

Preparasi Hidrochar dari Limbah Pelepah Nipah dengan Penambahan Asam Oksalat serta Uji Aplikasinya untuk Adsorpsi Metilen Biru

Wiwin Tyas Istikowati^{a,c}, Jeng Mas Ayu Devanda Buhang^b, Risaldi Ridwan^b, Sunardi^{b,c}

^aFakultas Kehutanan Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru, Indonesia

^bProgram Studi Kimia, Fakultas MIPA Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru, Indonesia

^cPusat Penelitian Material Berbasis Lahan Basah, Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru, Indonesia

Diterima : 20 November 2022 Revisi akhir : 26 Desember 2022 Disetujui terbit : 30 Desember 2022

Hydrochar Preparation from Nypa Frond Waste with Oxalic Acid Addition and Its Applications for Methylene Blue Adsorption

Abstract

In this research, the preparation of hydrochar from lignocellulosic nypa frond waste was carried out using the hydrothermal method and its application as adsorption for methylene blue dye. This study aims to determine the effect of the addition of oxalic acid on the characteristics and adsorption ability of hydrochar from nypa frond to adsorption of methylene blue. The hydrothermal process was carried out at 170°C for 2 hours with the addition of oxalic acid at a concentration of 0; 1.5; 3.0; and 4.5% (w/v). Substrates resulting from the hydrothermal process were characterized using FTIR spectroscopy to determine the functional group changes of the nypa frond. The results showed that the nypa fronds decreased in mass and shifted in functional groups after the hydrothermal process with oxalic acid addition. The adsorption capacity of methylene blue increased after the hydrothermal process with the addition of oxalic acid concentrations 1.5; 3.0; and 4.5% (w/v), which were 44.33; 45.10; 45.98; and 46.62 mg/g. The highest adsorption capacity results were obtained for hydrochar with the addition of 4.5% oxalic acid, which was 46.62 mg/g

Keywords: hydrochar, nypa frond, hydrothermal, adsorption, methylene blue

Abstrak

Pada penelitian ini telah dilakukan preparasi hidrochar dari lignoselulosa limbah pelepah nipah dengan metode hidrotermal serta aplikasinya sebagai adsorben zat warna metilen biru. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan asam oksalat terhadap karakteristik dan kemampuan hidrochar dari pelepah nipah untuk adsorpsi metilen biru. Proses hidrotermal dilakukan pada suhu 170°C selama 2 jam dengan penambahan asam oksalat dengan konsentrasi sebesar 0; 1,5; 3,0; dan 4,5% (b/v). Substrat hasil proses hidrotermal dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pelepah nipah. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pelepah nipah mengalami penurunan massa serta pergeseran gugus fungsi setelah proses hidrotermal dengan penambahan asam oksalat. Kapasitas adsorpsi terhadap metilen biru mengalami peningkatan setelah proses hidrotermal dengan penambahan konsentrasi asam oksalat 1,5; 3,0; dan 4,5% (b/v) yaitu masing-masing sebesar 44,33; 45,10; 45,98; dan 46,62 mg/g. Hasil kapasitas adsorpsi tertinggi diperoleh pada hidrochar dengan penambahan asam oksalat dengan konsentrasi 4,5% yaitu sebesar 46,62 mg/g.

Kata Kunci: *hidrochar*, pelepah nipah, hidrotermal, adsorpsi, metilen biru

Pendahuluan

Zat warna sampai saat ini telah banyak digunakan sebagai bahan baku utama dalam industri tekstil. Air limbah tekstil yang dihasilkan mengandung zat warna menjadi masalah serius bagi kesehatan manusia dan lingkungan (Buapeth *et al.*, 2019). Zat warna dengan kadar sekitar (20-30) mg/L sulit terurai secara alami sehingga mengganggu ekosistem dalam air. Kandungan zat warna dari limbah tekstil dapat menyebabkan iritasi kulit, iritasi mata, kanker hingga menyebabkan terjadinya mutasi gen (Panjaitan *et al.*, 2007). Hal ini masih menjadi perhatian para peneliti untuk mengatasi air limbah tekstil yang mengandung zat warna berbahaya tersebut. Sehingga, penguraian zat warna dari air limbah tekstil sebelum dicampurkan pada penampungan air yang tidak terkontaminasi sangat diperlukan.

Bahan selulosa dari suatu biomassa memiliki banyak manfaat setelah dimodifikasi karena dapat dijadikan sebagai adsorben dengan kemampuan kapasitas yang tinggi dalam mengadsorpsi limbah (Muzdalifah *et al.*, 2017). Metode hidrotermal dapat mengubah biomassa sebagai adsorben yang stabil dan tidak beracun sehingga lebih mudah ditangani dan disimpan. Penelitian yang telah dilakukan oleh Jian *et al.* (2018) menunjukkan peningkatan kapasitas adsorpsi serbuk sekam padi yang termodifikasi secara hidrotermal. Hal tersebut terjadi karena adanya peningkatan gugus oksigen sebagai situs aktif pengikatan pada permukaan material.

Penambahan asam oksalat pada proses hidrotermal dapat meningkatkan kinetika reaksi sehingga dengan waktu yang seminim mungkin. Perlakuan dengan penambahan asam juga dapat meningkatkan aksesibilitas situs pengikatan aktif sebagai adsorben sehingga meningkatkan kapasitas adsorpsi dari biomassa yang digunakan (Thomas *et al.*, 2020). Penggunaan asam oksalat merupakan cara alternatif untuk menggantikan penggunaan asam kuat, karena asam lemah dapat mengurangi masalah lingkungan selama proses hidrotermal. Asam oksalat memiliki kelarutan air yang rendah sehingga dapat dikristalisasi dengan pemulihan biaya rendah (Bakar *et al.*, 2022).

