asam fulvat pada Mg/Al-Fe Hydrotalcite. Dari hasil persamaan kinetika reaksi adsorpsi asam fulvat pada Mg/Al-Fe Hydrotalcite menunjukkan bahwa reaksi yang terjadi adalah orde satu. Hal ini dilihat dari harga nilai R² pada orde satu merupakan yang terbesar dibandingkan

dengan orde dua maupun tiga. Berikut disajikan perhitungan orde reaksi pada Table.1.

Tabel.1. Perbandingan nilai koefisien korelasi orde satu, orde dua dan orde tiga.

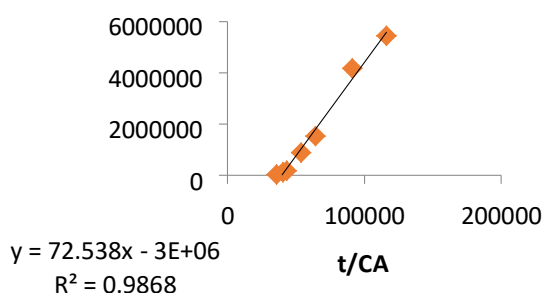
Orde Reaksi	Pers. Reaksi	Koef. Korelasi (R ²)	Koef. Laju Reaksi (k)
Orde 1	$\ln[A] = -kt + \ln[A]_0$	0,9768	0,0024 min ⁻¹
Orde 2	$1/[A] = kt + 1/[A]_0$	0,9558	21,160 min ⁻¹
Orde 3	$1/2[A]^2 = kt + 1/2[A]_0^2$	0,9003	198800 min ⁻¹

Tabel 1 menunjukkan bahwa kinetika adsorpsi Mg/Al-Fe Hydrotalcite mengikuti persamaan reaksi orde satu dengan harga R² sebesar 0,9768. Oleh karena itu, parameter kinetika (k₁) untuk adsorpsi asam fulvat pada Mg/Al-Fe Hydrotalcite ditentukan berdasarkan persamaan (12) dari penurunan rumusan kinetika orde satu yang mencapai kesetimbangan (Santosa dan Muzakky, 2002). Kinetika yang digunakan ditentukan dari persamaan (12) dengan membuat kurva $\ln \frac{C_{A0}}{C_A}$ lawan t/C_A akan diperoleh harga K dan k₁ dari intersep dan slop. Selain itu dibuat juga pembandingan persamaan reaksi orde satu umum, yakni grafik hubungan antara $\ln(C_A/C_{A0})$ lawan t. Apabila grafik yang didapat dari kinetika Santosa dan Muzakky menghasilkan garis yang lebih linear, maka dapat diartikan bahwa pola interaksi asam fulvat oleh Mg/Al-Fe Hydrotalcite melibatkan proses adsorpsi.

Tabel.2. Perbandingan nilai koefisien korelasi dari persamaan antara kinetika orde satu Santosa dan Muzakky dan orde satu umum untuk adsorpsi asam fulvat pada *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*.

Orde Reaksi	Pers. Reaksi	Koef. Korelasi (R ²)	Koef. Laju Reaksi (k)
Orde 1 (Santosa dan Muzakky)	$\ln \left[\frac{C_A - C_A^0}{C_A - C_A^0} \right] = k_1 t / C_A + K$	0,9868	72,53 menit ⁻¹
Orde 1 umum	$\ln \left(\frac{[A]}{[A]^0} \right) = k_1 t$	0,9768	0,0024 menit ⁻¹

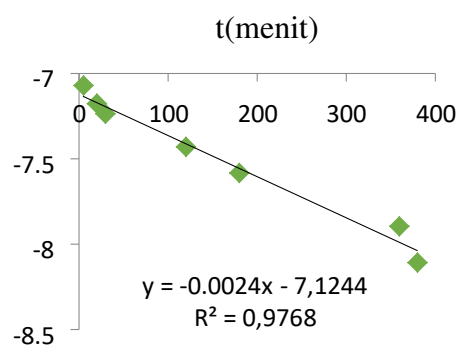
Grafik kinetika adsorpsi orde satu umum dan orde satu Santosa dan Muzakky disajikan pada Gambar 5 dan 6.



Gambar 5. Grafik kinetika adsorpsi orde satu (Santosa dan Muzakky) untuk adsorpsi asam fulvat pada *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*.

