

Pemanfaatan Asam Humat dari Sampah Organik Sebagai Adsorben pada Limbah Cair Sintesis Timbal (Pb)

Maimunawaro, Sazila Karina Rahman, Chairul Irawan *

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lambung Mangkurat, Jl. A. Yani KM. 36
Banjarbaru, 70714, Indonesia
*e-mail: cirawan@ulm.ac.id

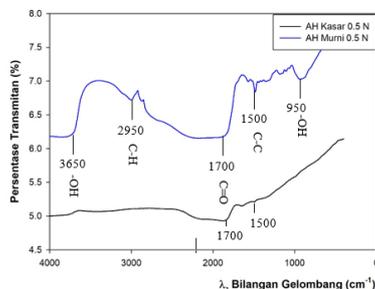
Abstrak. Industri pelapisan logam disamping memiliki kontribusi bagi perekonomian Indonesia, namun dalam prosesnya menghasilkan limbah cair yang memberikan dampak negatif bagi lingkungan karena mengandung logam berat. Salah satu teknik pengolahan limbah cair yaitu adsorpsi menggunakan asam humat dari ekstraksi sampah organik yang dijadikan adsorben. Kelebihan proses adsorpsi ini ialah pengerjaannya mudah, biaya relatif murah, relatif aman dari kontaminasi zat-zat kimia, serta tidak memberikan polusi berarti bagi lingkungan. Ekstraksi asam humat dari sampah organik berlangsung secara bertahap menggunakan proses ekstraksi dengan 1 L NaOH dengan variasi pelarut 0,1 N dan 0,5 N. Karakterisasi sebelum dan sesudah ekstraksi menggunakan Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), dan Scanning Electron Microscope (SEM), masing-masing untuk mengetahui gugus fungsional, struktur kristal, serta struktur morfologi pada asam humat. Proses adsorpsi menggunakan asam humat sebagai adsorben dilakukan secara batch dengan massa adsorben 1 g/L, kecepatan pengadukan 150 rpm, temperatur ruang dan pH 6,7–7,0 selama 1 jam. Analisa setelah adsorpsi menggunakan metode Atomic Absorption Spectrofotometer (AAS) untuk uji kadar timbal (Pb (II)). Hasil adsorpsi timbal (Pb) pada kedua variasi pelarut adsorben dengan pH awal 6,7–7,0 memiliki keefektifan masing-masing mencapai hampir 98%.

Kata kunci: adsorben, asam humat, ekstraksi, sampah organik.

Abstract. Removal of Lead (II) of Synthetic Wastewater Using Humic Acid Extracted from Organic Waste As Adsorbent. Metal plating Industry mining productions contribute to the growth of the Indonesian economy, but during the processes usually create a negative environmental impact such as heavy metals. The adsorption method is one of various methods for wastewater treatment. The humic acid as adsorbent in the adsorption method had been extracted from organic waste. The advantages of this method are simple, cheap and secure from chemical contaminant. The extraction of humic acid from organic waste takes place gradually using 1 L NaOH with a variety of solvents of 0.1 N and 0.5 N. The humic acid before and after treatment was characterized using Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM). The adsorption process was carried out in batch experiment with mass adsorbent of 1 g/L, stirring speed of 150 rpm, room temperatur, pH around 6.7–7.0 for 1 hour. The result showed by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) analysis characterize that adsorption lead (II) in several adsorbent concentrations at pH 6.7–7.07 has effectiveness 98%.

Keywords: adsorbents, extraction, humic acid, organic waste.

Graphical Abstract



1. Pendahuluan

Distribusi pencemaran semakin luas dengan semakin berkembang dan tumbuh pesatnya industri. Beberapa dari industri tersebut menghasilkan limbah cair yang mengandung logam berat seperti timbal pada industri pelapisan logam. Industri pelapisan logam dalam proses pencuciannya biasanya menghasilkan logam berat

timbal. Tabel 1 memberikan informasi mengenai baku mutu limbah cair yang harus dipenuhi oleh industri pelapisan logam dalam menjalankan kegiatan industrinya (Kementerian LH, 2014).

Logam berat timbal (Pb(II)) apabila terakumulasi dalam jumlah besar memiliki sifat toksik yang menjadi faktor utama penyebab kerusakan lingkungan sehingga

diperlukan solusi untuk mengatasi pencemaran tersebut. Salah satu metode untuk mengatasi pencemaran dari limbah industri yaitu menggunakan asam humat pada lingkungan yang tercemar, khususnya pada tanah dan perairan. Asam humat dalam hal ini dapat dipergunakan untuk mengadsorpsi logam berat pada tanah atau perairan yang telah tercemar limbah industri. Asam humat dapat mengadsorpsi logam berat pada kondisi basa, karena asam humat dapat larut pada pH medium sekitar ≥ 6 dengan kelarutan asam humat $\geq 95\%$ (Yunitawati dkk., 2011; Xu dkk., 2021).

