



THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE VARIATION IN PINEAPPLE LEAF ADSORBENT PREPARATION ON METHYLENE BLUE ADSORPTION USING NaCl ACTIVATOR

Mochamad Rois Nabhan¹, Dani Gustaman Syarif², Endi Suhendi¹

Artikel ini telah dipresentasikan pada kegiatan Seminar Nasional Fisika (Sinafi XI) & International Physics Conference (IPC)

Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung, Indonesia

16 Agustus 2025

Abstract

The use of adsorbents has emerged as a potential solution in wastewater treatment, particularly in addressing pollution caused by heavy metals, dyes, and other organic compounds. However, one of the main challenges still encountered is the relatively low adsorption capacity of adsorbents compared to synthetic adsorbents, which is largely influenced by the pore structure of the adsorbent material. This study aims to optimize the adsorption capacity of pineapple leaf-based activated carbon through cellulose delignification and calcination at varying temperatures of 500°C, 600°C, and 700°C, and to analyze its effects on crystallinity, morphology, as well as adsorption efficiency and capacity for the Methylene Blue (MB) dye. The results show that the highest removal efficiency was achieved at a calcination temperature of 700°C, with an efficiency of 87.07% and an adsorption capacity of 42,27 mg/g. Conversely, the lowest efficiency was observed at 500°C, with an efficiency of 30.15% and an adsorption capacity of 18,09 mg/g. In line with this, morphological characterization revealed that the average pore depth of the adsorbent increased with higher activation temperatures. Thus, it can be concluded that higher calcination temperatures lead to greater adsorption efficiency and capacity of the resulting activated carbon.

Keywords: Adsorbent, Activated carbon, Pineapple leaves, Methylene Blue, Adsorption

PENDAHULUAN

Adsorben telah menjadi topik yang menarik dalam bidang pengolahan limbah, terutama dalam upaya mengatasi pencemaran air akibat logam berat, zat warna, serta senyawa organik lainnya (Faisal et al., 2018). Seiring meningkatnya kesadaran akan pentingnya pelestarian lingkungan dan kebutuhan akan teknologi yang lebih ramah lingkungan, penggunaan adsorben terus mengalami perkembangan pesat. Berbagai penelitian telah mengkaji potensi bahan alami seperti limbah pertanian, limbah industri makanan, hingga tanaman tertentu sebagai adsorben yang efektif. Berbagai penelitian telah mengkaji potensi bahan alami seperti limbah pertanian, limbah industri makanan, hingga tanaman tertentu sebagai adsorben yang efektif. Keunggulan utama dari adsorben terletak pada ketersediaannya yang melimpah di alam. membuat adsorben menjadi pilihan yang lebih ekonomis dibandingkan dengan adsorben sintesis (Astari & Utami,

✉ Mochamad Rois Nabhan Endi Suhendi
roisnabhan.01@gmail.com endis@upi.edu

Dani Gustaman Syarif
dani001@brin.go.id

¹ Physics Study Program, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung, Indonesia.

² Researcher (Prof.) at BRIN, Badan Riset dan Inovasi Nasional, Bandung, Indonesia

2018). Selain itu, adsorben menawarkan solusi yang berkelanjutan karena bersifat *biodegradable*, sehingga tidak menambah beban pencemaran lingkungan setelah digunakan. Keunggulan lainnya adalah adsorben cenderung meminimalkan produksi kontaminan kimia yang biasanya dihasilkan dalam proses pengolahan limbah menggunakan metode konvensional, sehingga mengurangi kebutuhan akan proses pengolahan lanjutan (Nisa Nurhidayanti, Mindriany Syafila, Agus Jatnika Effendi, 2023). Namun, meskipun menawarkan berbagai keuntungan, penggunaan adsorben dalam skala besar masih menghadapi sejumlah tantangan yang perlu diatasi agar aplikasinya dapat lebih optimal dan berkelanjutan. Salah satu tantangan utama adalah kapasitas adsorpsi yang cenderung lebih rendah dibandingkan dengan adsorben sintesis (Huda & Yulitaningtyas, 2018).

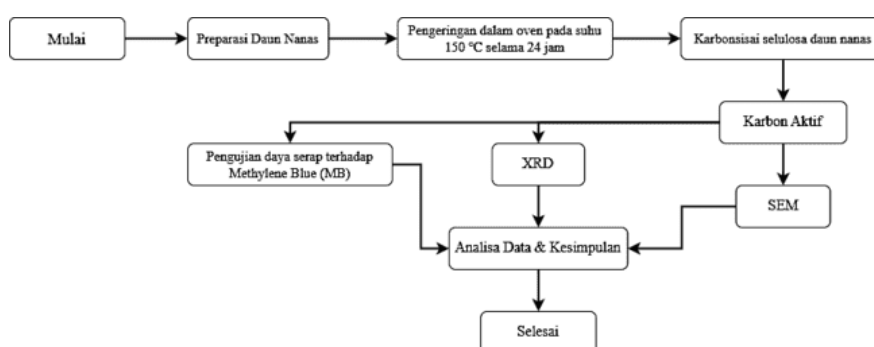
Adsorbat atau limbah yang kerap kali terbuang pada industri tekstil salah satunya limbah Methylene Blue (pewarna biru). Regulasi batas pembuangan limbah tersebut diatur berdasarkan peraturan keputusan Kementerian Lingkungan Hidup di Indonesia Kep.02/MENKLH/1/1988 dengan batas konsentrasi maksimum *Methylene Blue* (MB) yang diizinkan ialah 0,5 mg/L di dalam air. Kadar yang melebihi regulasi tersebut dapat mengakibatkan karsinogenik potensial pada biota perairan pada dosis tak terkontrol dan tidak dianjurkan. Bioakumulasi dalam tubuh organisme dan meningkatkan toksisitas pada tingkat trofik yang lebih. Sedangkan dampak utama dapat mempengaruhi efisiensi respirasi organisme dengan mengganggu sistem enzimatik (Palar, 2004 dalam (Astari & Utami, 2018).

