Kajian Adsorpsi *Methylene Blue* Menggunakan Selulosa dari Alang-Alang

Thorikul Huda*, Tantri Kurnia Yulitaningtyas

Program Studi D3 Analisis Kimia, Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam dan Matematika, Universitas Islam Indonesia

*corresponding author : thorikul.huda@uii.ac.id

ARTIKEL INFO

Received : 05 Juli 2018

Revised : 01 Agustus 2018

Published : 28 September 2018

Kata Kunci :selulosa alang-alang, interaksi adsorpsi, kinetika adsorpsi, isoterm adsorpsi, *methylene blue*.

ABSTRAK

Telah dilakukan studi kajian adsorpsi *methylene blue* menggunakan selulosa dari alang-alang. Kajian ini memiliki tujuan untuk menentukan kapasitas adsorpsi dan mengetahui karakteristik penggunaan selulosa tanaman alang-alang sebagai adsorben pada degradasi zat warna *methylene blue* terhadap pH optimum dengan laju kinetika adsorpsi pada variasi waktu kontak, dan isoterm adsorpsi terhadap konsentrasi optimum, serta jenis interaksi yang terjadi. Prinsip dari analisis ini yaitu didasarkan pada pengukuran absorbansi dari zat warna *methylene blue* sebelum adsorpsi dan setelah adsorpsi dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis *single beam* pada panjang gelombang 665 nm. Larutan standar dibuat dengan rentang konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, 5 ppm dan menghasilkan persamaan garis lurus $y = 0,218x - 0,001$ dengan koefisien determinasi (R^2) adalah 0,998. Hasil analisis menunjukkan bahwa adsorben selulosa dari tanaman alang-alang mampu mengadsorpsi zat warna *methylene blue* dalam suasana basa pH 9 dengan laju kinetika pada orde dua dan cenderung interaksi *multilayer* atau prinsip isoterm adsorpsi *freundlich*. Interaksi adsorpsi yang terjadi karena adanya adsorpsi fisika. Kapasitas adsorpsi dari masing-masing metode secara berturut-turut sebesar 26,4472 mg/g dan 26,6758 mg/g. Adsorpsi alang-alang terhadap zat warna *methylene blue* tidak berpengaruh pada struktur selulosa dari alang-alang dan gugus yang terdapat pada alang-alang yaitu O-H, C-H, dan C-O.

1. PENDAHULUAN

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi memberikan banyak keuntungan bagi kehidupan manusia, namun efek yang ditimbulkan memberikan dampak negatif bagi lingkungan sekitarnya, misalnya masalah limbah industri. Limbah industri jika tidak dikelola dengan baik dan dibuang begitu saja secara bebas maka akan menyebabkan air yang terdapat di lingkungan sekitarnya tercemar. Produksi industri tekstil Indonesia yang berupa bahan tekstil, produk tekstil, dan industri pakaian jadi merupakan penyumbang divisa nomor satu di sektor non migas dan nomor tiga setelah minyak bumi dan gas alam. Pada masa krisis ekonomi, industri tekstil ini terbukti mempunyai daya tahan cukup tinggi sehingga diharapkan produksinya terus meningkat seiring dengan meningkatnya kebutuhan dalam negeri serta kemudahan-kemudahan ekspor dan impor bahan baku yang diberikan oleh pemerintah. Tuntutan kenaikan produksi tekstil ini diharapkan dapat diikuti dengan pemenuhan kewajiban pihak-pihak terkait untuk setidaknya dapat mereduksi dampak negatif yang mungkin timbul. Akibat teknis yang mungkin timbul adalah meningkatnya kuantitas dan kualitas bahan buangan atau limbah. Dampak negatif industri tekstil terutama berasal dari proses pencelupan (*dyeing*)[1].

Pada proses pencelupan tekstil dihasilkan sekitar 24% zat warna dan 6% garam yang digunakan pada pewarnaan yang kemudian masuk ke lingkungan perairan sebagai limbah[2]. Warna limbah muncul karena adanya gugus kromofor dalam zat warna tekstil yang digunakan pada proses pencelupan. Limbah hasil pencelupan yang dibuang menyebabkan kualitas air akan menurun sehingga

tidak sesuai lagi dengann peruntukkannya dan ekosistem lingkungan akan terganggu. Selain sulit diuraikan, bahan aktif zat warna seperti azo (monoazo, diazo, triazo) dilaporkan bersifat karsinogenik[1].