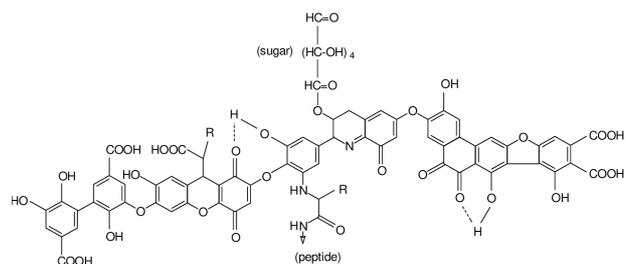
Secara umum, asam humat merupakan bahan makromolekul polielektrolit yang memiliki gugus fungsional seperti $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ fenolat maupun $-\text{OH}$ alkoholat. Kemampuan asam humat untuk berikatan dengan ion logam cukup tinggi, karena gugus ini dapat mengalami deprotonasi pada pH yang relatif tinggi (Boguta dkk., 2019). Asam humat dapat dengan mudah diperoleh dari bahan organik seperti kompos. Kompos merupakan bahan organik yang dihasilkan dari penguraian dan modifikasi sisa organisme dari hewan maupun tumbuhan dengan komposisi yang terkandung di dalamnya diantaranya asam humat, asam fulfat, dan humin.

Asam humat mengandung unsur hara makro seperti C, H, N, dan S, terdapat ikatan aromatik dan alifatik, serta tingkat kemasaman yang dipengaruhi oleh kandungan gugus fenol dan karboksil (de Melo dkk., 2016). Asam humat dipilih sebagai adsorben karena keragaman proses interaksi pada gugus fungsi yang dimilikinya untuk berikatan dengan beberapa logam seperti Cr, Cu, Fe, Cd, dan Pb (Scaglia dkk., 2013; Yang dkk., 2015; Boguta dkk., 2019; Xu dkk., 2021). Asam humat dapat dipergunakan sebagai adsorben dikarenakan asam humat memenuhi syarat yang umum dimiliki oleh adsorben, yaitu terdapat gugus-gugus fungsi yang bertindak sebagai ligan. Ligan yang terdapat pada asam humat, antara lain; $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ fenolat, dan $-\text{OH}$ alkoholat seperti terlihat pada struktur molekul asam humat pada Gambar 1 (Hayes, 1998; de Melo dkk., 2016). Ligan-ligan inilah yang bertindak sebagai pendonor pasangan elektron dalam pengikatan kation logam yang terdapat di lingkungan. Proses adsorpsi akan diulas lebih lanjut melalui studi interaksi logam berat timbal Pb (II) dengan asam humat dalam penelitian ini.

Penelitian ini menggunakan asam humat dari ekstraksi sampah organik menggunakan sampah sayuran pasar yang sebagian besar terdiri dari sampah sayuran dan buah-buahan yang terlebih dahulu dikomposkan,

untuk selanjutnya dijadikan adsorben untuk proses adsorpsi logam. Sampah sayuran dan buah-buahan merupakan sampah organik digunakan sebagai sumber asam humat yang mengalami berbagai tahap dekomposisi. Sampah organik berperan dalam pelapukan dan proses dekomposisi mineral tanah, sumber hara tanaman, pembentukan struktur tanah stabil dan pengaruh langsung pada pertumbuhan dan perkembangan tanaman pada kondisi tertentu. Sampah organik mengandung bahan organik yang berpengaruh terhadap sifat fisik, kimia, dan biologi tanah, antaranya sebagai penyedia unsur hara seperti C, H, N, P dan S yang penting bagi tanaman, sebagai sumber energi bagi organisme tanah, sebagai penyangga (*buffer*) terhadap perubahan pH, dapat berikatan dengan logam-logam, serta memiliki kemampuan berkombinasi dengan mineral tanah (Boguta dkk., 2016; de Melo dkk., 2016; Hu dkk., 2018).

Kandungan asam-asam organik seperti kandungan asam humat dan asam fulvat yang dihasilkan dari kompos dapat ditentukan melalui analisis kimia dan karakterisasi material (Mao dkk., 1998). Pemisahan asam humat dari campurannya didasarkan atas kelarutannya dalam asam dan alkali. Pemisahan asam humat melalui proses ekstraksi perlu untuk diketahui dan dipahami supaya memudahkan dalam penentuan kualitas kompos. Dua pertimbangan untuk pemilihan ekstrak yang cocok didasarkan pada: 1) pengekstrak seharusnya kimia bahan yang diekstrak; dan 2) pengekstrak harus dapat memisahkan asam humat dari campurannya secara kuantitatif. Prosedur yang paling umum digunakan untuk ekstraksi asam humat adalah dengan menggunakan larutan NaOH pada konsentrasi 0,1 N dibandingkan menggunakan larutan NaOH dengan konsentrasi 0,5 N (Scaglia dkk., 2013).