Pengolahan limbah Methylene Blue dapat berlangsung efektif dengan biaya operasional yang relatif lebih murah dibandingkan dengan metode pengolahan limbah lainnya. Proses mekanisme adsorpsi terbagi menjadi dua karakteristik, teknik adsorpsi pertama bersifat fisika (*Physisorption*) dan teknik adsorpsi kedua bersifat kimia (*Chemisorption*). Adsorpsi *Physisorption*, dicirikan dengan adsorbat yang mulai terikat dengan permukaan adsorben dengan prinsip gaya *van der waals* melepaskan energi rendah dan termasuk dalam ikatan yang lemah (Syauqiah et al., 2011). Bagian molekul dari adsorbat yang telah teradsorpsi terikat antara satu dengan lainnya hingga akan membentuk *layer* yang tersusun dari beberapa lapisan (*multilayer adsorption*) dan saling menjaga kestabilan struktur. Selanjutnya pada *Chemisorption*, akan terbentuk ikatan (*monolayer adsorption*) antara adsorbat dengan bagian permukaan dari adsorben secara kimia (Job & Rüffler, 2016).

Salah satu faktor utama yang mempengaruhi kapasitas adsorpsi adalah struktur pori adsorben. Struktur pori yang optimal dapat meningkatkan luas permukaan spesifik, sehingga memungkinkan interaksi yang lebih efektif antara adsorben dan adsorbat. Pori-pori pada adsorben umumnya dikategorikan berdasarkan ukurannya, mikropori (<2 nm), mesopori (2–50 nm), dan makropori (>50 nm) (Syauqiah et al., 2011). Mikropori berperan penting dalam meningkatkan kapasitas adsorpsi karena menyediakan luas permukaan yang besar untuk penyerapan molekul kecil. Mesopori memfasilitasi difusi molekul adsorbat berukuran lebih besar, sementara makropori berfungsi sebagai saluran transportasi menuju pori-pori yang lebih kecil. Penelitian menunjukkan bahwa modifikasi struktur pori melalui proses aktivasi dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi adsorben. Dengan struktur pori yang lebih terkontrol, adsorben mampu menjebak molekul polutan dengan lebih efektif, sehingga meningkatkan kapasitas adsorpsi dan kinerjanya dalam berbagai aplikasi (Munira et al., 2022).

METODE

Penelitian ini menggunakan metode kajian pustaka dan eksperimen. Kajian pustaka berperan sebagai landasan dan panduan dalam pelaksanaan penelitian, yang dilakukan melalui penelaahan berbagai sumber seperti buku, jurnal, artikel, karya ilmiah, serta media pembelajaran lainnya terkait adsorben. Kajian ini mencakup sejarah penemuan, sintesis bahan, teknik fabrikasi, teknik deposisi, karakterisasi, hingga perkembangan penelitian dari waktu ke waktu untuk mengidentifikasi kebaruan dan menentukan pendekatan yang efektif dalam eksperimen. Sementara itu, metode eksperimen diterapkan untuk memverifikasi temuan dari kajian pustaka sesuai dengan tujuan penelitian. Proses penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, meliputi tahapan preparasi ekstrak daun nanas, proses dehidrasi, proses karbonisasi, pembuatan karbon aktif, pengujian daya serap karbon aktif daun nanas terhadap Methylene Blue dan karakterisasi XRD dan SEM. Gambar 1 menunjukkan tahapan metode penelitian yang dilakukan.



Gambar 1. Tahapan Metode Penelitian Adsorben Daun Nanas

Peralatan dan Material

Peralatan yang digunakan meliputi gelas ukur, cangkir porselen, timbangan analitik, hot plate, pengaduk magnetik, oven, furnaces, dan saringan dengan ukuran 100 mesh. Instrumen yang digunakan adalah Timbangan Analitik Mettler Toledo, Meter pH Mettler Toledo, Pengaduk *Magnetic Hotplate* IKA 381000X, Difraksi Sinar-X Bruker D8 Advance, Mikroskop Elektron Pemindaian JSM-6390LV, Spektrometer Dispersi Energi X-ray HITACHI, dan Spektrofotometer UV-Vis Genesys 10s. Bahan Preparasi yang digunakan merupakan biomassa daun dari mahkota buah nanas untuk diproses menjadi adsorben.