Dampak yang ditimbulkan dari zat warna sintetik begitu mempengaruhi lingkungan sekitar dan kesehatan manusia, maka diperlukan suatu upaya untuk mengurangi dampak pencemaran dari zat warna tersebut. Salah satu upaya untuk mengurangi pencemaran adalah dengan metode adsorpsi menggunakan adsorben. Pemanfaatan limbah yang berasal dari pertanian merupakan salah satu cara dalam mengatasi permasalahan pencemaran ini. Limbah pertanian yang berupa tongkol jagung, tempurung kelapa, ampas tebu, kulit buah, dan tanaman liar seperti enceng gondok dan alang-alang dapat dijadikan adsorben. Tentunya dengan memanfaatkan limbah, maka pembuatan adsorben ini menjadi lebih murah, bahan yang dipakai berlimpah dan mudah ditemukan.

Alang-alang (*Imperata cylindrica*) merupakan tanaman liar yang dapat tumbuh di daerah tropik dan subtropik. Tanaman ini banyak dimanfaatkan oleh kebanyakan orang sebagai obat herbal diantaranya adalah obat demam, darah tinggi, muntah, radang ginjal, pembersih darah akut, sesak nafas, kencing nanah, mimisan, dan gangguan fungsi hati[3]. Bagian tanaman yang digunakan hanyalah akarnya berupa umbi sedangkan daun dari tanaman ini dibiarkan begitu saja padahal daun yang dihasilkan pada tanaman alang-alang dapat dimanfaatkan sebagai adsorben. Alang-alang digunakan sebagai adsorben karena mempunyai kandungan selulosa yang cukup tinggi meliputi alfa selulosa 56,21% dan holo selulosa 35,41%[4]. Adsorpsi menggunakan selulosa dan hemiselulosa pada gugus hidroksil akan berinteraksi dengan gugus azo pada zat warna *methylene blue*.

Methylene blue (MB) merupakan zat warna dasar yang sangat penting dan relatif murah dibandingkan dengan pewarna lainnya. Zat warna ini papling sering dipakai dalam industri tekstil, sutra, wool, dan kosmetik. Dosis tinggi dari MB dapat menyebabkan mual, muntah, nyeri pada perut dan dada, sakit kepala, keringat berlebihan, dan hipertensi. Selain itu, *methylene blue* juga dapat menyebabkan iritasi pada saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup, dan iritasi pada kulit jika tersentuh oleh kulit[5].

2. METODELOGI PENELITIAN

2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian antara lain : oven, instrumen spektrofotometer UV-Vis *single beam*, *magnetic stirrer*, seperangkat alat refluks, pH meter, spatula, *blender*, saringan *mesh*, dan alat gelas (pipet ukur 1 mL; 10 mL; 25 mL, pro-pipet, pipet tetes, gelas piala 250 mL; 500 mL, labu ukur 10 mL; 250 mL; 500 mL, corong gelas, pengaduk kaca, dan cawan porselen).

2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : alang-alang, *methylen blue*, asam klorida (HCl) 1 N, asam klorida (HCl) 2 M, natrium hidroksida (NaOH) 1 N, akuades, kertas *whatman* No. 42.

2.3 Prosedur Kerja

2.3.1. Pembuatan Adsorben Alang-alang

2.3.1.1. Preparasi Selulosa Alang-Alang Metode *Stirrer*

Daun alang-alang dicuci bersih dan dikeringkan, kemudian dimasukkan ke dalam mesin penyerbuk dan diayak menggunakan saringan *mesh* dengan ukuran 80 *mesh*. Daun alang-alang yang telah halus ditimbang sebanyak 25 gram dan ditambahkan 250 mL larutan HCl 2 M. Campuran *distirrer* selama 3 jam. Setelah itu, padatan dicuci dengan akuades sampai netral (bebas asam), disaring, dan dikeringkan pada suhu 100-105°C selama semalam.