Gambar 1. Model struktur asam humat (dikutip dari Peña-Méndez dkk., 2005)

Tabel 1. Baku mutu limbah cair untuk industri pelapisan logam

Parameter	Kadar Paling Tinggi Pelapisan Logam (mg/L)	Beban Paling Tinggi Pelapisan Logam (g/m ²)	Kadar Paling Tinggi Galvanisasi (mg/L)	Beban Paling Tinggi Galvanisasi (g/m ²)
TSS	20	0,4	20	0,04
Pb	0,1	0,002	0,1	0,0002
pH	6–9		6–9	
Kuantitas air limbah paling tinggi	20 L per m ² produk pelapisan logam		2 L per m ² produk pelapisan logam	

2. Metodologi

2.1. Ekstraksi limbah organik sampah sayuran menghasilkan asam humat

Ekstraksi limbah organik dalam hal ini menggunakan sampah sayuran menjadi asam humat menggunakan prosedur yang diutarakan (Li dkk., 2003) dengan beberapa modifikasi. Sampah sayuran diperoleh dari salah satu pasar di daerah Pelaihari Kalimantan Selatan dicampur dengan kotoran ternak sapi sebagai *starter* dengan perbandingan massa 2 : 1 dan dimasukkan ke dalam tangki pengomposan tertutup berukuran 20 L dengan lubang aerasi berukuran 1 cm². Selanjutnya secara rutin setiap dua minggu sekali dilakukan penyiraman kompos dan pengadukan menggunakan air sebanyak 500 mL. Dalam kurun ± 1 bulan akan terbentuk kompos yang dikecilkan ukurannya dengan cara dipotong dengan ukuran ± 5 cm serta dikeringkan selama 7 hari pada sinar matahari. Kompos kering yang diperoleh dilanjutkan pengeringannya menggunakan oven pada temperatur 40°C selama 36 jam, didinginkan, dihaluskan dan diseragamkan ukurannya pada 100 *mesh*. Pada tahap ekstraksi, kompos kering dengan ukuran 100 mesh sebanyak 100 gram dimasukkan ke dalam gelas beker 1 L dengan variasi ekstrak NaOH 0,1 N dan 0,5 N. Campuran ini diaduk dengan kecepatan pengadukan 50 rpm pada temperatur ruang selama 24 jam. Supernatan yang terbentuk diendapkan, dipisahkan antara endapan dan filtrat dengan proses filtrasi menggunakan kertas saring Whatman No. 40. Filtrat yang terbentuk diendapkan dengan larutan HCl 37% sampai pH larutan mendekati 2. Padatan dipisahkan dari filtrat melalui sentrifugasi dengan kecepatan 3500 rpm selama 20 menit hingga dihasilkan asam humat kasar (AH Kasar).

Asam humat kasar (AH Kasar) dimurnikan dengan 1 L pelarut KOH 0,1 N dengan penambahan 10 g KCl. Campuran larutan ini diaduk dengan kecepatan pengadukan 50 rpm pada temperatur ruang selama 24 jam. Supernatan yang terbentuk diendapkan selama 24 jam, dipisahkan antara endapan dan filtrat. Filtrat yang terbentuk diendapkan dengan HCl 37% sampai pH larutan mendekati 2 dengan waktu pengendapan 24 jam. Padatan dipisahkan dari filtrat melalui sentrifugasi selama 20 menit dengan kecepatan 3500 rpm. Padatan yang terbentuk dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi larutan campuran 0,1 N HCl sebanyak 300 mL dan 0,3 N HF sebanyak 200 mL dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 50 rpm pada temperatur ruang selama 24 jam. Endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai pHnya konstan. Setelah proses pemurnian dilakukan, asam humat yang diperoleh dikeringkan di dalam oven pada temperatur 70°C selama 8 jam, dan dihasilkan asam humat murni (AH Murni). Kemudian padatan yang diperoleh baik AH Kasar maupun AH Murni dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen analisis FTIR, XRD dan SEM.

2.2. Proses adsorpsi timbal (Pb(II)) secara batch

Asam humat (AH) sebagai adsorben sebanyak 50 mg dimasukkan ke dalam 50 mL larutan Pb (II) dengan

konsentrasi awal 10,470 mg/L. Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 100 rpm selama waktu tertentu yang ditentukan pada temperatur ruang dan pH netral 6.7–7,0. Setelah waktu tertentu, larutan disaring dengan *vacuum filter* menggunakan *filter* kertas Whatman No. 42. Filtrat yang diperoleh dianalisis dengan (AAS) dan padatan yang tersaring di kertas saring dianalisis dengan SEM. Persentase kandungan timbal (Pb) yang teradsorpsi dapat dihitung dengan menggunakan rumus pada persamaan (1) (Ciesielczyk dkk., 2018):

$$\% \text{ penyerapan} = \left(\frac{[C_o - C_e]}{W \times V} \right) \times 100\% \quad (1)$$

dengan:

% penyerapan = mg logam/gram adsorben,

C_o = konsentrasi awal timbal (mg/L),

C_e = konsentrasi akhir timbal (mg/L),

W = massa adsorben AH (g), dan

V = volume larutan timbal (L).