Preparasi Sampel Adsorben

Pada proses ini daun nanas yang akan digunakan dipilih dari tanaman yang sehat dan bebas dari hama atau penyakit. Kemudian daun nanas dicuci menggunakan air bersih yang mengalir untuk menghilangkan kotoran seperti debu, tanah, dan sisa-sisa organisme lain. Proses ini penting untuk mencegah kontaminasi selama preparasi. Daun yang sudah bersih dipotong menjadi bagian-bagian yang lebih kecil berukuran 2 s.d 5 (cm) Pemotongan awal ini bertujuan mempermudah proses pencacahan serta memastikan ukuran bahan lebih seragam. Selain itu, bagian pangkal daun yang keras dan ujung daun yang runcing dibuang untuk mengurangi risiko cedera serta mempermudah penanganan. Potongan daun yang sudah siap disimpan dalam wadah tertutup dan bersih sebelum masuk ke tahap selanjutnya. Penyimpanan sementara ini dilakukan untuk menjaga kualitas bahan baku serta menghindari kontaminasi dari lingkungan sekitar. Proses preparasi ini dijelaskan dalam Gambar 2.



Gambar 2. Massa daun nanas yang telah diukur dalam ketiga wadah gelas beaker

Proses Dehidrasi

Setelah proses pemotongan selesai, tahap selanjutnya adalah dehidrasi yang bertujuan untuk mengurangi kadar air dalam potongan daun nanas. Potongan daun nanas yang telah disiapkan sebelumnya disusun secara merata di atas wadah tahan panas dengan menggunakan cawan keramik atau gelas beaker dalam kondisi suhu yang masih memungkinkan dan tidak terlalu panas. Penyusunan dilakukan sedemikian rupa agar tidak terjadi tumpang tindih, sehingga proses pengeringan (*drying*) dapat merata di permukaan daun. Daun nanas dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 150°C selama 24 jam. Pengeringan dapat memudahkan pembentukan karbon aktif menjadi lebih efektif, memudahkan deformasi padatan bentuk daun nanas yang telah mengalami defisit persentase kadar air (Ramdja et al., 2008).

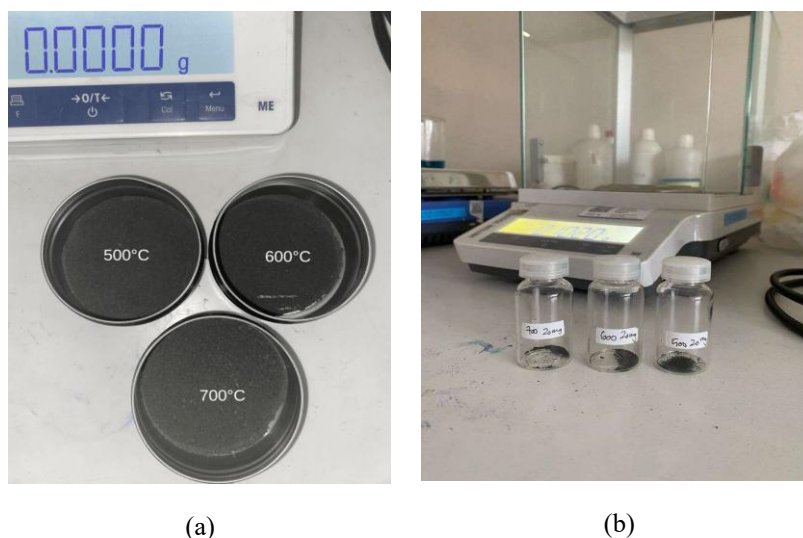
Proses Karbonisasi

Potongan daun nanas yang telah kering kemudian melanjutkan proses karbonisasi untuk mengubah kandungan organik dalam daun menjadi karbon yang lebih stabil dan berpori. Karbonisasi dilakukan dengan memasukan sampel kedalam furnace pada suhu 350°C selama 60 menit hingga menjadi adsorben. Selama proses ini, bahan organik dalam daun, seperti selulosa, hemiselulosa, dan lignin, akan terurai menjadi karbon serta gas-gas volatil seperti CO_2 , CO , dan uap air. Daun nanas yang sudah melalui proses karbonisasi ini menunjukkan warna hitam pekat menandakan terbentuknya karbon setelah pemanasan dalam suhu 350°C selama 60 menit. Karbon yang terbentuk akan terlihat hitam legam setelah proses penggerusan, dalam tahap ini daun sudah berbentuk serbuk karbon (*carbon powder*) (Nizam et al., 2021).

Pembentukan Karbon Aktif

Karbon hasil karbonisasi direndam dalam larutan NaCl (Natrium Klorida) untuk memperbaiki struktur pori-pori dan meningkatkan luas permukaannya. Perendaman berlangsung selama 3 hari 3 malam dalam kondisi tertutup dan dibiarkan pada suhu ruang. Selama proses ini, ion natrium dari NaCl berinteraksi dengan struktur karbon, membantu memperbesar ukuran pori-pori dan meningkatkan ketersediaan situs aktif untuk adsorpsi. Setelah proses aktivasi selesai, karbon yang telah direndam diambil dan dicuci dengan air suling hingga pH larutan pencucian mendekati netral. Proses pencucian bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa larutan NaCl yang masih menempel pada permukaan karbon. Penyaringan karbon menggunakan kertas filter V60 ukuran 100-200 mesh. Residu hasil perendaman sebisa mungkin dinetralkan dengan menggunakan aquades yang disaring hingga

beberapa kali hingga kadar garam yang menempel pada dinding-dinding pori berkurang signifikan (Eichorn et al., 2009).