Grafik hubungan $\ln (C_{A0}/C_A)/C_A$ lawan t/C_A pada gambar 5 adalah linier, dengan nilai $R^2 = 0,9868$, harga konstanta laju reaksi (k_1) = 72,53 menit⁻¹ dan konstanta kesetimbangan (K) bernilai 3×10^6 . Karena K merupakan k_1/k_{-1} , maka harga konstanta laju desorpsi $k_{-1A} = 25,18 \times 10^{-5}$ menit⁻¹. Hal ini sesuai dengan asumsi dari rumusan kinetika adsorpsi (Santosa dan Muzakky, 2002) bahwa adsorpsi asam fulvat pada suatu kation merupakan adsorpsi orde satu yang mencapai kesetimbangan. Sebagai perbandingan terhadap data kinetika adsorpsi yang diperoleh dari rumusan kinetika adsorpsi orde satu yang mencapai kesetimbangan (Santosa dan Muzakky, 2002) maka telah dibuat juga grafik kinetika orde satu umum berupa grafik $\ln(C_A/C_{A0})$ lawan t yang disajikan pada Gambar 6.

Apabila adsorpsi asam fulvat oleh *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* adalah orde satu maka plot antara $\ln(C_A/C_{A0})$ lawan t haruslah menghasilkan hubungan yang linier (Atkins, 1999). Gambar 6 menunjukkan bahwa grafik $\ln(C_A/C_{A0})$ lawan t memberikan hubungan yang linear. Harga k_1 untuk reaksi orde satu adalah negatif dari nilai slope. Perhitungan slope pada plot grafik $\ln(C_A/C_{A0})$ vs t menghasilkan harga k_1 sebesar 24×10^{-4} dan R^2 sebesar 0,9768, meskipun harga konstanta laju reaksi tidak menunjukkan hasil yang sama dengan konstanta laju reaksi yang didapat dari kinetika orde satu (Santosa dan Muzakky, 2002). Maka dapat dikatakan bahwa kinetika pH 5 merupakan kinetika adsorpsi orde satu dengan orde satu yang mencapai kesetimbangan.

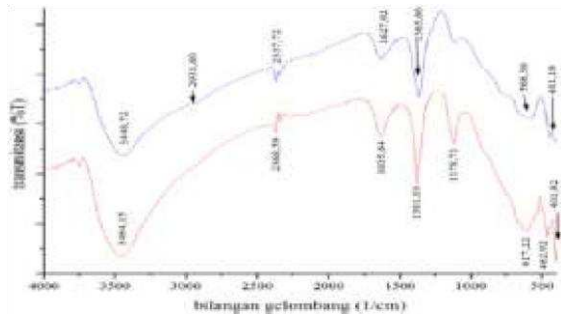


Gambar 6 Grafik kinetika adsorpsi orde satu umum untuk adsorpsi asam fulvat pada *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*.

C. Kajian Desorpsi Asam Fulvat dari *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*

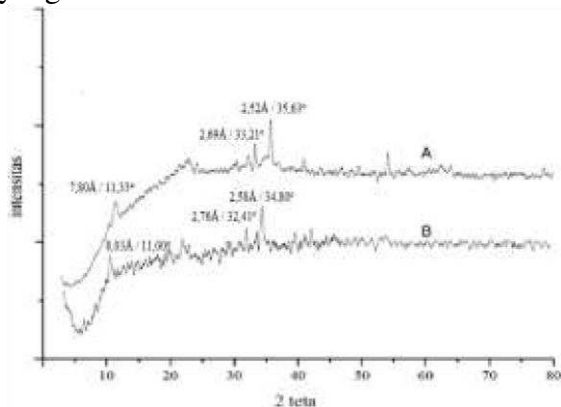
1. Karakteristik pasca adsorpsi

Karakterisasi material sintesis pasca adsorpsi menggunakan FTIR dan XRD dilakukan untuk mengetahui apakah terjadi proses adsorpsi asam fulvat dengan mengamati perubahan pita serapan anion pada bagian antar lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* serta pergeseran puncak pada spektra XRD. Data FTIR dan XRD pasca adsorpsi juga dapat dijadikan bukti bahwa proses adsorpsi asam fulvat pada *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* terjadi secara *monolayer*. Perubahan spektra infra merah *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* setelah proses adsorpsi ditampilkan pada gambar 7.



Gambar 7 Spektra infra merah (A) *Mg/Al-Fe Hydrotalcite-Fulvat* dan biru (B) *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*

Gambar 7 menunjukkan bahwa spektra FTIR *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* pasca mengadsorpsi asam fulvat mengalami penurunan dan pergeseran intensitas pita serapan pada daerah $3464,15\text{ cm}^{-1}$ menjadi $3448,72\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya pengurangan pada vibrasi stretching gugus hidroksi dari molekul H_2O yang terdapat pada daerah antar lapisnya karena adanya interaksi dengan gugus aktif asam fulvat. Hal ini juga diperkuat dengan bergesernya pita serapan pada bilangan gelombang $1635,64\text{ cm}^{-1}$ ke bilangan gelombang $1627,92\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi bending gugus hidroksi dari molekul H_2O . Terdapat pengurangan pita serapan ion nitrat (NO_3^-) pada daerah serapan $1381,05\text{ cm}^{-1}$ akibat substitusi anion pada daerah antar lapis dengan asam fulvat. Selain itu muncul juga pita serapan baru pada bilangan gelombang $2931,60\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan karakteristik dari C-H alifatik yang berasal dari struktur asam fulvat.