3. Hasil dan Pembahasan

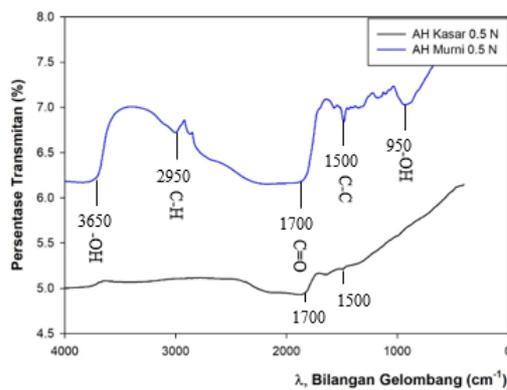
3.1. Karakterisasi asam humat

Sayuran sebagai sumber asam humat memiliki struktur yang kompleks sehingga diperlukan tambahan perlakuan khusus untuk mengekstrak asam humat. Asam humat yang digunakan dalam penelitian ini diisolasi dari sampah sayuran pasar yang telah dikomposkan. Larutan NaOH diketahui sangat efektif mengekstrak senyawa asam humat, dimana senyawa asam humat larut dalam NaOH sedangkan senyawa bukan asam humat lainnya tidak larut (Kolla dkk., 1998). Untuk mendapatkan senyawa asam humat menggunakan larutan NaOH perlu ditambahkan HCl sehingga senyawa asam humat akan menggumpal dan tidak larut. Ekstrak asam humat kasar (AH Kasar) yang diperoleh, dimurnikan dengan melarutkan dalam larutan KOH dan ditambah KCl. KOH dapat melarutkan asam humat dari senyawa humin lainnya dan dapat memaksimalkan kemurnian asam humat. KCl berfungsi sebagai penyerap air dalam pemurnian asam humat sehingga larutan menjadi lebih pekat. Proses selanjutnya adalah pencucian asam humat, hal ini dilakukan dengan cara melarutkan asam humat hasil isolasi ke dalam larutan campuran 0,1 N HCl dan 0,3 N HF. Kedua pereaksi tersebut berfungsi untuk memisahkan kontaminan berupa bahan-bahan anorganik dari asam humat terutama silika dan logam (Yunitawati dkk., 2011) sehingga dihasilkan asam humat murni (AH Murni).

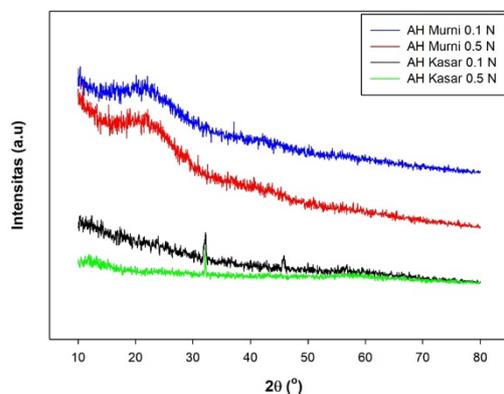
Spektra FTIR AH kasar dan AH Murni terlihat memiliki perbedaan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. Pada AH kasar, puncak serapan yang dihasilkan pada daerah 1700 cm⁻¹ terdapat struktur komponen aromatik vibrasi ulur untuk C=O pada gugus karbonil dan puncak di daerah 1500 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur C–C yang berasal dari cincin aromatik. Sedangkan pada AH murni, banyak terbentuk puncak-puncak serapan baru diantaranya di daerah 3650 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur untuk gugus -OH dan menunjukkan adanya ikatan hidrogen. Puncak serapan

2950 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur C-H alifatik pada alkana, serta puncak di daerah 950 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur -OH yang berasal dari gugus asam karboksilat, disamping puncak di daerah 1700 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur C=O dari COOH dan puncak di daerah 1500 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur C-C yang berasal dari cincin aromatik sama seperti pada AH kasar (Yang dkk., 2016).

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui struktur amorf asam humat dari ekstrak AH kasar dan AH murni. Hasil difraktogram sinar X yang terlihat pada Gambar 3 menunjukkan perbedaan yang sangat jelas antara ekstrak kasar asam humat dan asam humat murni. Pada ekstrak AH kasar terdapat puncak karakteristik dari pengotor senyawa humin, seperti yang terlihat di Gambar 3 pada puncak 2 θ (sekitar 32 $^\circ$) diduga berasal dari kontaminan anorganik, SiO₂ (Si-OH, O-H bend) dalam bentuk quartz untuk AH kasar 0,1 N NaOH dan 0,5 N NaOH (Naidja dkk., 2002). Setelah dilakukan pemurnian, terdapat puncak 2 θ yang hilang, dimana hilangnya puncak 2 θ menunjukkan adanya pengotor senyawa humin, kontaminan anorganik seperti silika (Si-OH O-H bend) terlepas dari asam humat, seperti ditunjukkan pada AH murni 0,1 N NaOH dan 0,5 N NaOH yang mengindikasikan berkurangnya pengotor yang terikat pada asam humat (Boguta dkk., 2019).