Gambar 3. Preparasi *Stirring* karbon (a) Karbon aktif dengan variasi suhu (b) Karbon aktif diukur masing-masing suhu sebanyak 20 mg dengan neraca digital

Gambar 3 merupakan karbon aktif yang dihasilkan dari tahap kalsinasi kemudian diproses lebih lanjut melalui metode *stirring*. Proses ini bertujuan untuk menguji kemampuan karbon aktif dalam menyerap zat warna, dalam hal ini menggunakan larutan Methylene Blue (MB) sebagai indikator. Karbon aktif dari masing-masing sampel terlebih dahulu ditimbang sebanyak 20 mg menggunakan neraca analitik. Selanjutnya, larutan Methylene Blue disiapkan dalam beberapa variasi volume, yaitu 20 mL, 30 mL, 40 mL, 50 mL, dan 60 mL.

Karakterisasi UV-Vis

Penurunan konsentrasi larutan Methylene Blue (MB) setelah diserap oleh karbon aktif diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran ini dilakukan pada rentang panjang gelombang 650-700 nm (spektrum sinar merah). Hasil yang diperoleh dari karakterisasi ini berupa ΔR (selisih resistansi) antara R_{air} dan R_{MB} dalam rentang fase tertentu akan mengalami perubahan yang signifikan mendekati angka nol k Ω atau mendekati kejernihan air. Resistansi air dan Resistansi Methylene Blue diukur menggunakan multimeter hingga menghasilkan kondisi awal selisih resistansi (ΔR) sebelum *stirring* dilakukan menjadi stagnan, dengan nilai ohmik $\Delta R = 1,409$ k Ω .

Karakterisasi XRD

Pengambilan data pada tahap ini dilakukan untuk menentukan kristalinitas yang terbentuk pada adsorben. Pada penelitian ini adsorben yang digunakan berbahan dasar *organic compounds* daun nanas yang telah meliputi berbagai proses hingga terbentuk menjadi karbon yang telah aktif (adsorben). Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan alat Bruker Advanced D8 dengan eksitasi Cu-K α . Pola difraksi dan data yang didapatkan selanjutnya diolah menggunakan perangkat lunak Match!. Hasil pengolahan data tersebut diperoleh fase kristal dan jumlah persentase fasa yang terbentuk. Data yang digunakan pada analisis merupakan hasil

karakterisasi menggunakan XRD dan SEM. Hasil karakterisasi menggunakan data sudut (2θ) dan intensitas diolah menggunakan software Match! untuk memperoleh persentase fase kristal Adsorben Daun Nanas. Menggunakan metode Scherrer pada (Pers. 1) data puncak dan FWHM dapat digunakan untuk menentukan ukuran bulir (Patterson, 1939).

$$D = K \frac{\lambda}{\beta \cos \theta} \tag{1}$$

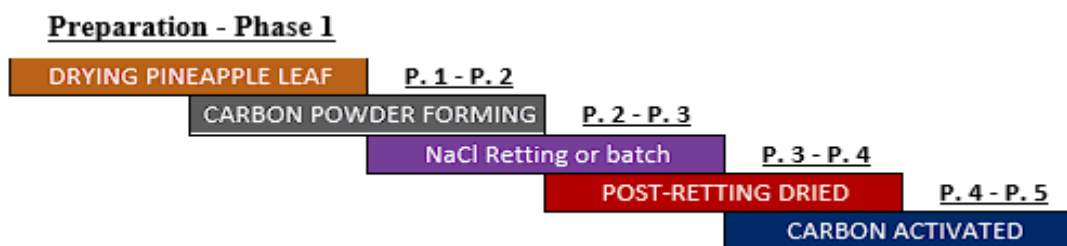
Karakterisasi SEM

Sedangkan hasil karakterisasi menggunakan SEM adalah citra atau gambar morfologi permukaan lapisan tipis *adsorbent* (Yurdakal et al., 2019). Data tersebut diolah untuk menentukan homogenitas ukuran bulir yang terbentuk dengan mengontraskan gambar, kemudian mengukur ukuran butir tersebut menggunakan skala SEM dengan bantuan perangkat lunak ImageJ. Interpretasi data yang dilakukan dengan cara menghubungkan ukuran bulir yang diperoleh dari metode Scherrer dan citra SEM pada karakterisasi ini dilakukan dengan menggunakan SEM Hitachi™ SU-3500.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Drying - Heating Daun Nanas menjadi Adsorben

Proses Pembuatan Adsorben dari Daun Nanas melalui fase bertahap yang menggambarkan alur dan transformasi bahan (dalam persen) dari daun nanas mentah menjadi adsorben karbon aktif, yang dilakukan melalui lima fase bertahap pada tiga variasi suhu aktivasi, yaitu 500 °C, 600 °C, dan 700 °C seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Data ini mencerminkan perubahan massa atau komposisi bahan selama proses.