Biomassa mengandung banyak komponen yang dapat diproses dengan hidrotermal seperti glukosa, pati, selulosa, hemiselulosa dan lignin (Brunner, 2008). Jenis biomassa lahan basah yang banyak dimanfaatkan sebagai antara lain purun tikus (Agnestisia *et al.*, 2012), limbah pelepah

sagu (Tirani *et al.*, 2022), biochar kulit sagu (Amelia *et al.*, 2023), dan kulit galam (Ridwan *et al.*, 2023). Nipah (*Nypa fruticans*) adalah biomassa terbarukan dengan keberadaannya yang cukup melimpah di Kalimantan Selatan (Astuti *et al.*, 2020). Tujuan penelitian ini adalah memperoleh hidrochar dari biomassa pelepah nipah dengan metode hidrotermal dengan penambahan asam oksalat untuk meningkatkan kemampuan adsorpsinya terhadap metilen biru.

Bahan dan Metode

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik (Ohaus), reaktor, oven Memmert UI M 400, pH meter (ATC), FTIR (ATR Platinum Diamond Repl Alpha Bruker), Orbital Shaker KJ-201BD OREGON, alat-alat gelas laboratorium dan Spektrofotometer UV-Visible LGS 53 BEL® Photonics. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pelepah nipah (*Nypa fructicans*) dari Desa Tabanio Kecamatan Takisung Kabupaten Tanah Laut, asam oksalat dihidrat p.a Merck, HCl (Merck), metilen biru (CAS.NO. 61-73-4) dari Pudak Scientific dan air demineral Amidis.

Prosedur

Sintesis Hidrochar

Langkah yang pertama, pelepah nipah dicuci dengan air kemudian dipotong ± 3 cm dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam. Pelepah nipah dihaluskan dan diayak dengan menggunakan pengayak 60 mesh, kemudian disimpan dalam suhu ruang. Serbuk pelepah nipah ditimbang sebanyak 10 g dan kemudian ditambahkan larutan asam oksalat sebanyak 100 mL dengan konsentrasi sebesar 1,5; 3,5; dan 4,5% (b/v) (de Carvalho, *et al.*, 2017). Campuran kemudian dimasukkan ke dalam reaktor dan dipanaskan pada suhu 170 °C selama 2 jam. Setelah selesai hidrotermal, filtrat dan residu hasil hidrotermal dipisahkan. Residu yang dihasilkan dibilas dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan pada suhu 105°C selama 4 jam. Residu didinginkan menggunakan desikator dan dilakukan penimbangan berat sehingga diperoleh rendemen hidrochar dari pelepah nipah. Residu yang telah dikeringkan

juga dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR.

Karakterisasi *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR)

Analisis FTIR yang dilakukan dengan mengambil sampel lalu ditambahkan dengan KBr dan digerus hingga homogen. Setelah itu padatan dipress dan ditempatkan pada wadah sampel lalu dianalisis dengan instrumen FTIR Shimadzu (Haqiqi, 2018). Karakterisasi dengan FTIR pada sampel residu pada panjang gelombang (400-4000) cm^{-1} .

Uji Adsorpsi terhadap Metilen Biru

Penentuan panjang gelombang maksimum dan kurva kalibrasi

Panjang gelombang maksimum dari metilen biru ditentukan dengan mengukur salah satu seri larutan (2,5 mg/L) pada panjang gelombang (600-700) nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kurva kalibrasi dibuat dengan larutan pada seri konsentrasi 2,5 mg/L, 5 mg/L, 7,5 mg/L, 10 mg/L, 12,5 mg/L dan 15 mg/L pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh sebelumnya. Prosedur pengerjaan ini diadopsi dan dimodifikasi dari prosedur yang dikerjakan oleh (Dwiasi *et al.*, 2018).

Pengaruh perbedaan pH

Substrat hasil hidrotermal ditimbang sebesar 0,02 g kemudian dimasukkan ke dalam 20 mL larutan metilen biru dengan konsentrasi 10 mg/L. Variasi pH larutan yang digunakan dari 3; 5; 7; 9; 11 disesuaikan dengan 1 M larutan HCl dan larutan NaOH. Erlenmeyer yang digunakan ditutup dengan aluminium foil kemudian diaduk dengan kecepatan 50 rpm dalam waktu 60 menit. Larutan metilen biru disaring dan diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 661 nm. Setiap proses dilakukan tiga kali pengulangan. Konsentrasi metilen biru hasil adsorpsi dihitung berdasarkan persamaan yang diperoleh dari kurva kalibrasi. Persentase penyerapan metilen biru dapat diperoleh dari Persamaan 1.

$$\text{Persentase penyerapan metilen biru} = \frac{C_f - C_i}{C_i} \times 100 \quad \dots\dots (1)$$

dengan C_i merupakan konsentrasi awal metilen biru dan C_f merupakan konsentrasi akhir metilen biru. Prosedur dari pengerjaan ini diadopsi dari prosedur yang dikerjakan oleh Kuntari dan Febi (2018).

Pengaruh perbedaan waktu kontak

Substrat hasil hidrotermal ditimbang sebesar 0,02 g kemudian dimasukkan ke dalam 20 mL larutan metilen biru dengan konsentrasi 10 mg/L. Variasi waktu yang digunakan dari 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit. Erlenmeyer yang digunakan ditutup dengan *aluminium foil* kemudian diaduk dengan kecepatan 50 rpm dalam waktu 60 menit. Larutan metilen biru disaring dan diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665 nm. Proses adsorpsi tersebut dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Prosedur pengerjaan ini diadopsi dan dimodifikasi dari prosedur yang dikerjakan oleh G.Zhu *et al.*, (2017).