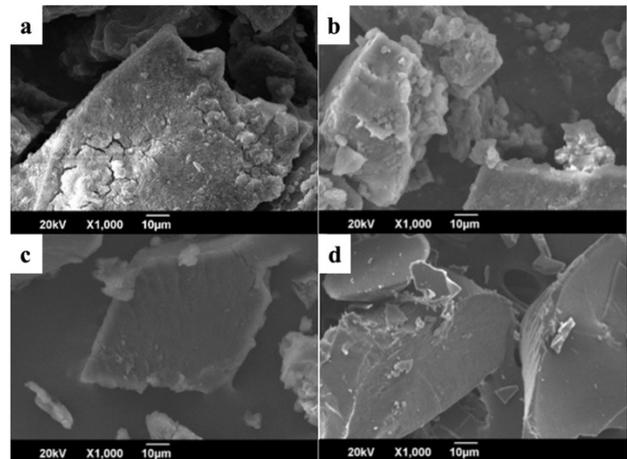
Gambar 2. Analisis FT-IR AH kasar dan AH murni dengan pelarut 0,5 N NaOH



Gambar 3. X-Ray diffraction AH kasar dan AH murni pada berbagai konsentrasi ekstrak larutan NaOH

Hasil analisis SEM *images* pada pelarut NaOH dengan variasi 0,1 N dan 0,5 N dengan perbandingan ekstrak asam humat kasar dan asam humat murni pada Gambar 4. Struktur morfologi ekstrak AH kasar dan AH murni diobservasi dengan analisis SEM. Pada proses ekstraksi, analisis SEM diperlukan untuk mengetahui struktur morfologi asam humat. Pada Gambar 4 (a) dan (b) dapat dilihat ekstrak asam humat kasar pada pelarut NaOH dengan variasi 0,1 N dan 0,5 N berbentuk bongkahan dan permukaannya kasar. Hal ini karena asam humat masih diselubungi oleh senyawa humin, disamping kontaminan bahan anorganik dari asam humat terutama SiO₂ (Boguta dkk., 2019; Lu dkk., 2020).

Pada Gambar 4 (c) dan (d) dapat dilihat asam humat yang sudah mengalami proses pemurnian dan pencucian, asam humat berbentuk pecahan tak beraturan dan permukaannya lebih halus. Pemurnian asam humat menggunakan pelarut KOH yang ditambah garam KCl. Larutan KOH dapat memisahkan senyawa humin dan senyawa bukan asam humat yang terikat saat proses ekstraksi, sedangkan KCl berfungsi untuk mengikat molekul air yang terikat pada ekstrak kasar asam humat. Untuk mengobservasi kandungan asam humat yang dihasilkan, maka dilakukan analisis SEM-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS) seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.



Gambar 4. SEM morfologi asam humat kasar dan asam humat murni pada berbagai konsentrasi NaOH (a) AH kasar 0,1 N NaOH (b) AH kasar 0,5 N NaOH (c) AH murni 0,1 N NaOH (d) AH murni 0,5 N NaOH

Tabel 2. Komposisi AH kasar 0,1 N NaOH dan AH murni 0,1 N NaOH berdasarkan EDS analisis

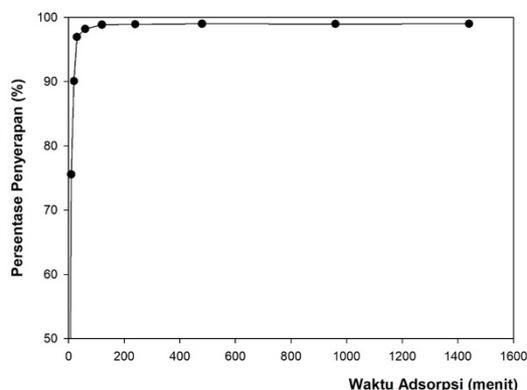
Komponen	Kandungan (% berat)	
	AH Kasar	AH Murni
C	51,71	66,61
O	18,40	27,03
Al	3,10	-
Si	6,57	-
S	2,76	-
Cl	17,46	-
Mg	-	0,86
Ca	-	5,50

Analisis ini untuk mengetahui komposisi yang terkandung dalam ekstrak asam humat kasar dan asam humat murni. Analisis EDS dapat mengetahui perbedaan komposisi yang terkandung dari ekstrak kasar AH 0,1 N NaOH dan AH murni 0,1 N NaOH. Adanya kandungan C dan O pada kedua sampel menunjukkan bahwa asam humat mengandung karbon dan oksigen yang merupakan bahan penyusun makromolekul polielektrolit yang memiliki gugus fungsional seperti karboksil, $-\text{COOH}$ (Yang dkk., 2015).