Gambar 4. Tahapan Degradasi Pembuatan Adsorben Daun Nanas

Tabel 1. Fase Degradasi pembuatan Biosoben

SAMPEL		PERSENTASE BAHAN (%)					T °C
No	Daun nanas	FASE-1	FASE-2	FASE-3	FASE-4	FASE-5	
1	356,782	88,958	6,441	0,369	0,794	2,798	500
2	402,799	88,919	7,070	1,984	1,656	3,065	600
3	360,498	87,905	7,355	1,265	1,675	2,908	700

Penurunan massa pada Tabel 1 paling drastis terjadi pada Fase-1 (pengeringan daun), di mana massa awal yang berada di kisaran 356–403 gram turun menjadi sekitar 39–45 gram setelah pengeringan. Pada fase berikutnya yaitu Fase-2 hingga Fase-5, terjadi penurunan massa

bertahap akibat pemanasan karbon, perendaman dalam larutan NaCl, pengeringan pasca-*retting*, dan akhirnya aktivasi karbon. Sampel C (700 °C) memiliki sisa massa akhir sebesar 5,118 gram, lebih tinggi sedikit dibanding sampel B (600 °C) sebesar 5,126 gram, dan lebih tinggi dari sampel A (500 °C) yang menghasilkan 4,911 gram karbon aktif. Meskipun perbedaan massa akhir tidak terlalu besar, data ini menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu aktivasi, maka struktur karbon menjadi lebih stabil dan efisien dalam mempertahankan massa setelah berbagai perlakuan kimia dan termal (Grassi et al., 2012).

Efisiensi Penyisihan dan Kapasitas Adsorpsi

Efisiensi penyisihan menggambarkan seberapa besar zat terlarut berhasil dihilangkan dari larutan, sementara kapasitas adsorpsi menunjukkan jumlah zat yang dapat diserap oleh adsorben dalam satuan waktu atau massa tertentu. Melalui pengolahan dan analisis data yang ditampilkan dalam bentuk tabel, dapat diketahui sejauh mana kemampuan adsorben dalam menyisihkan zat secara optimal.

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{m} \times V \tag{2}$$

$$EP(\%) = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100\% \tag{3}$$

Kemampuan adsorpsi adsorben dan efisiensi penyisihan dapat didapatkan melalui kalkulasi ilmiah (Pers. 2) Q_e untuk kapasitas adsorpsi dan (Pers. 3) EP (%) untuk efisiensi penyisihan adsorben terhadap Methylene Blue (Utubira et al., 2010).

Tabel 2. Hasil Uji Penyisihan Adsorpsi

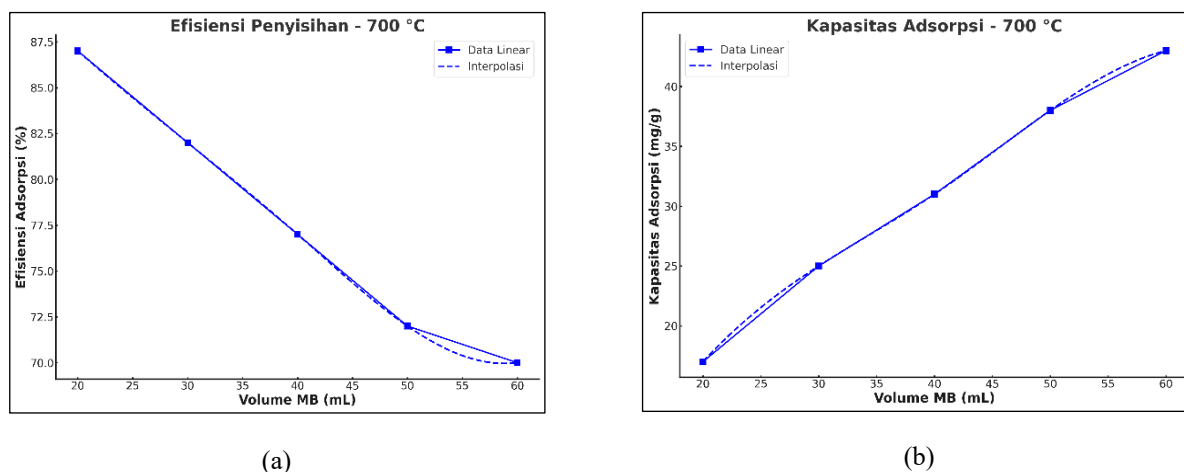
Suhu (°C)	Massa adsorben (gr)	Volume MB (mL)	Konsentrasi Awal (mg/L)	Konsentrasi Akhir (mg/L)	Efisiensi Penyisihan (%)	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
500	0,02	20	20	8,24	58,8	11,76
500	0,02	30	20	9,14	54,3	16,29
500	0,02	40	20	10,51	47,45	18,98
<u>500</u>	<u>0,02</u>	<u>50</u>	<u>20</u>	<u>11,87</u>	40,65	<u>20,33</u>
500	0,02	60	20	13,97	30,15	18,09
600	0,02	20	20	6,84	<u>65,8</u>	13,16
600	0,02	30	20	8,34	58,3	17,49
<u>600</u>	<u>0,02</u>	<u>40</u>	<u>20</u>	<u>10,32</u>	48,4	<u>19,36</u>
600	0,02	50	20	12,28	38,6	19,3
600	0,02	60	20	13,83	30,85	18,51
700	0,02	20	20	2,59	<u>87,05</u>	17,41
700	0,02	30	20	3,61	81,95	24,59
700	0,02	40	20	4,63	76,85	30,74
700	0,02	50	20	5,64	71,8	35,9
<u>700</u>	<u>0,02</u>	<u>60</u>	<u>20</u>	<u>5,91</u>	70,45	<u>42,27</u>