Pengaruh perbedaan konsentrasi awal

Larutan metilen biru disiapkan dengan konsentrasi (10, 20, 30, 40, 50) mg/L didalam erlenmeyer dengan pH 7. Tiap seri larutan diambil sebanyak 20 mL secara akurat dipindahkan ke dalam erlenmeyer baru dan ditambahkan dengan 0,02 g substrat hasil hidrotermal. Erlenmeyer yang digunakan ditutup dengan aluminium foil kemudian diaduk dengan kecepatan 50 rpm dalam waktu 60 menit. Setiap sampel disaring setelah pengadukan dan konsentrasi akhir zat warna ditentukan dengan Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 661 nm. Proses adsorpsi tersebut dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Prosedur pengerjaan ini diadopsi dari prosedur yang dikerjakan oleh Kuntari dan Febi (2018).

Hasil dan Pembahasan

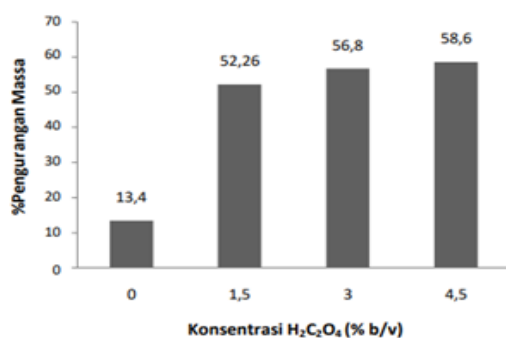
Pengaruh Proses Hidrotermal terhadap Pengurangan Massa

Proses hidrotermal menggunakan uap air pada suhu (150-220) °C dapat mengubah karakter biomassa, hidrat selulosa dan mengurangi kandungan lignin (Naini *et al.*, 2018; Nadia *et al.*, 2018). Pada proses hidrotermal akan

terjadi pengurangan massa karena terlarutnya beberapa komponen kimia dari biomassa. Data yang diperoleh pada pengurangan massa dengan metode hidrotermal biomassa pelepah nipah dapat dilihat pada **Gambar 1**.

Gambar 1 menunjukkan bahwa pengurangan massa meningkat secara signifikan setelah proses hidrotermal dengan penambahan asam oksalat. Persentase pengurangan massa terendah terdapat pada hidrotermal tanpa penambahan asam oksalat yaitu 13,4%. Presentase pengurangan massa tertinggi terdapat pada sampel dengan penambahan asam oksalat dengan konsentrasi 4,5%. Semakin tinggi konsentrasi asam encer yang diberikan maka semakin meningkat pula presentase pengurangan massa. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi degradasi komponen hemiselulosa dan sebagian lignin yang terlarut ke dalam filtrat (Juniati, 2021).

Penambahan asam meningkatkan dehidrasi biomassa dan melepaskan ion hidrogen dalam proses hidrotermal, yang menyebabkan depolimerisasi. Hemiselulosa memiliki ikatan terlemah dibandingkan dengan lignin dan selulosa sehingga paling banyak berkurang selama proses hidrotermal. Lignin dan hemiselulosa dipecah menjadi produk yang larut dalam air. Sifat daripada produk padat biomassa yang diproses secara hidrotermal menghasilkan produksi gula atau bahan lain yang memiliki berat molekul rendah akibat dari depolimerisasi hemiselulosa dan lignin sehingga akan meningkatkan daya cerna oleh mikroorganisme karena degradasi hemiselulosa dan lignin (Nadia *et al.*, 2018; Naini *et al.*, 2018; Ridwan *et al.*, 2023) Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Cheng *et al.* (2018) mengatakan bahwa sifat hemiselulosa dari biomassa lebih sensitif dan memiliki berat molekul yang lebih rendah sehingga sangat mudah untuk terdegradasi.



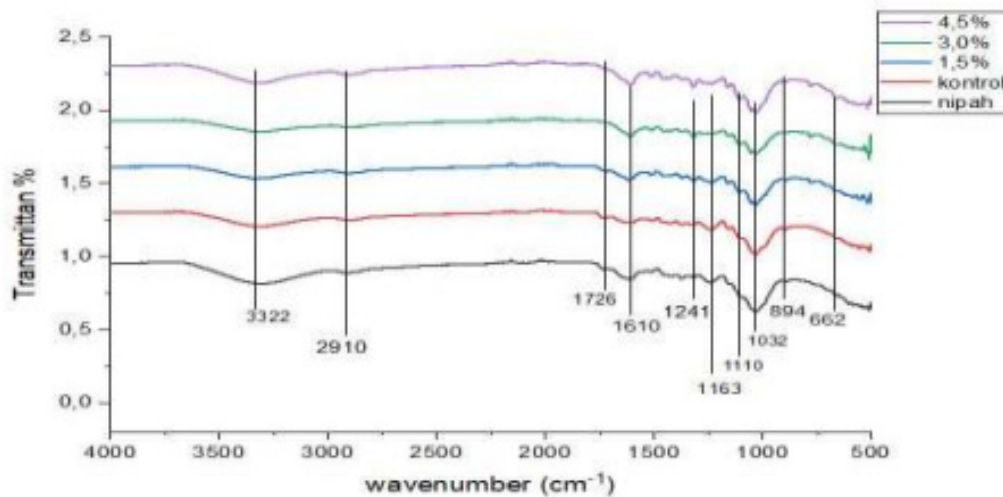
Gambar 1. Pengaruh Konsentrasi H₂C₂O₄ Terhadap Pengurangan Massa Pelepah Nipah

Karakterisasi *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dapat digunakan untuk mengetahui gugus aktif dari adsorben pelepah nipah dengan berdasarkan panjang gelombang dan puncak serapan. Serapan dapat ditunjukkan dengan bilangan yang terdapat pada puncak. Hasil dari FTIR dapat dilihat pada **Gambar 2**.