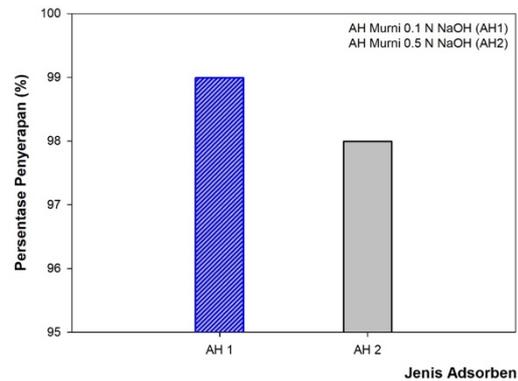
3.2. Proses adsorpsi timbal (Pb(II)) secara batch dengan asam humat sebagai adsorben

Waktu kesetimbangan proses penghilangan timbal ditentukan dengan melakukan percobaan pada temperatur ruang, konsentrasi timbal awal sekitar 10,5 mg/L, dosis adsorben 1 g/L, kecepatan pengadukan 150 rpm, pH 6,7-7,0 pada berbagai waktu kontak. Gambar 5 menunjukkan bahwa sejumlah besar timbal teradsorpsi dalam 10 menit pertama, setelah itu adsorpsi timbal meningkat secara perlahan hingga waktu kesetimbangan tercapai. Waktu kesetimbangan adalah 1 jam. Adsorpsi ion logam seperti timbal, tembaga, kromium dan besi pada asam humat merupakan proses yang cepat seperti yang dilaporkan dalam beberapa penelitian sebelumnya (Yunitawati dkk., 2011; Scaglia dkk., 2013; Qi dkk., 2017; Boguta dkk., 2019; Xu dkk., 2021). Waktu ekuilibrium proses penghilangan timbal oleh AH Murni 0.1 N NaOH sekitar 1 jam dipilih untuk percobaan lebih lanjut untuk memastikan bahwa sistem sudah dalam kondisi ekuilibrium.

Gambar 5 menunjukkan bahwa selama 30 menit pertama, kapasitas penyerapan timbal meningkat secara signifikan dari 0 mg/g menjadi 10,15 mg/g, yang mungkin disebabkan oleh difusi yang terjadi ke dalam pori-pori dan adsorpsi ke permukaan adsorben. Awalnya, gradien konsentrasi timbal (Pb(II)) relatif tinggi yang memfasilitasi difusi cepat ke dalam dan melalui pori AH Murni 0,1 N. Kemudian kapasitas serapan timbal sedikit meningkat mencapai kapasitas serapan timbal sebesar $10,35 \pm 0,1$ mg/g dan konstan mencapai kondisi kesetimbangan dalam waktu 1 jam.



Gambar 5. Persentase penyerapan ion timbal (Pb(II)) sesudah adsorpsi pada berbagai waktu kontak pada temperatur ruang, massa adsorben AH murni 0,1 N NaOH 1 g/L, pH 6,7-7,0, pengadukan 150 rpm



Gambar 6. Persentase penyerapan ion timbal (Pb(II)) sesudah adsorpsi menggunakan AH Murni 0,1 N NaOH dan AH murni 0,5 N NaOH pada temperatur ruang, massa adsorben 1 g/L, pH 6,7-7,0, kecepatan pengadukan 150 rpm, waktu adsorpsi 1 jam

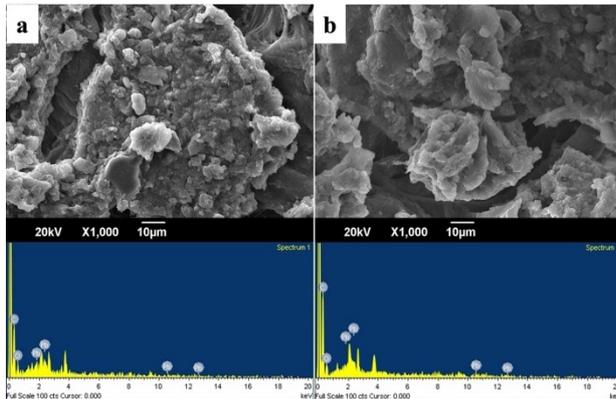
Dari hasil pengujian proses adsorpsi pada limbah cair sintesis Pb (II) seperti yang terlihat pada Gambar 6 diperoleh konsentrasi Pb (II) sesudah proses adsorpsi selama 1 jam sekitar 0,12 mg/L, dengan persentase penyerapan mencapai 98,8% untuk AH Murni 0,1 N dan 0,22 mg/L dengan persentase penyerapan mencapai 97,9% untuk AH murni 0,5 N NaOH.