2.3.1.2. Preparasi Selulosa Alang-alang dengan Metode Refluks

Daun alang-alang dicuci bersih dan dikeringkan, kemudian dimasukkan ke dalam mesin penyerbuk dan diayak menggunakan saringan *mesh* dengan ukuran 80 *mesh*. Daun alang-alang yang telah halus ditimbang sebanyak 25 gram dan ditambahkan 250 mL larutan HCl 2 M. Campuran direfluks pada temperatur 80°C selama 3 jam. Setelah itu, padatan dicuci dengan akuades sampai netral (bebas asam), disaring, dan dikeringkan pada suhu 100-105°C selama semalam.

2.3.1.3. Pembuatan Larutan Baku Metilen Biru 100 ppm

Serbuk metilen biru sebanyak 10 mg dilarutkan dengan 25 mL akuades. Larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan menggunakan akuades hingga volume 1/3 di bawah tanda batas. Sebelum ditepatkan, larutan dalam labu ukur diseka terlebih dahulu agar tidak ada penambahan volume yang menyebabkan perubahan konsentrasi. Kemudian larutan dihomogenkan.

2.3.1.4. Penentuan Panjang Gelombang

Pada penentuan panjang gelombang ini yang dilakukan adalah deteksi absorbansi pada larutan standar rentang panjang gelombang 650-700 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Setelah itu dibuat kurva standar yang menghubungkan antara konsentrasi dari masing-masing larutan standar dengan absorbansi yang telah didapat.

2.3.1.5. Pembuatan Kurva Standar

Larutan deret standar dengan konsentrasi 1; 2; 3; 4; 5 ppm dibuat dari larutan induk metilen biru 100 ppm yang dilarutkan dalam 25 mL akuades.

2.3.2. Degradasi Zat Warna dengan Metode Adsorpsi

2.3.2.1. Penentuan pH Optimum

Serbuk alang-alang sebanyak 20 mg dimasukkan ke dalam 10 mL larutan *methylen blue* 100 mg/L dengan variasi pH 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10; 11. Gelas piala ditutup dengan plastik, digojok dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Adsorben dipisahkan dari larutan dengan menyaring menggunakan kertas saring *whatman* 42. Filtrat yang diperoleh, dipipet sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambah akuades sampai tanda batas. Konsentrasi *methylen blue* sebelum dan sesudah ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis. Nilai kapasitas adsorpsi dihitung berdasarkan jumlah *methylen blue* yang teradsorp pada adsorben.

2.3.2.2. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Serbuk alang-alang sebanyak 20 mg dimasukkan ke dalam 10 mL larutan *methylen blue* 100 mg/L dengan variasi waktu kontak 0,5; 1; 3; 5; 9; 11; 13 jam. Gelas piala ditutup dengan plastik, digojok dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Adsorben dipisahkan dari larutan dengan menyaring menggunakan kertas saring *whatman* 42. Filtrat yang diperoleh, dipipet sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambah akuades sampai tanda batas. Konsentrasi *methylen blue* sebelum dan sesudah ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis. Nilai kapasitas adsorpsi dihitung berdasarkan jumlah *methylen blue* yang teradsorp pada adsorben.

2.3.2.3. Penentuan Konsentrasi Optimum

Serbuk alang-alang sebanyak 20 mg dimasukkan ke dalam 10 mL larutan *methylen blue* 100 mg/L dengan konsentrasi 40; 80; 100; 120; 140; 160; 200 ppm. Gelas piala ditutup dengan plastik, digojok dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Adsorben dipisahkan dari larutan dengan menyaring menggunakan kertas saring *whatman* 42. Filtrat yang diperoleh, dipipet sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambah akuades sampai tanda batas. Konsentrasi *methylen blue* sebelum dan sesudah ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis. Nilai kapasitas adsorpsi dihitung berdasarkan jumlah *methylen blue* yang teradsorp pada adsorben.