Berdasarkan kumpulan data pengamatan dari beberapa literatur, didapatkan kesamaan hasil analisis FTIR pada selulosa serat sabut kelapa, serat batang rami dan serat batang bambu seperti yang disampaikan oleh Nascimento *et al.* (2006). Menurut Nascimento *et al.* (2016) pada daerah serapan IR di bilangan gelombang 600 cm⁻¹ hingga 3600 cm⁻¹ yang memiliki ciri khas masing-masing, menggambarkan senyawa lignin, selulosa, hemiselulosa dan air pada serat alam.

Data bilangan gelombang yang muncul pada setiap serapan dapat dilihat pada **Tabel 1**. Hasil karakterisasi pada spektrum FTIR sampel pelepah nipah pada Tabel 1, Gambar 2, terlihat adanya gugus fungsi -OH pada bilangan gelombang 3322 cm⁻¹, gugus fungsi C-H pada bilangan gelombang 2910 cm⁻¹ dan 1032 cm⁻¹, gugus fungsi C=C pada bilangan gelombang 1610 cm⁻¹ dan gugus fungsi C-O pada bilangan gelombang 1241 cm⁻¹. Spektrum FTIR substrat hasil hidrotermal tanpa penambahan asam oksalat H₂C₂O₄ pada Tabel 1, Gambar 2, terlihat adanya gugus fungsi -OH pada bilangan gelombang 3322 cm⁻¹, gugus fungsi CH₂ dan CH₃ pada bilangan gelombang 2910 cm⁻¹, gugus fungsi O-H pada bilangan gelombang 1112 cm⁻¹, gugus fungsi C-O pada bilangan gelombang 1030 cm⁻¹. Spektrum FTIR substrat dengan penambahan asam oksalat pada **Tabel 1, Gambar 2**, terlihat adanya gugus fungsi -OH pada bilangan gelombang 3319-3320 cm⁻¹, gugus fungsi CH₂ dan CH₃ pada bilangan gelombang 2910 cm⁻¹ gugus fungsi C=O pada bilangan gelombang 1700 cm⁻¹, gugus fungsi C-O-C pada bilangan gelombang 1163 cm⁻¹, gugus fungsi O-H pada bilangan gelombang 1110 cm⁻¹, dan gugus fungsi C-O pada bilangan gelombang 1032 cm⁻¹. Puncak serapan pada bilangan gelombang 1700-1726 cm⁻¹ yang menunjukkan regangan C=O dari hemiselulosa, bilangan gelombang tidak muncul pada substrat hasil hidrotermal dengan penambahan H₂C₂O₄ 3,0% dan H₂C₂O₄ 4,5% karena terjadi pergeseran bilangan gelombang setelah proses hidrotermal



Gambar 2. Spektra FTIR Pelepah Nipah, Kontrol dan Penambahan Asam Oksalat

Tabel 1. Bilangan Gelombang FTIR pada Pelepah Nipah (a) Hidrochar dengan Penambahan Asam Oksalat dengan Konsentrasi 0% (b); 1,5% (c); 3,0% (d) dan 4,5% (e)

Panjang Gelombang	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				
		a	B	c	d	e
654	Vibrasi tekuk –OH	662	663	663	663	663
894	β glikosidik selulosa	894	896	897	896	896
1035	Regangan C–O pada selulosa	1032	1030	1035	1032	1030
1110	O–H pada selulosa dan hemiselulosa	1110	1112	1110	1110	1110
1163	Regangan C–O–C selulosa dan hemiselulosa	1163	1160	1162	1163	1163
1242	Regangan C–O	1241	1240	1241	1241	1241
1610	Vibrasi lignin C=C	1610	1608	1610	1610	1607
1726	Regangan C=O pada hemiselulosa	1726	1725	1700	-	-
2900-2993	CH ₂ dan CH ₃ vibrasi selulosa	2910	2910	2910	2910	2910
3200-3600	Regangan –OH vibrasi selulosa	3322	3322	3320	3319	3319

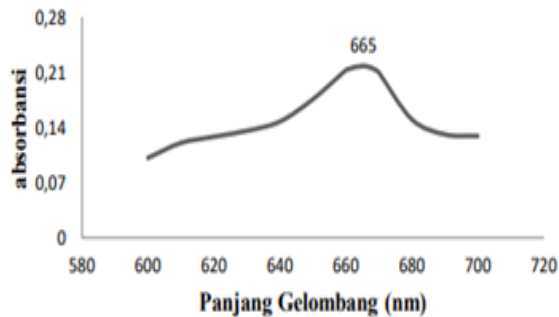
dengan penambahan H₂C₂O₄ sehingga mengindikasikan terjadi adanya pelepasan terhadap komponen hemiselulosa dalam pelepah nipah (Xiao *et al.*, 2017). Hemiselulosa memiliki ikatan paling lemah dibandingkan dengan lignin sehingga paling banyak berkurang selama proses hidrotermal. Lignin dan hemiselulosa dipecah menjadi produk yang larut dalam air. Sifat produk padat biomassa yang diproses secara hidrotermal menghasilkan produksi gula atau bahan lain yang memiliki berat molekul rendah akibat depolimerisasi hemiselulosa dan lignin sehingga akan meningkatkan daya cerna oleh mikroorganisme karena degradasi hemiselulosa dan lignin (Suryawan, 2017).

Adsorpsi Metilen Biru dengan Substrat Hasil Hidrotermal

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Kurva Kalibrasi

Penentuan Panjang gelombang maksimum (**Gambar 3**) untuk mengetahui titik daerah serapan terbesar dari suatu konsentrasi larutan standar. Pita adsorpsi disekitar panjang gelombang rata, sehingga kepekaan analisis baik dan pengukuran ulang panjang gelombang akan menghasilkan kesalahan analisis yang minim. Penentuan panjang gelombang maksimum dari larutan metilen biru dilakukan dengan larutan baku 2,5 mg/L dan diukur absorbansinya pada

panjang gelombang 600-700 nm. Hal ini karena warna komplementer metilen biru ada pada rentang panjang gelombang tersebut (Huda and Yulitaningtyas, 2018).