Berdasarkan Tabel 2 dapat dilihat bahwa konsentrasi awal dari MB yakni 20 mg/L dan setelah dilakukan penambahan adsorben sebanyak 0,02 gram dalam larutan MB dengan volume yang divariasikan dari 20-60 ml, konsentrasi akhir mengalami penurunan menjadi 2,59-13,97 mg/L yang berarti adsorben dari daun nanas terbukti dapat menurunkan konsentrasi MB. Berdasarkan hasil penelitian pada tabel 2, efisiensi penyisihan dan kapasitas adsorpsi terbaik terjadi pada suhu 700°C pada volume adsorbat MB 20 dan 60 mL. Hasil uji penyisihan MB pada variasi suhu 700°C ditampilkan pada Tabel 3 berikut.

Tabel 3. Hasil Uji Penyisihan MB Pada Sampel Suhu 700°C

Suhu (°C)	Massa adsorben (g)	Volume MB (ml)	Konsentrasi Awal (mg/L)	Konsentrasi Akhir (mg/L)	Efisiensi Penyisihan (%)	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
700	0,02	20	20	2,59	87,05	17,41
700	0,02	60	20	5,91	70,45	42,27

Berdasarkan tabel 3 di atas, dapat dilihat hasil uji parameter MB terhadap variasi suhu kalsinasi 700°C didapatkan tingkat efisiensi penyisihan yakni 70,45% s.d. 87,07% dan mempunyai kapasitas adsorpsi yang lebih baik, yakni 17,41 s.d. 42,27 (mg/g). Hal ini dapat dijelaskan melalui perubahan karakteristik fisik dan kimia dari adsorben yang terjadi selama proses kalsinasi. Pada suhu yang lebih tinggi, struktur permukaan adsorben mengalami aktivasi termal yang lebih intensif, menghasilkan luas permukaan yang lebih besar dan peningkatan jumlah pori aktif. Peningkatan luas permukaan ini memungkinkan lebih banyak molekul metilen biru (MB) untuk berikatan dengan situs aktif, sehingga meningkatkan efisiensi penyisihan adsorben terhadap adsorbat.



Gambar. 5 (a) Efisiensi Adsorpsi Terhadap Volume MB (Sampel 700°C) (b) Kapasitas Adsorpsi Terhadap Volume MB (Sampel 700°C)

Gambar 4.3 memperlihatkan tren penurunan efisiensi penyisihan dan kapasitas adsorpsi seiring dengan meningkatnya volume larutan MB pada semua suhu. Hal ini disebabkan oleh beberapa faktor yang saling berkaitan. Salah satu penyebab utamanya adalah terjadinya kejenuhan situs aktif pada adsorben (Rápó et al., 2020). Dengan massa adsorben yang tetap, yaitu 0,02 gram, jumlah situs aktif yang tersedia untuk menangkap molekul pewarna MB juga tetap. Ketika volume larutan ditingkatkan, jumlah molekul MB dalam sistem juga meningkat, sehingga terjadi kompetisi antar molekul MB untuk menempati situs aktif tersebut. Akibatnya,

tidak semua molekul MB dapat teradsorpsi sehingga persentase efisiensi penyisihan adsorben menurun pada volume yang semakin besar.

Penentuan Isotherm Adsorpsi

Menurut mekanisme, perubahan konsentrasi adsorbat dalam proses adsorpsi dapat dipelajari dengan menentukan isotherm adsorpsi. Jenis isotherm adsorpsi dapat digunakan untuk menentukan mekanisme adsorpsi adsorben terhadap adsorbat. Adsorpsi fase cair dan padat biasanya mengikuti isotherm jenis Langmuir dan Freundlich (Reddy & Yun, 2016). Persamaan untuk model isotherm jenis Langmuir dan Freundlich ditunjukkan pada (Pers. 4) dan (Pers. 5).

$$\frac{1}{Q_e} = \frac{1}{K_L Q_m C_e} + \frac{1}{Q_m} \tag{4}$$

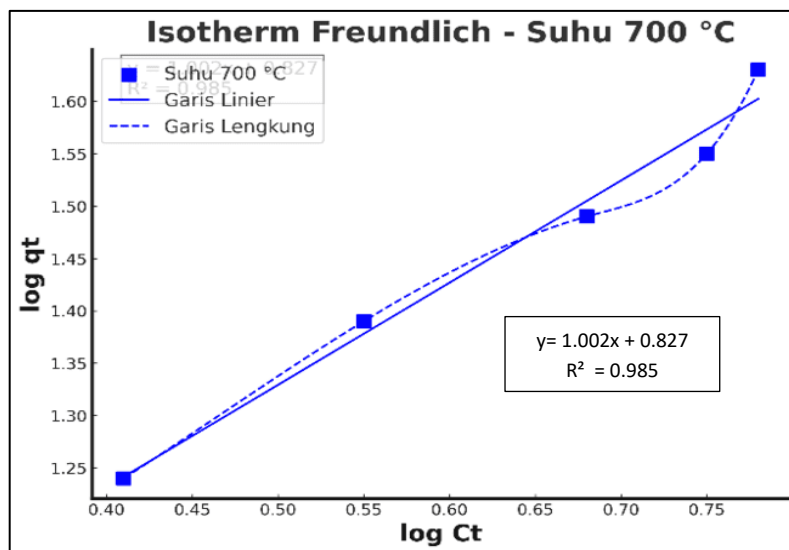
$$\log Q_e = \left(\frac{1}{n}\right) \log C_e + \log K_f \tag{5}$$