2.3.3. Pengujian FTIR

Setelah diketahui nilai pH optimum, waktu kontak optimum, dan konsentrasi optimum, masing-masing residu serbuk alang-alang dari proses *stirrer* dan refluks dilakukan analisa sebelum dan setelah adsorpsi terhadap *methylen blue* dengan menggunakan spektrofotometri FTIR. Pengujian ini dilakukan pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} .

3. HASIL PENELITIAN

3.1 Karakteristik Selulosa dari Alang-alang

Serbuk alang-alang diaktivasi dengan menggunakan asam kuat berupa asam klorida 2 M. Aktivasi dilakukan untuk membuat pori pada selulosa meningkat sehingga kapasitas adsorpsi selulosa dari alang-alang semakin besar. Larutan asam klorida merupakan asam kuat yang dapat digunakan untuk meluruhkan ikatan hemiselulosa dengan selulosa pada alang-alang. Selulosa alang-alang sebagai adsorben zat warna *methylene blue* menggunakan prinsip adsorpsi fisika.

Peristiwa adsorpsi selulosa alang-alang terjadi karena adanya gaya *Van der Waals* yaitu gaya tarik-menarik intermolekul antara molekul padatan dengan solut yang diadsorpsi lebih besar daripada gaya tarik-menarik sesama solute itu sendiri di dalam larutan, maka solute akan terkonsentrasi pada permukaan padatan. Adsorpsi jenis ini tidak bersifat *site specific*, dimana molekul yang teradsorpsi bebas untuk menutupi seluruh permukaan padatan[6].

3.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Panjang gelombang maksimum ditentukan untuk mengetahui titik daerah serapan terbesar dari konsentrasi larutan standar. Pengukuran ini dilakukan pada panjang gelombang maksimum sehingga sensitivitas alat juga akan maksimum dan diharapkan perubahan adsorpsi sampel persatuan konsentrasi adalah yang terbesar. Selain itu, pada adsorpsi disekitar panjang gelombang rata, sehingga kepekaan analisis menjadi lebih baik dan pengaturan ulang panjang gelombang akan menghasilkan kesalahan analisis yang kecil[7].

Penentuan panjang gelombang dari larutan *methylene blue* dilakukan dengan larutan standar 3 ppm dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 650-670 nm. Hal ini dikarenakan warna komplementer biru untuk *methylene blue* ada pada rentang panjang gelombang tersebut dan larutan standar tersebut digunakan agar hasil yang diperoleh tidak terlalu besar dan terlalu kecil.

Gambar 1. Kurva Menunjukkan Optimasi Panjang Gelombang

Menurut data hasil pengukuran terkait kurva penentuan panjang gelombang yang ditunjukkan oleh Gambar 1 diperoleh panjang gelombang maksimum 665 nm dengan nilai absorbansi 0,617. Hasil tersebut sesuai dengan literatur yang dilakukan oleh[8].

3.3 Kurva Kalibrasi

Konsentrasi suatu analit ditentukan dengan penentuan kurva kalibrasi, yaitu dengan membuat beberapa larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya. Deret larutan standar 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm diukur nilai absorbansinya sebanyak tiga kali pembacaan pada panjang gelombang 665 nm dapat dilihat pada Tabel 1

TABEL 1. Absorbansi Rerata Larutan Standar *Methylene Blue*

Konsentrasi <i>Methylene Blue</i> (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,22
2	0,418
3	0,666
4	0,892
5	1,079

Nilai absorbansi tersebut dibuat kurva seperti Gambar 2, antara konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y sehingga akan diperoleh persamaan untuk menghitung konsentrasi dalam sampel.

Gambar 2. Kurva Hubungan Absorbansi terhadap Konsentrasi

Kurva Kalibrasi standar *methylene blue* yang menunjukkan hubungan absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Artinya semakin besar konsentrasi larutan standar maka semakin besar pula nilai absorbansinya. Persamaan regresi linear yang diperoleh yaitu, $y = 0,218x - 0,001$ dengan koefisien determinasi (R^2) adalah 0,998. Hal ini menandakan nilai koefisien determinasi yang diperoleh baik karena mendekati nilai 1. Nilai koefisien determinasi menunjukkan kelayakan penggunaan grafik dalam pengujian.