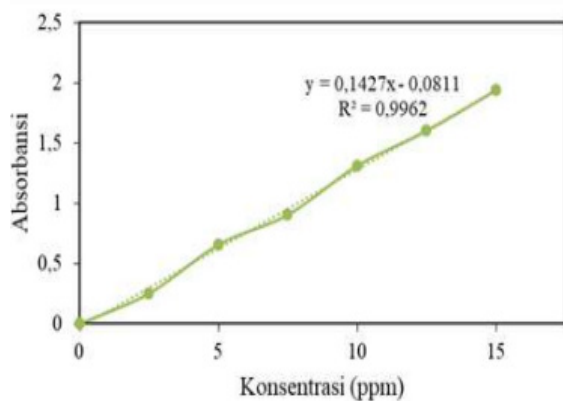


Gambar 3. Panjang Gelombang Maksimum

Hasil data yang ditunjukkan pada **Gambar 3** diperoleh panjang gelombang maksimum sebesar 665 nm. Penelitian oleh Shukla, *et al.* (2021) juga menunjukkan bahwa metilen biru memiliki panjang gelombang maksimum pada 665 nm. Panjang gelombang digunakan sebagai acuan untuk pengukuran pengaruh waktu kontak dan pH. Kurva kalibrasi standar metilen biru pada **Gambar 4** menunjukkan hubungan absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Semakin besar konsentrasi larutan standar maka semakin besar pula nilai absorbansinya. Koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh sebesar 0,996. Nilai koefisien determinasi yang diperoleh baik karena mendekati nilai 1. Persamaan kurva untuk menentukan konsentrasi dari larutan metilen biru setelah proses adsorpsi.

Pengaruh Perbedaan pH

Berdasarkan **Gambar 5** diketahui bahwa konsentrasi zat warna metilen biru yang terserap



Gambar 4. Kurva kalibrasi metilen biru

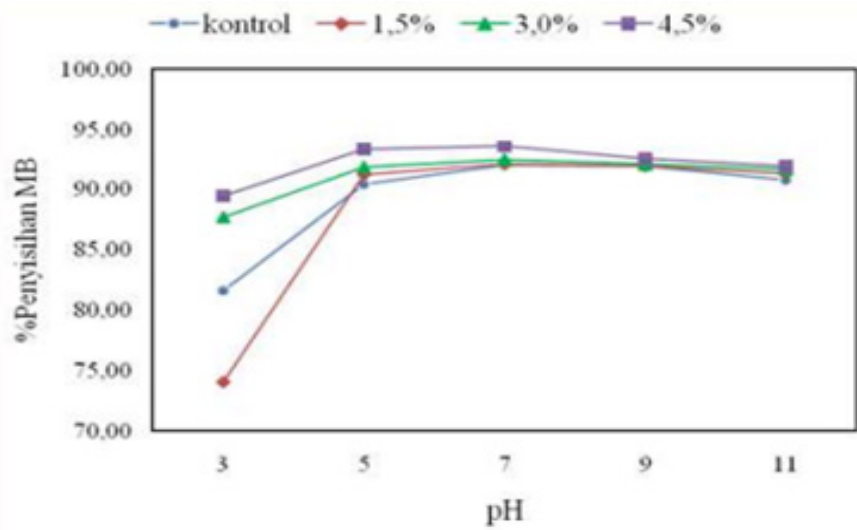
terjadi peningkatan dari pH 3 dan 5. Terjadi penurunan penyerapan metilen biru pada pH 9 dan pH 11. Kondisi optimum penyerapan pada pH 7 menunjukkan keterkaitan antara nilai pH dengan senyawa yang diadsorpsi. pH rendah dengan kisaran 3-5 mampu meningkatkan kapasitas adsorpsi pada substrat hidrochar dan yang mana metilen biru membentuk garam mengionisasi gugus pergi bermuatan negatif dari metilen biru yaitu Cl^- , pada saat yang bersamaan ion OH^- dari adsorben akan menghambat penyerapan dari metilen biru dalam bentuk ion karena akan terjadi repulsi yang terjadi karena muatan yang sama antara daerah di sekitar permukaan pori-pori adsorben dan muatan dari metilen biru itu sendiri sehingga metilen biru sulit terserap. Data pengaruh pH terhadap presentase penyerapan metilen biru ditampilkan pada Gambar 5 sebagai berikut.

Pengaruh Perbedaan Waktu Kontak

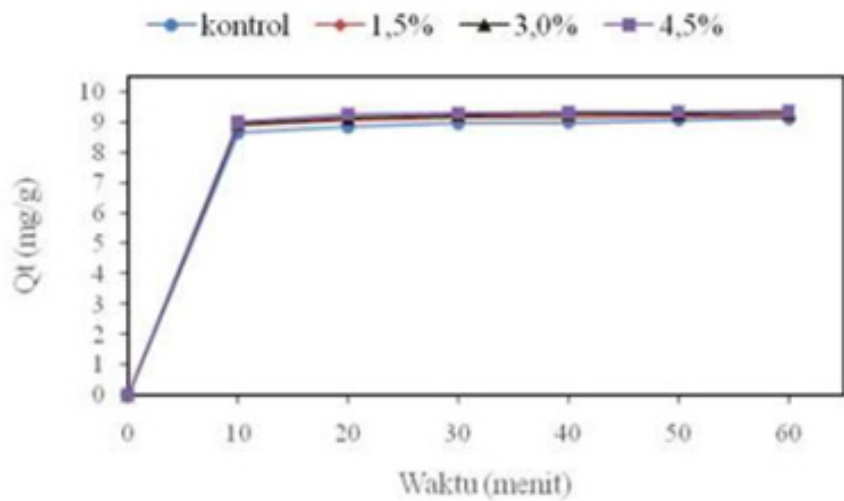
Berdasarkan **Gambar 6** menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi dari adsorben pelepah nipah terhadap metilen biru mengalami peningkatan diawal adsorpsi seiring dengan bertambahnya waktu. Hal ini disebabkan interaksi antara sisi aktif dari selulosa yaitu gugus hidroksil ($-OH$) dengan ion Cl^- sehingga memungkinkan untuk terus teradsorpsi sampai mencapai waktu kesetimbangan. Waktu kesetimbangan yaitu waktu dimana laju adsorpsi sama dengan laju desorpsi (Riapanitra *et al.*, 2006).