Gambar 8. Difraktogram (A) *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* (B) *Mg/Al-Fe Hydrotalcite-Fulvat*

Interpretasi dengan difraktometer sinar-X dimaksudkan untuk mengetahui

apakah terjadi adsorpsi asam fulvat pada situs aktif adsorben. Perubahan intensitas yang terjadi yang menunjukkan adanya perubahan susunan ion dalam daerah antar lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*. Difraktogram *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* sebelum dan setelah mengadsorpsi asam fulvat disajikan pada Gambar.8.

Harga d kedua spektra pada Gambar.8 memperlihatkan bahwa asam fulvat teradsorpsi pada antar lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*, ditunjukkan dengan adanya perubahan nilai *basal spacing* (d) setelah adsorpsi. Nilai *basal spacing* dari *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* pada d_{003} yang merupakan karakteristik untuk senyawa *hydrotalcite* mengalami kenaikan. Sebelum adsorpsi *basal spacing* d_{003} memiliki nilai d sebesar $7,80\text{Å}$ kemudian setelah adsorpsi mengalami kenaikan menjadi $8,03\text{Å}$. Pergeseran *basal spacing* ini disebabkan karena masuknya asam fulvat ke dalam antar lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* yang menggantikan anion nitrat.

Data ini diperkuat dengan hasil FTIR pada Gambar 7 yang menunjukkan adanya penurunan puncak serapan pada bilangan gelombang $1381,03\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan karakteristik dari anion nitrat. Asam fulvat diasumsikan memiliki ukuran lebih besar dibandingkan dengan anion nitrat sehingga dapat menyebabkan kenaikan *basal spacing*. Pertukaran anion berdimensi kecil oleh anion yang lebih besar akan menyebabkan kenaikan *basal spacing* ke arah yang lebih besar (Perez dkk., 2006). Dari kedua data karakterisasi menggunakan FTIR dan XRD dapat disimpulkan bahwa terjadi pergantian anion nitrat yang ada pada antar lapis *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* dengan asam fulvat yang membuktikan bahwa interaksi asam fulvat dengan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* terjadi secara *monolayer*.

Tabel 3 Harga $d(\text{Å}) / 2\theta$ *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* Sebelum dan Setelah

Adsorpsi Asam Fulvat	
$d(\text{Å})/2\theta$	
Sebelum adsorpsi	Setelah adsorpsi
$7,80\text{Å} / 11,33^\circ$	$8,03\text{Å} / 11,00^\circ$

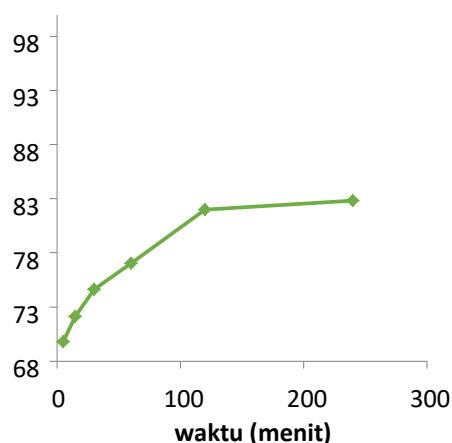
3,82Å / 23,22°	3,97Å / 22,39°
2,69Å / 33,21°	2,76Å / 32,41°
2,52Å / 35,63°	2,58Å / 34,80°

2. Desorpsi asam fulvat dari *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*

Kajian desorpsi pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemudahan melepas asam fulvat yang telah teradsorpsi oleh adsorben *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*.

Kajian desorpsi terhadap *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* dilakukan menggunakan metode *Batch* yaitu dengan mempertukarkan asam fulvat dengan anion-anion lain yang sesuai. Anion yang digunakan untuk desorpsi asam fulvat adalah anion OH⁻ dari larutan NaOH 0,5 M. Pemilihan anion OH⁻ didasarkan atas asumsi bahwa permukaan *hydrotalcite* memiliki sisi aktif bermuatan positif yang bersifat sebagai asam keras. Berdasarkan prinsip HSAB (*Hard Soft Acid and Base*), suatu asam keras akan lebih suka berikatan dengan suatu basa keras, ion OH⁻ merupakan salah satu jenis dari basa keras sehingga diharapkan penggantian asam fulvat dengan OH⁻ akan lebih mudah dilakukan.