3.4 Pengaruh Variasi pH

Penentuan pH optimum dilakukan dengan cara mengatur pH larutan zat warna *methylene blue*. Pengaturan pH dengan menambahkan HCl atau NaOH sehingga diperoleh pH 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10; 11. Variasi pH optimum ditentukan untuk mengetahui kemampuan daya adsorpsi alang-alang terhadap senyawa *methylene blue*, sehingga fungsi adsorben tersebut dapat digunakan dengan baik terhadap lingkungan (Tabel 2).

TABEL 2. Hasil Pengukuran pH terhadap Adsorpsi Alang-alang

pH	C teoritis (mg/L)	%Ads	
		<i>Stirrer</i>	Refluk
2	100	47,7221	55,4144
3	100	25,1898	41,9409
4	100	27,1988	39,2447
5	100	51,7448	24,4284
6	100	67,7215	53,7974

7	100	81,8025	64,9785
8	100	92,3433	100
9	100	100	100
10	100	96,9471	99,0099
11	100	98,5755	96,2963

Kurva pH optimum didapatkan dengan cara memplotkan antara pH dengan persentase adsorpsi alang-alang terhadap larutan *methylene blue* (%Ads) ditunjukkan pada Gambar 3.

Gambar 3. Kurva Menunjukkan Waktu Kontak Optimum

Proses adsorpsi zat warna *methylene blue* dalam kondisi basa pada pH 9 dimana alang-alang dapat menyerap biru metilen secara optimal baik pada metode *stirrer* maupun metode refluks, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3. Hasil persentase adsorpsi dari kedua metode pun sama yaitu 100% yang artinya terjadi kesetimbangan antara ion azo dye dengan ion hidroksil dalam larutan sehingga terjadi penyerapan zat warna oleh alang-alang. Selain itu, sifat dari selulosa itu sendiri yang dapat dengan mudah bereaksi pada kondisi basa dan zat warna yang dihasilkan oleh limbah tekstil pun memiliki suasana basa karena pada proses pencelupan terjadi pada pH 9-11.

3.5 Kinetika Adsorpsi Terhadap Waktu Kontak

Waktu kontak adalah waktu yang dibutuhkan alang-alang untuk mengadsorpsi zat warna *methylene blue*. Penentuan waktu kontak optimum dilakukan dengan memvariasikan waktu pada saat pengontakan antara alang-alang dengan zat warna *methylene blue* 100 ppm yang dimulai dari 0,5; 1; 3; 5; 9; 11; 13 jam pada suasana basa yaitu pH 9. Penentuan waktu kontak optimum dilakukan tiga kali pengulangan setiap variasi waktu. Hal ini dilakukan agar pengukuran valid sehingga akan didapatkan waktu optimum yang akan digunakan untuk menentukan konsentrasi optimum (Tabel 3).

TABEL 3. Hasil Pengukuran Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Alang-alang

t (jam)	C teoritis (mg/L)	%Ads		q	
		<i>Stirrer</i>	Refluk	<i>Stirrer</i>	Refluk
0,5	100	58,5340	69,1099	25,5484	30,1645
1	100	59,5811	97,9057	26,0055	42,7331
3	100	85,3054	98,2199	37,2334	42,8702
5	100	86,9109	96,4397	37,9342	42,0932
9	100	88,9005	97,9057	38,8026	42,7331
11	100	93,0890	99,7905	40,6307	43,5558
13	100	94,5898	99,7905	41,2858	43,5558

Data dari Tabel 3 dan Gambar 4 dapat dilihat adanya perubahan signifikan dan dibuat grafik sehingga dapat diketahui pada waktu ke berapa alang-alang dapat mengadsorpsi zat warna *methylene blue*. Dimana akan disajikan dalam bentuk grafik hubungan antara waktu kontak (*t*) dengan kapasitas adsorpsi (*q*).