Pengaruh Perbedaan Konsentrasi Awal

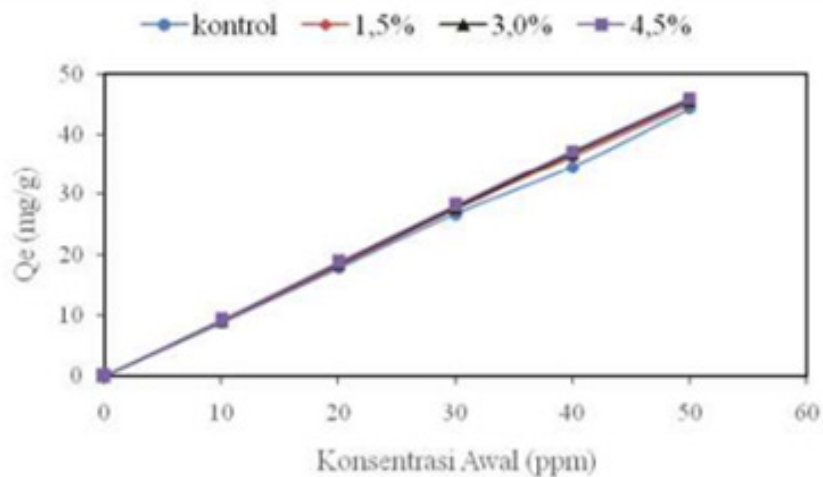
Variasi konsentrasi awal yang berbeda mengalami peningkatan nilai q_e seiring dengan meningkatnya konsentrasi metilen biru yang telah digunakan. Peningkatan konsentrasi awal metilen biru meningkatkan interaksi antara metilen biru dengan situs permukaan adsorben sehingga menghasilkan kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi (Zhu *et al.*, 2018). Menurut Zhu *et al.* (2018) semakin besar konsentrasi larutan metilen biru maka semakin banyak partikel – partikel bubuk pelepah nipah yang bertumbukan dan berinteraksi dengan metilen biru, sehingga kemampuan adsorpsinya terus meningkat. Proses adsorpsi dilakukan pada waktu yaitu 60 menit. Adapun grafik hubungan antara konsentrasi awal larutan zat warna dengan jumlah zat warna yang teradsorpsi dapat dilihat pada **Gambar 7**.



Gambar 5. Pengaruh pH terhadap Presentase Penyerapan Metilen Biru



Gambar 6. Pengaruh perbedaan waktu kontak terhadap kemampuan adsorpsi



Gambar 7. Pengaruh Perbedaan Konsentasi Awal terhadap Kapasitas Adsorpsi

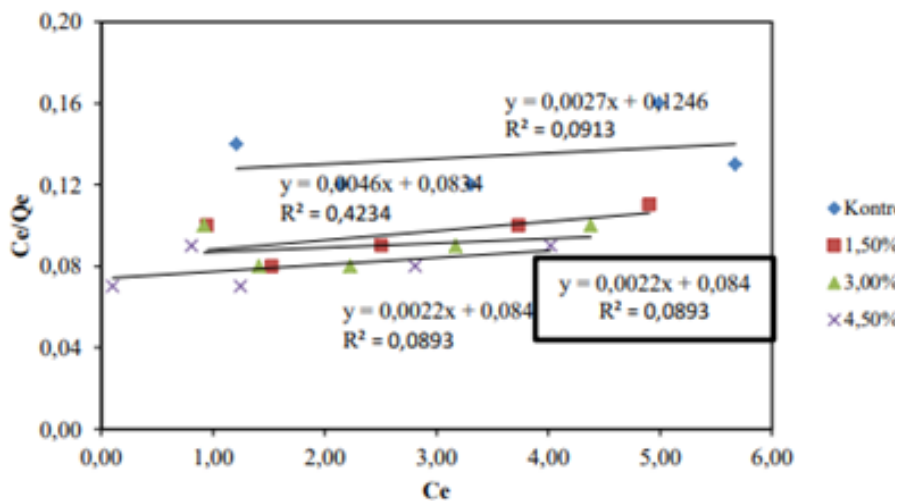
Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi adalah merupakan suatu proses yang berfungsi untuk mengetahui konsentrasi zat terlarut yang terserap pada adsorben terhadap konsentrasi larutan. Penentuan isoterm adsorpsi juga untuk mengetahui jenis adsorpsi yang terjadi. Isoterm adsorpsi metilen biru oleh pelepah nipah dapat ditentukan dengan membandingkan persamaan regresi linear dan koefisien determinasi (R^2).