Kapasitas (Q_e) adalah jumlah adsorbat yang teradsorpsi per unit berat pada kesetimbangan; C_e adalah konsentrasi kesetimbangan adsorbat (mg/L) K_L adalah konstanta Langmuir; Q_m adalah kapasitas adsorpsi Langmuir monomolekuler maksimum; K_F adalah konstanta Freundlich, yang terkait dengan kapasitas adsorpsi (mg/g), dan $1/n$ menggambarkan intensitas adsorpsi (Freundlich, 1906).

Tabel 4. Isotherm Freundlich dan Langmuir Sampel Suhu 700°C

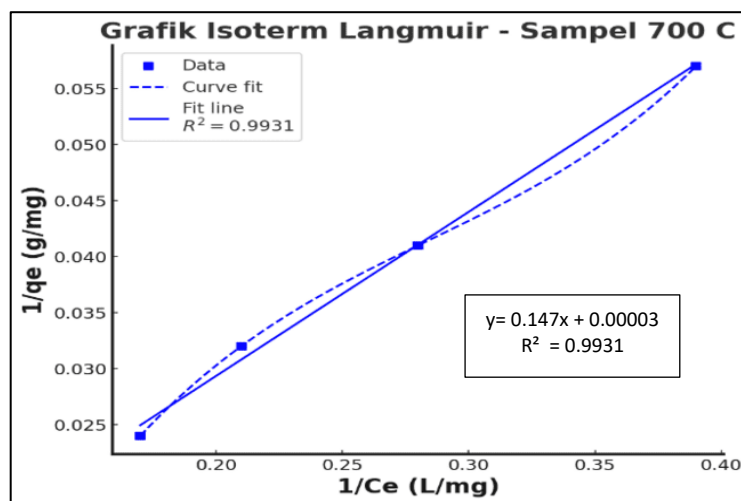
Suhu (°C)	Vol. MB (ml)	C_0 (mg/L)	C_t (mg/L)	Log C_e	Q_t (mg/g)	Log Q_e	C_t/Q_t
700	20	20	2,59	0,413	17,41	1,241	0,149
700	30	20	3,61	0,558	24,59	1,391	0,147
700	40	20	4,63	0,666	30,74	1,488	0,151
700	50	20	5,64	0,751	35,9	1,555	0,157
700	60	20	5,91	0,772	42,27	1,626	0,14

Penentuan persamaan isotherm Freundlich dan Langmuir dilakukan dengan menghitung nilai C_e , C_e/Q_e , Log C_e , dan Log Q_e seperti yang tercantum pada Tabel 4. Selanjutnya, dilakukan pemetaan grafik dengan menggunakan nilai C_e terhadap C_e/Q_e untuk memperoleh persamaan Langmuir, serta Log Q_e terhadap Log C_e untuk memperoleh persamaan Freundlich.



Gambar 6. Grafik Isotherm Freundlich

Gambar 6 isotherm Freundlich pada suhu kalsinasi 700°C di atas menunjukkan hubungan linier antara log konsentrasi larutan pada kesetimbangan ($\log C_e$) dan log jumlah zat teradsorpsi per satuan massa adsorben ($\log Q_e$). Persamaan regresi yang masing-masing diperoleh adalah $y = 0,777x + 0,429$ dengan koefisien determinasi dan $y = 1,002x + 0,827$ dengan koefisien determinasi $R^2 = 0,985$. Hal ini menandakan bahwa model Freundlich pada sampel suhu 700°C tersebut memberikan kesesuaian yang sangat baik terhadap data eksperimen adsorben.



Gambar 7. Grafik Isotherm Langmuir

Berdasarkan grafik pada Gambar 7 di atas, dapat dilihat bahwa model isotherm Langmuir pada adsorben daun nenas didapatkan koefisien korelasi untuk sampel suhu 700°C adalah $R^2 = 0,9931$. Hal ini menandakan bahwa proses adsorpsi metilen biru (MB) berlangsung secara monolayer pada permukaan adsorben yang homogen. Hal ini ditunjukkan oleh nilai koefisien determinasi (R^2) yang tinggi pada suhu 700°C, yaitu mendekati 1, yang mengindikasikan kesesuaian model Langmuir dalam menggambarkan mekanisme adsorpsi pada kondisi tersebut (Vijayaraghavan & Yun, 2008).