Gambar 4. Kurva Menunjukkan Waktu Kontak Optimum

Waktu kontak optimum tercapai pada saat 3 jam untuk metode *stirrer* dan 1 jam untuk metode refluks yang menghasilkan daya serap rata-rata keduanya secara berturut-turut sebesar 37,2334 mg/g dan 42,7331 mg/g. Waktu kontak kurang dari 3 jam untuk metode *stirrer* dan 1 jam untuk metode refluks penyerapan dari alang-alang belum maksimal atau adsorben tersebut belum mencapai titik jenuh. Sedangkan setelah waktu optimum tersebut terlihat tidak ada kenaikan ataupun penurunan yang signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa hanya proses desorpsi dimana pori dalam adsorben alang-alang telah terisi penuh maksimal sehingga tidak ada proses adsorpsi selanjutnya. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan model kinetika yang sesuai pada proses adsorpsi zat warna *methylene blue* dengan melihat daya serap selulosa alang-alang dalam berbagai variasi waktu kontak. Analisa kinetika didasarkan pada kinetika orde nol, orde satu, dan orde dua (Tabel 4).

TABEL 4. Penentuan Laju Kinetika Adsorpsi

Kinetika Adsorpsi	R ²		K	
	<i>Stirrer</i>	Refluks	<i>Stirrer</i>	Refluks
Orde 0	0,731	0,306	2.303	1.080
Orde 1	0,888	0,679	0,150	0,285
Orde 2	0,926	0,688	0,013	0,412

Tabel diatas menunjukkan bahwa model kinetika yang sesuai yaitu pada reaksi orde dua. Mekanisme adsorpsi yang terjadi dimana kecepatan adsorpsi berbanding lurus dengan dua konsentrasi pengikutnya atau satu pengikut berpangkat dua[9].

3.6 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Kandungan adsorben alang-alang yang berfungsi sebagai adsorben adalah selulosa. Kemampuan selulosa untuk mengadakan interaksi dengan zat warna *methylene blue* disebabkan senyawa tersebut mengandung gugus fungsional yaitu gugus hidroksil dan asam karboksilat. Mekanisme reaksi pada umumnya dapat digambarkan sebagai penyerapan unsur positif pada zat warna reaktif terhadap gugus hidroksil pada selulosa yang terionisasi.

Gambar 5. Kurva Hubungan antara Kapasitas Adsorpsi dengan Konsentrasi

Semakin besar konsentrasi zat warna *methylene blue*, semakin besar konsentrasi adsorpsi yang diperoleh (Gambar 5). Hal ini karena jika konsentrasi *methylene blue* semakin besar dengan adanya senyawa *methylene blue* yang terkandung dalam zat warna tersebut juga semakin besar, sehingga adsorbat mampu terserap oleh adsorben alang-alang semakin banyak dalam bentuk kapasitas adsorpsi dengan satuan mg/g.

Konsentrasi optimum tercapai pada saat konsentrasi 100 mg/L untuk metode *stirrer* dan 160 mg/L untuk metode refluks yang menghasilkan daya serap rata-rata keduanya secara berturut-turut sebesar 26,4472 mg/g dan 26,6758 mg/g. Konsentrasi yang lebih dari itu terlihat tidak ada kenaikan ataupun penurunan yang signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa daya proses desorpsi dimana pori dalam adsorben alang-alang telah terisi penuh maksimal sehingga tidak ada proses adsorpsi selanjutnya.

3.5.1 Isoterm Adsorpsi

Penentuan isoterm adsorpsi (Tabel 5) berfungsi untuk mengetahui jenis adsorpsi yang terjadi sehingga proses adsorpsi terjadi. Isoterm adsorpsi *methylene blue* oleh alang-alang dapat ditentukan dengan membandingkan persamaan regresi linear dan koefisien determinasi (R^2).