Dari analisis EDS seperti yang tertera pada Tabel 3 kandungan Pb (II) pada AH murni dengan pelarut 0,1 N NaOH yaitu 10,22% lebih banyak dari AH murni dengan pelarut 0,5 N NaOH yaitu hanya 7,67%. Ekstraktan dengan menggunakan larutan 0,1 N NaOH lebih sering digunakan karena sifat ekstraksinya yang tidak terlalu kuat dibanding larutan 0,5 N NaOH, serta Pb (II) lebih banyak terserap pada AH murni 0,1 N NaOH dikarenakan lebih banyak memiliki gugus karboksil (Kolla dkk., 1998; Yang dkk., 2015). Proses adsorpsi terhadap Pb (II) dengan menggunakan AH murni sebagai adsorben juga terlihat dari analisis EDS pada Tabel 3 jika dibandingkan dengan Tabel 2 yang tidak mengandung Pb (II) sebelum proses adsorpsi dilakukan.

Dari Gambar 7 (a) dan (b) dapat terlihat bahwa setelah adsorpsi terdapat timbal (Pb) yang menempel pada serat asam humat. Proses pengikatan ini akan membuat luas permukaan asam humat lebih besar sehingga lebih efektif digunakan sebagai adsorben. Untuk mengobservasi kandungan asam humat yang dihasilkan, maka dilakukan analisis EDS. Analisis ini untuk mengetahui komposisi yang terkandung dalam asam humat setelah proses adsorpsi. Hasil yang ditunjukkan dari Gambar 7 tersebut juga menunjukkan analisis EDS pada adsorben asam humat setelah proses adsorpsi. Dari gambar dapat diketahui perbedaan komposisi yang terkandung dari AH setelah proses adsorpsi menggunakan AH murni dengan pelarut 0,1 N NaOH dan 0,5 N NaOH. Adanya peak timbal (Pb (II)) pada asam humat setelah proses adsorpsi menunjukkan bahwa Pb (II) berhasil diikat oleh asam humat. Perbedaan kandungan Pb (II) pada kedua asam humat menunjukkan kemampuan adsorpsi pada asam humat sebagai adsorben.

Tabel 3. Komposisi AH Murni 0,1 N NaOH dan AH Murni 0,5 NaOH setelah proses adsorpsi

Komponen	Kandungan (% berat)	
	AH Murni 0,1 N NaOH	AH Murni 0,5 N NaOH
C	60,15	60,65
O	29,63	31,68
Pb	10,22	7,67



Gambar 7. SEM images dan EDS analisis dari asam humat setelah proses adsorpsi menggunakan (a) AH murni 0,1 N NaOH (b) AH murni 0,5 N NaOH

4. Kesimpulan

Beberapa kesimpulan yang diperoleh dari hasil penelitian yang dilakukan terhadap karakteristik asam humat yang dihasilkan diantaranya dari analisis FTIR menunjukkan pada ekstrak AH kasar terdapat gugus karbonil, sedangkan pada AH murni terdapat ikatan hidrogen, ikatan alifatik pada alkana, gugus karboksilat, cincin aromatik, serta gugus asam karboksilat. Analisis XRD menunjukkan pada ekstrak AH kasar terdapat kontaminan anorganik seperti SiO_2 di daerah 2θ (sekitar 32°). Analisis SEM-EDS disamping melihat morfologi ekstrak AH kasar berbentuk bongkahan dan permukaannya kasar, dan asam humat murni permukaannya pecahan tak beraturan dan permukaannya lebih halus. Disamping itu SEM-EDS mengetahui komposisi yang terkandung dalam ekstrak AH kasar dan AH murni, dimana pada AH kasar asam humat masih diselimuti oleh senyawa humin, juga kontaminan bahan anorganik dari asam humat terutama SiO_2 .

Proses pengolahan adsorben asam humat dari sampah sayuran pasar menggunakan metode ekstraksi dengan variasi pelarut NaOH yaitu 0,1 N dan 0,5 N dengan keefektifan kapasitas adsorpsi terhadap penyerapan logam Pb (II) masing-masing mencapai 98,8% dan 97,9%. Asam humat dapat berperan sebagai media adsorben untuk menurunkan konsentrasi timbal pada limbah cair sintesis Pb (II) yang ditunjukkan dari analisis EDS asam humat setelah adsorpsi terdapat timbal (Pb) yang menempel pada serat asam humat.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih penulis ucapkan kepada Fakultas Teknik Universitas Lambung Mangkurat yang telah mendukung kegiatan penelitian ini sehingga dapat terselesaikan dengan baik.

Daftar Pustaka

Boguta, P.; D'Orazio, V.; Senesi, N.; Sokołowska, Z.; Szewczuk-Karpisz, K., Insight Into the Interaction Mechanism of Iron Ions with Soil Humic Acids. The Effect of The pH and Chemical Properties of Humic Acids. *Journal of Environmental Management*, 2019, **245**, 367–374.