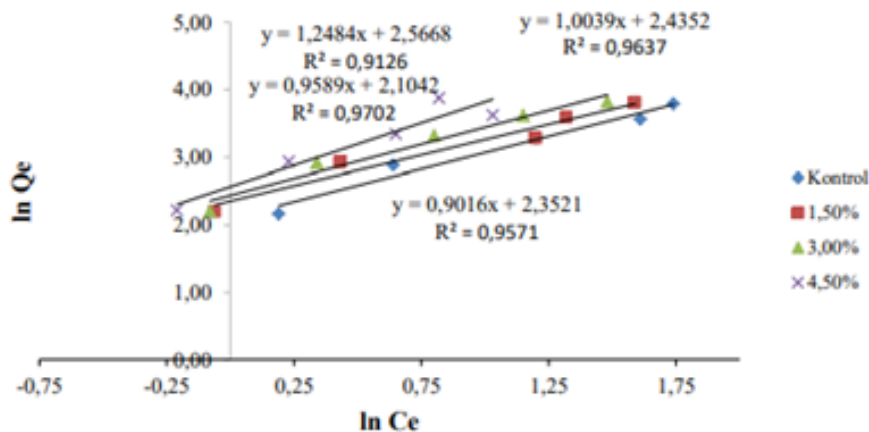
Data dari pengaruh konsentrasi awal metilen biru terhadap kapasitas adsorpsi digunakan untuk menyelidiki jenis isoterm yang dapat menjelaskan bagaimana fenomena yang terjadi saat proses adsorpsi. Grafik isoterm dari adsorpsi metilen biru pada *hydrochar* pelepah nipah ditunjukkan pada **Gambar 8** dan **Gambar 9**.

Hasil perhitungan menunjukkan bahwa isoterm yang paling sesuai dengan semua data eksperimen digambarkan oleh model Freundlich. Data perbandingan nilai R^2 untuk mengetahui isoterm yang lebih sesuai pada proses adsorpsi substrat hasil hidrotermal terhadap metilen biru yang ditampilkan pada **Tabel 2** sebagai berikut.

Perbandingan nilai R^2 pada **Tabel 2** menunjukkan bahwa nilai R^2 untuk isoterm Freundlich lebih mendekati nilai 1 dibandingkan data R^2 dari isoterm Langmuir. Hal ini menunjukkan bahwa data yang diperoleh lebih mengikuti model persamaan kesetimbangan adsorpsi Freundlich. Kapasitas adsorpsi maksimum dari substrat hasil perlakuan hidrotermal tidak dapat ditentukan karena grafik pengaruh konsentrasi awal terus meningkat memberikan tanda besarnya kapasitas adsorpsi



Gambar 8. Grafik Isoterm Langmuir



Gambar 9. Grafik Isoterm Freundlich

Tabel 2. Perbandingan Nilai Isoterm Langmuir dan Freundlich

Proses Hidrotermal	R ² Langmuir	R ² Freundlich	Qe (mg/L)	KF (L/g)	1/n
Kontrol	0,091	0,970	44,33	8,199	1,044
1,5 %	0,423	0,957	45,10	10,507	1,110
3,0 %	0,089	0,964	46,62	11,416	0,997
4,5 %	0,300	0,913	45,98	13,014	0,801

dari substrat hasil perlakuan hidrotermal. Isoterm adsorpsi yang dihasilkan dari proses adsorpsi mengikuti isoterm freundlich yang menjelaskan bahwa proses adsorpsi bersifat heterogen sehingga lapisan yang dihasilkan dari model adsorpsi ini bersifat *multilayer* karena adanya interaksi fisik antara adsorben dan adsorbat. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum tidak dapat ditentukan karena nilai grafik isoterm yang dihasilkan lebih baik menggunakan isoterm Freundlich (Khuluk and Rahmat, 2019). Namun dapat dihasilkan kapasitas adsorpsi pada waktu 60 menit dengan konsentrasi awal 50 mg/L untuk masing-masing substrat hasil hidrotermal yaitu sebesar 44,33; 45,10; 45,98; dan 46,62 mg/g. Kekuatan yang terjadi antara adsorben dan adsorbat dilihat dari nilai 1/n, semakin kecil nilai 1/n maka semakin kuat interaksi antara adsorben dengan adsorbat (Tahad and Sanjaya, 2018).

Kesimpulan

Penambahan asam oksalat pada biomassa pelepah nipah dalam proses hidrotermal menyebabkan perubahan karakteristik, dimana terjadi pengurangan massa, perubahan warna substrat yang menjadi lebih gelap dari sebelum perlakuan, dan terjadi pergeseran beberapa bilangan gelombang pada spektra FTIR. Kapasitas adsorpsi pelepah nipah termodifikasi terhadap metilen biru meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi asam oksalat pada proses hidrotermal yaitu sebesar 44,33; 45,10; 45,98; dan 46,62 mg/g. Pelakuan terbaik berdasarkan hasil yang diperoleh pada penambahan asam *oksalat* dengan konsentrasi 4,5% dengan kapasitas adsorpsi sebesar 46,62 mg/g.

Daftar Pustaka

Agnestisia R., Komari, N., and Sunardi. (2012) 'Adsorpsi Fosfat Menggunakan Selulosa Purun Tikus Termodifikasi Heksadeksil Trimetil Ammonium Bromida (HDTMABr)', *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 1: 71 – 86.

Amelia, H., Fitria, R., and Sunardi. (2023) 'Kajian Isoterm Adsorpsi Metilen Biru pada Biochar Kulit Sagu (*Metroxylon sagu*)', *Justek : Jurnal Sains dan Teknologi*, 6(1): 135-142.

Astuti, M. D., Nisa, K., and Mustikasari, K. (2020) 'Identification of Chemical Compounds from Nipah (*Nypa fruticans wurmb*) Endosperm', *BIO Web of Conferences*, 20: 1–4.

Bakar, N. A., Abd Rahman, N., Mahadi, M. B., Zuki, S. M., Amin, K. M., Wahab, M. Z., and Lenggoro, I. W. (2022) 'Nanocellulose from Oil Palm Mesocarp Fiber Using Hydrothermal Treatment with Low Concentration of Oxalic Acid', *Materials Today: Proceedings*, 48:1899-1904.

Brunner. (2008). 'Methylene blue delays cellular senescence and enhances key mitochondrial biochemical pathways', *The FASEB Journal*, 22(3), 703-712.

Buapeth, P., Watcharin, W., Dechtrirat, D., and Chuenchom, L. (2019) 'Carbon Adsorbents from Sugar cane Bagasse Prepared through Hydrothermal Carbonization for Adsorption of Methylene Blue: Effect of Heat Treatment on Adsorption Efficiency', *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1:1-7.