TABEL 5. Hasil Pengukuran Isoterm Adsorpsi

Isoterm	Plot graph	R^2	
		Stirrer	Refluks
Langmuir	$\frac{C_e}{q_e} vs C_e$	0,991	0,362
Freundlich	$\log q_e vs \log C_e$	0,799	0,782

Berdasarkan hasil yang diperoleh nilai dari pengukuran isoterm adsorpsi dari metode *stirrer* lebih cenderung menggunakan prinsip Langmuir yang dikembangkan bentuk permukaan adsorben yang bersifat homogen karena nilai koefisien determinasi sebesar 0,991, mendekati 1. Sedangkan untuk metode refluks tidak menerapkan prinsip isoterm dari keduanya. Hal ini disebabkan karena rusaknya permukaan pada metode refluks pada proses pemanasan.

3.7 Penentuan LOD dan LOQ

LOD merupakan nilai konsentrasi analit terkecil yang mampu menghasilkan signal cukup besar sehingga mampu terdeteksi. LOQ adalah konsentrasi analit yang menghasilkan signal lebih besar dari blanko atau konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang masih bisa diukur dengan menggunakan presisi dan akurasi yang baik, sesuai kondisi prosedur yang telah disepakati [10]. Nilai LOD dan LOQ penelitian yang menggunakan metode kurva kalibrasi merupakan nilai konsentrasi

terkecil analit yang dapat diukur oleh instrumen. Penentuan LOD dan LOQ dengan blanko pada analisis kadar kafein dalam sampel kopi dengan spektrofotometri UV-Vis *single beam* didapatkan data sebagai seperti yang ditunjukkan pada Tabel 6.

TABEL 6. Penentuan LOD dan LOQ

<i>C Methylene Blue</i> (ppm)	Absorbansi	Yi	(y-yi) ²
0	0	0,418	0,1747
1	0,22	0,418	0,3387
2	0,418	0,418	2,5027
3	0,666	0,418	6,6667
4	0,892	0,418	12,831
5	1,079	0,418	20,995
Jumlah			43,508

Besarnya standar deviasi residual dapat dihitung dengan persamaan 1.

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{n-2}} \quad (1)$$

Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh nilai limit deteksi dengan spektrofotometri UV-Vis adalah sebesar 0,1924 mg/L. Nilai ini menunjukkan jumlah analit terkecil yang masih dapat terukur oleh spektrofotometri UV-Vis. Nilai LOD yang diperoleh tersebut merupakan jumlah terkecil *methylene blue* dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan pada alat spektrofotometer UV-Vis. Nilai LOQ yang diperoleh sebesar 0,6414 mg/L, artinya kuantitas terkecil *methylene blue* dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama adalah sebesar 0,6414 mg/L. Konsentrasi tersebut merupakan konsentrasi terkecil yang tidak menimbulkan bias dalam perhitungan.

3.8 Penentuan FTIR

Gugus fungsi yang terdapat dalam selulosa alang-alang dapat diketahui dengan pengukuran menggunakan spektrofotometer infra merah (FTIR). Pengukuran dilakukan pada sampel alang-alang sebelum dan sesudah adsorpsi pada pH, waktu kontak, dan konsentrasi optimum. Analisis FTIR dilakukan dari bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹, dimana pada rentang bilangan gelombang tersebut terdapat gugus-gugus fungsi serta sidik jari yang dimiliki oleh selulosa alang-alang. Pengujian ini dilakukan dengan analit pada suasana pH optimum (9) selama waktu kontak optimum, pada konsentrasi optimum tiap metode nya. Spektra FTIR alang-alang sebelum dan setelah adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 6 dibawah ini.

Gambar 6. Spektra FTIR Struktur Selulosa Aalng-alang

Hasil pengamatan dengan FTIR tampak adanya puncak-puncak yang muncul. Spektra yang dihasilkan pada alang-alang metode *stirrer* dan refluks baik sebelum maupun sesudah adsorpsi tidak ada perbedaan yang signifikan dan hanya sedikit terjadi pergeseran bilangan gelombang. Hasil ini mengindikasikan bahwa dengan adanya proses persiapan metode yang berbeda terhadap adsorpsi tidak mengakibatkan hilangnya gugus fungsi yang terdapat didalam alang-alang. Gugus fungsi yang terdapat pada selulosa dari alang alang terdapat pada Tabel 7 dan 8.