Boguta, P.; D'Orazio, V.; Sokołowska, Z.; Senesi, N., Effects of Selected Chemical and Physicochemical Properties of Humic Acids from Peat Soils on their Interaction Mechanisms with Copper Ions at Various pHs. *Journal of Geochemical Exploration*, 2016, **168**, 119–126.

Ciesielczyk, F.; Goscianska, J.; Zdarta, J.; Jesionowski, T., The Development of Zirconia/Silica Hybrids for the Adsorption and Controlled Release of Active Pharmaceutical Ingredients. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2018, **545**, 39–50.

de Melo, B.A.G.; Motta, F.L.; Santana, M.H.A., Humic Acids: Structural Properties and Multiple Functionalities for Novel Technological Developments. *Materials Science and Engineering: C*, 2016, **62**, 967–974.

Hayes, M.H.B., Humic Substances: Progress Towards More Realistic Concepts of Structures. Davies, G.; Ghabbour, E.A., eds., *Humic Substances: Structures, Properties, and Uses*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 1998, pp. 1–27.

Hu, J.; Wu, J.; Qu, X.; Li, J., Effects of Organic Wastes on Structural Characterizations of Humic Acid in Semiarid Soil under Plastic Mulched Drip Irrigation. *Chemosphere*, 2018, **200**, 313–321.

Kementerian Lingkungan Hidup Republik Indonesia, *Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah*, 2014.

Kolla, S.; Paciolla, M.D.; Sein, L.T.; Moyer, J.; Walia, D.; Heaton, H.; Jansen, S.A., Humic Acid As A substrate for Alkylation. Davies, G.; Ghabbour, E.A. eds., *Humic Substances: Structures, Properties, and Uses*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 1998, pp. 215–225.

Li, L.; Huang, W.; Peng, P.A.; Sheng, G.; Fu, J., Chemical and Molecular Heterogeneity of Humic Acids Repetively Extracted from A Peat. *Soil Science Society of America Journal*, 2003, **67**, 740–746.

- Lu, Y.; Liang, Y.; Liu, F.; Wang, Z.; Shi, Z., Nano Scale Visualization of Enhanced Adsorption and Distribution of Humic Acid on Hematite: Effect of Pb(II) Ions. *Chemical Geology*, 2020, **541**, 119573.
- Mao, J.; Hu, W.; Schmidt-Rohr, K.; Davies, G.; Ghabbour, E.A.; Xing, B., Structure and Elemental Composition of Humic Acids: Comparison of Solid-State ¹³C NMR Calculations and Chemical Analyses. Davies, G.; Ghabbour, E.A. eds., *Humic Substances: Structures, Properties, and Uses*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 1998, pp. 79–90.
- Naidja, A.; Huang, P.M.; Anderson, D.W.; Van Kessel, C., Fourier Transform Infrared, UV-Visible, and X-Ray Diffraction Analyses of Organic Matter in Humin, Humic Acid, and Fulvic Acid Fractions in Soil Exposed to Elevated CO₂ and N Fertilization. *Applied Spectroscopy*, 2002, **56**, 318–324.
- Peña-Méndez, E.; Havel, J.; Patocka, J., Humic Substances—Compounds of Still Unknown Structure: Applications in Agriculture, Industry, Environment, and Biomedicine. *Journal of Applied Biomedicine*, 2005, **3**, 13–24.
- Qi, Y.; Zhu, J.; Fu, Q.; Hu, H.; Huang, Q., Sorption of Cu by Humic Acid from The Decomposition of Rice Straw in The Absence and Presence of Clay Minerals. *Journal of Environmental Management*, 2017, **200**, 304–311.
- Scaglia, B.; Tambone, F.; Adani, F., Cr(VI) Reduction Capability of Humic Acid Extracted from the Organic Component of Municipal Solid Waste. *Journal of Environmental Sciences*, 2013, **25**, 487–494.
- Xu, H.; Hu, X.; Chen, Y.; Li, Y.; Zhang, R.; Tang, C.; Hu, X., Cd(II) and Pb(II) Adsorbed on Humic Acid-Iron-Pillared Bentonite: Kinetics, Thermodynamics and Mechanism of Adsorption. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2021, **612**, 126005.
- Yang, K.; Miao, G.; Wu, W.; Lin, D.; Pan, B.; Wu, F.; Xing, B., Sorption of Cu²⁺ on Humic Acids Sequentially Extracted from a Sediment. *Chemosphere*, 2015, **138**, 657–663.
- Yang, L.; Wei, Z.; Zhong, W.; Cui, J.; Wei, W., Modifying Hydroxyapatite Nanoparticles with Humic Acid for Highly Efficient Removal of Cu(II) from Aqueous Solution. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2016, **490**, 9–21.
- Yunitawati; Nurmasari, R.; Mujiyanti, D.R.; Umaningrum, D., Kajian pH dan Waktu Kontak Optimum Adsorpsi Cd(II) dan Zn(II) pada Humin. *Sains dan Terapan Kimia*, 2011, **5**(2), 151–157.