Cheng, B., Zhang, X., Lin, Q., Xin, F., Sun, R., Wang, X., and Ren, J. (2018) A New Approach to Recycle Oxalic Acid During Lignocellulose Pretreatment for Xylose Production. *Biotechnology for Biofuels*, 1: 1-9.

de Carvalho, D. M., de Queiroz, J. H., and Colodette, J. L. (2017) 'Hydrothermal and Acid Pretreatments Improve Ethanol Production from Lignocellulosic Biomasses', *BioResources*, 2: 3088–3107.

Dwiasi, D. W., Setyaningtyas, T., and Riyani, K. (2018) 'Penurunan Kadar Metilen Biru Dalam Limbah Batik Sokaraja Menggunakan Sistem Fe₂O₃-H₂O₂-UV', *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan*, 13(1), 78-86.

Haqiqi, A. K. (2018). 'Analisis faktor penyebab kesulitan belajar IPA siswa SMP Kota Semarang', *Edu Sains: Jurnal Pendidikan Sains Dan Matematika*, 6(1), 37-43.

- Huda, T. and Yulitaningtyas, T. K. (2018) 'Kajian Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Selulosa dari Alang-Alang', *Indonesian Journal of Chemical Analysis (IJCA)*, 1: 9-19.
- Jian, X., Zhuang, X., Li, B., Xu, X., Wei, Z., Song, Y., and Jiang, E. (2018) 'Comparison of Characterization and Adsorption of Biochars Produced From Hydrothermal Carbonization and Pyrolysis', *Environmental Technology & Innovation*, 10:27-35.
- Khuluk, R. H., and Rahmat, A. (2019) 'Removal of methylene blue by adsorption onto activated carbon from coconut shell (Cocos Nucifera L.)', *Indonesian Journal of Science & Technology*, 4(2), 229-240.
- Kuntari, A. and Febi, T. (2018) 'Pengenalan Pola Gelombang Khas dengan Interpolasi', *Cuachy*, 1:7-12.
- Muzdalifah, D., Athaillah, Z. A., Nugrahani, W., and Devi, A. F. (2017) 'Colour and pH changes of tempe during extended fermentation', In *AIP conference Proceedings*, Vol. 1803, No. 1, p. 020036, AIP Publishing LLC.
- Nadia, A., S. Sunardi, R. and Rodiansono, R. (2018) 'Hydrothermal pretreatment of oil palm fronds for increasing enzymatic saccharification', *AIP Conf. Proc*, 2021, 030002.
- Naini, A., Nurwahdah, Lestari, R. Y., and Sunardi. (2018) 'Praperlakuan secara Hidrotermal Limbah Lignoselulosa untuk Produksi Bioetanol Generasi Kedua (Pretreatment of Lignocellulose Wastes Using Hydrothermal Method for Producing Second Generation Bioethanol)', *Jurnal Riset Industri Hasil Hutan*, 10(2): 93 – 102.
- Nascimento, P. A. M., de Carvalho, L. C., Júnior, L. C. C., Pereira, F. M. V., and de Almeida Teixeira, G. H. (2016) 'Robust PLS models for soluble solids content and firmness determination in low chilling peach using near-infrared spectroscopy (NIR)', *Postharvest Biology and Technology*, 111, 345-351.
- Panjaitan, R. G. P., Handharyani, E., Chairul, M., Zakiah, Z., and Manalu, W. (2007) 'Pengaruh pemberian karbon tetraklorida terhadap fungsi hati dan ginjal tikus', *Makara Kesehatan*, 11(1), 11-16.
- Ridwan, R., Habibah, H., Safitri, D., Irawati, U., and Sunardi. (2023) 'Pengaruh waktu hidrotermal terhadap karakteristik hydrochar kulit kayu galam (*Malaleuca leucadendra*) dan uji aplikasi sebagai adsorben metilen biru', *Jurnal Riset Industri Hasil Hutan*, 14(2): 107-120.
- Shukla, S., Kashyap, A., Vishwakarma, D., and Maholiya, A. (2021) 'Methylene Blue Dye Degradation Using Silver Nanoparticles Synthesized from *Andrographis paniculata* Leaves Extract', *Journal of Pharmaceutical Research International*, 33(47B): 131-139, 2021; Article no.JPRI.7650.
- Suryawan, N. B. (2017) 'Isolasi Selulosa Nanokristal (SNK) dari Tandan Kosong Kelapa Sawit Dengan Hidrolisis Asam Oksalat', *Skripsi, Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor*.
- Tahad, A. and Sanjay, A. S. (2018) 'Isoterm Freundlich, Model Kinetika, dan Penentuan Laju Reaksi Adsorpsi Besi dengan Arang Aktif dari Ampas Kopi', *Jurnal Chemurg*, 2: 13-21.
- Thomas, J. A., Thomason, C. I., Braly, B. A., and Menezes, C. M. (2020) 'Rate of failure of indirect decompression in lateral single-position surgery: clinical results', *Neurosurgical Focus*, 49(3), E5.
- Tirani, S. G., and Sunardi. (2022) 'Study on Adsorption Kinetics of Methylene Blue by Modified Sago Frond Waste', *Jurnal Ilmiah Berkala: Sains dan Terapan Kimia*, 16(1): 39-48.
- Xiao, L., Song, G., and Sun, R. (2017) 'Effect of Hydrothermal Processing on Hemicellulose Structure', *Springer International Publishing AG*, Beijing.
- Zhu, Y., Yi, B., Yuan, Q., Wu, Y., Wang, M., and Yan, S. (2018) 'Removal of Methylene Blue From Aqueous Solution by Cattle Manure-Derived Low Temperature Biochar', *RSC Advances*, 36: 19917–19929.