TABEL 7. Spektra Gugus Fungsi Selulosa pada Alang-Alang Metode *Stirrer*

Gugus Fungsi	v (cm ⁻¹)	Metode <i>Stirrer</i>			
		Sebelum Adsorpsi		Setelah Adsorpsi	
		v (cm ⁻¹)	%T	v (cm ⁻¹)	%T
O-H	3900-3000	3319,03	97,72	3334	94,26
C-H	3150-2600	2922,84	98,18	2920,58	95,62
C-O	1300-890	1034,48	90,51	1034,62	78,12

TABEL 8. Spektra Gugus Fungsi Selulosa pada Alang-Alang Metode Refluks

Gugus Fungsi	v (cm ⁻¹)	Metode Refluks			
		Sebelum Adsorpsi		Setelah Adsorpsi	
		v (cm ⁻¹)	%T	v (cm ⁻¹)	%T
O-H	3900-3000	3331,07	95,02	3331,16	94,65
C-H	3150-2600	2919,7	95,39	2918,96	95,68
C-O	1300-890	1031,78	82,73	1032,03	79,78

Konsentrasi zat warna yang terserap sangat kecil, mengakibatkan gugus-gugus fungsi dari zat warna tertutupi oleh gugus fungsi dari selulosa sehingga tidak terdeteksi oleh FTIR.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa proses degradasi zat warna *methylene blue* optimum pada pH 9 atau suasana basa dengan laju kinetika pada orde dua dan cenderung menggunakan interaksi *multilayer* atau prinsip isoterm adsorpsi freundlich. Interaksi adsorpsi yang terjadi karena adanya adsorpsi fisika. Kapasitas adsorpsi dari masing-masing metode secara berturut-turut sebesar 26,4472 mg/g dan 26,6758 mg/g. Adsorpsi alang-alang terhadap zat warna *methylene blue* tidak berpengaruh pada struktur selulosa dari alang-alang dan gugus yang terdapat pada alang-alang yaitu O-H, C-H, dan C-O.

Daftar Pustaka

- [1] P. P. Atmaji., Wahyu dan P. Edi., “Daur Ulang Limbah Hasil Pewarnaan Industri Tekstil,” *Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia* 1 (4):1-5, 1999.
- [2] T. Kusumaningsih, Desi S.H., dan Yuni L, “Pembuatan Mikrokapsul Kitosan Gel Terambung Silang Etilen Glikol Diglisidil Eter (Psf-Edge-Cts) sebagai Adsorben Zat Warna Procion Red Mx 8b,” *Alchemy J. Penelitian Kimia*. 8(1). Hal: 47-56, 2012.
- [3] S. Susi, “Penentuan Pektin Secara Spektrofotometri dalam Bahan Baku Bukan Kayu,” *Berita Selulosa*. 19(1). 1-4, 1983.
- [4] E. Djauhariya, dan Hernani, *Gulma Berkhasiat Obat*. Cetakan 1, Jakarta: Penerbit Swadaya, 2004.
- [5] O. Hamdaoui., Chiha, M., *Removal of Methylene Blue from Aqueous Solutions by Wheat Bran*. Acta Chim. Slov. 54. 407-418, 2006.
- [6] A.P. Rizki, *Isoterm Langmuir, Model Kinetika dan Penentuan Laju Reaksi Adsorpsi Besi dengan Arang Aktif dari Ampas Kopi*, Jurusan Teknik Kimia. Fakultas Teknik, Universitas Mulawarman, 2015.
- [7] I.G. Ganjar, *Kimia Farmasi Analisis*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar, 2008.
- [8] I. Noviyana, *Peningkatan Kapasitas Adsorpsi Batu Bara Muda Melalui Pengayaan Kadar Oksigen dengan Menggunakan Hidrogen Peroksida*. (Doctoral dissertation, Universitas Pendidikan Indonesia), 2013.
- [9] B. Emrah., Ozacar, Mahmut., Sengil, Ayhan., *Adsorption of Malachite Green Onto Bentonite : Equilibrium and Kinethics Studies and Process Design, Microporous and Mesoporous Materials*, Elsevier, 115.234-256, 2008.
- [10] Riyanto, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta : Deepublish, 2014.