Percobaan desorpsi ini dilakukan dengan memvariasi waktu desorpsi dari 5-120 menit. Variasi waktu dilakukan untuk mengetahui waktu optimum desorpsi asam fulvat dari permukaan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa pada interval waktu 5-120 menit terjadi kenaikan jumlah asam fulvat terdesorpsi dari *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* hingga akhirnya tidak terjadi lagi perubahan yang signifikan pada menit ke-240. Hal itu disebabkan karena sebagian adsorbat asam fulvat masih teradsorb pada adsorben sehingga proses desorpsi tidak mencapai 100% dan relative konstan pada interval waktu 120-240 menit. Hubungan %terdesorpsi asam fulvat dengan waktu desorpsi disajikan pada Gambar 9. Fulvat dengan Waktu Desorpsi pada *Mg/Al-Fe Hydrotalcite*



Gambar 9 Hubungan %terdesorpsi Asam

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil XRD padatan *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* menunjukkan puncak-puncak utama yang khas pada sudut difraksi 11,33°, 33,21° dan 35,63°. Sedangkan spektra FTIR menunjukkan adanya ikatan Mg-OH, Al-OH dan FeOH serta adanya anion nitrat yang mengisi antar lapisnya.
2. Hasil FTIR asam fulvat menunjukkan bahwa asam fulvat hasil isolasi memiliki gugus aktif -COOH dan -OH fenolat maupun alkoholat.
3. Adsorpsi asam fulvat oleh *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* merupakan kinetika reaksi orde satu yang mencapai kesetimbangan dengan konstanta laju reaksi (k_1) sebesar $2,4 \times 10^{-3}$ menit⁻¹. Desorpsi asam fulvat dari *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* yang mulai konstan pada menit ke-240 dan memiliki nilai persen desorpsi sebesar 82,23% atau 18,52 mg/L dari konsentrasi total sebesar 22,35 mg/L
4. Asam fulvat teradsorpsi ke dalam antar lapis *hydrotalcite* ditunjukkan dengan peningkatan harga *basal spacing* d_{003} yang merupakan karakteristik dari *hydrotalcite*.
5. Hasil pengujian magnet eksternal menunjukkan hasil bahwa material *Mg/Al-Fe Hydrotalcite* hasil sintesis memiliki sifat magnetik, sehingga

pemisahan antara adsorben dan larutan adsorbat pasca adsorpsi dapat dilakukan menggunakan bantuan medan magnet eksternal.

DAFTAR PUSTAKA

- Atkins, P.W. 1999. Kimia Fisika, Edisi ke-2. Erlangga. Jakarta.
- Chang, Qing., Zhu, Lihua., Luo, Zhihong., Lei, Min., Zhang, Suicheng., dan Tang, Heqing. 2011. Sono-Assisted Preparation of Magnetic Magnesium-Aluminum Layered Double Hydroxides and Their Application for Removing Fluoride. *Ultrasonics Sonochemistry*. Vol 18. 553-561.
- Elfiana dan Zulfikar. 2012. Penurunan Konsentrasi Organik Air Gambut secara AOP (Advanced Oxidation Processes) dengan Fotokimia Sinar Uv. Politeknik Negeri Lhokseumawe. Lhokseumawe.
- Karmanto. 2006. Sintesis Mg/Al Hydrotalcite Sebagai Adsorben Asam Humat. Skripsi. FMIPA UGM Yogyakarta.
- Perez, M.R., Pavlovic, L., Barriga, C., dan Cornejo, J. 2006. Uptake of Cu²⁺, Cd²⁺, and Pb²⁺ on Zn-Al Layered Double Hydroxide Intercalated with EDTA. *App. Clay Science*. Vol 32. 245-251
- Santosa dan Muzakky. 2002. Kinetika Adsorpsi Logam Berat (Krom, Tembaga, dan Uranium) Oleh Senyawa Humat Dalam Tanah Gambut. Laporan Penelitian, penelitian dasar. Lembaga Penelitian UGM. Yogyakarta.
- Supriyati, 2007. Pengaruh Prebiotik Asam Fulvat Terhadap Kandungan Kolesterol Dalam Daging Ayam. Balai penelitian ternak. Bogor.
- Xiao, Ying Kai., Liu, Yu Ping., Xu, Wan Bang., Liang, Mei Fang., Cheng, Jian., Wan, Jian Ping., dan Chen, Ling Zhu. 2011. Synthesis and structural analysis of a regular CuMg-Al hydrotalcite-like compound. *Turkish Journal of Chemistry*. Vol 35. 881-891.
- Yan, Hao., Zhang, Jiancheng., You, Chenxia., Song, Zhenwei., Yu, Benwei., dan Shen, Yue. 2009. Influences of Different Synthesis Conditions on Properties of Fe₃O₄ Nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*. Vol 113. 46-52.