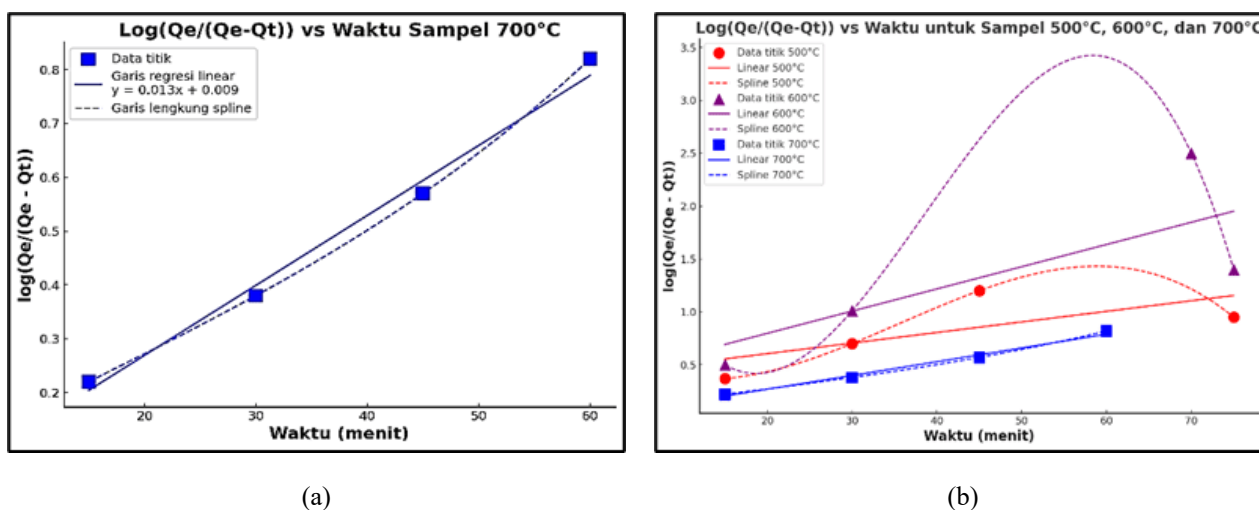
Tabel 5. Perbandingan Nilai Isotherm Sampel Suhu 700°C

Isotherm Langmuir	Qm	40 mg/g
	KL	0,159 L/mg
	RL	0,239
	R^2	<u>0,9931</u>
Isotherm Freundlich	KF	6,697
	1/n	1,004
	n	0,996
	R^2	<u>0,985</u>

Tabel 5 menjelaskan nilai parameter-parameter dalam isotherm langmuir dan freundlich untuk sampel 700°C. Koefisien determinasi Isotherm Langmuir terlihat lebih signifikan dibandingkan dengan model isotherm Freundlich pada sampel 700°C, adsorpsi terjadi cenderung mengikuti model isotherm Langmuir (*Chemisorption*) (Hardian et al., 2021).

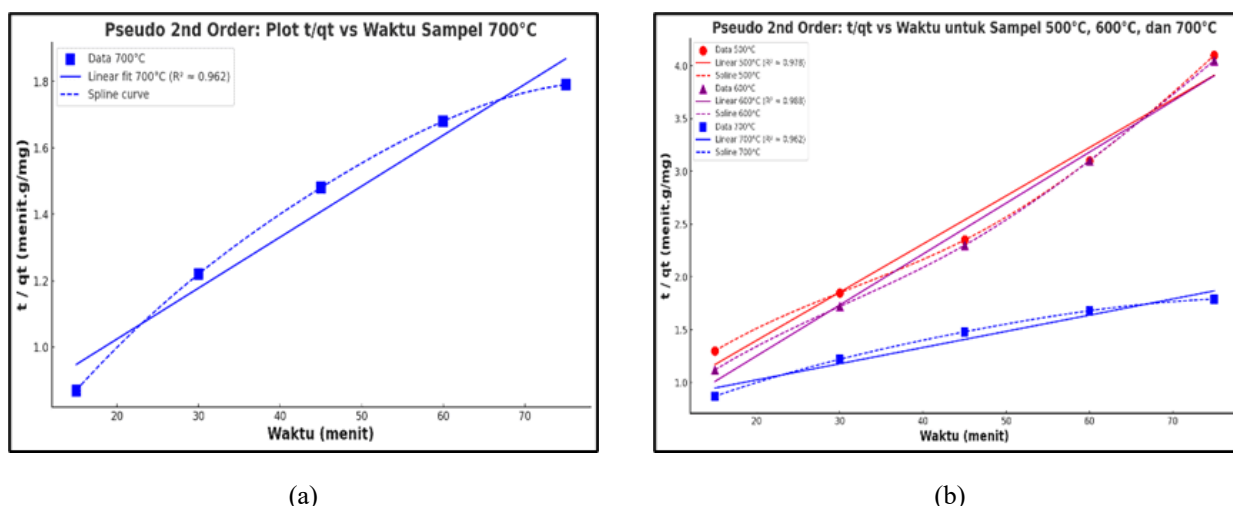
Penentuan Kinetika Adsorpsi

Terdapat dua model untuk mempelajari kinetika adsorpsi: model pseudo-first-order Lagergren dan model pseudo-second-order. Kinetika adsorpsi metilen biru dievaluasi berdasarkan persamaan reaksi pseudo orde pertama (Pers. 5) dan orde kedua (Pers. 6). Perbedaan utama antara model kinetik adsorpsi pseudo-first order (PFO) dan pseudo-second order (PSO) terletak pada asumsi dasar mengenai tahap penentu laju (rate-limiting step) dan bagaimana laju adsorpsi bergantung pada konsentrasi adsorbat yang belum teradsorpsi atau jumlah situs kosong pada adsorben (Esposito et al., 2002).



Gambar 8. Grafik Kinetika Adsorpsi Pseudo 1st Order (a) Sampel 700°C, (b) Ketiga sampel

Berdasarkan dari Gambar 8 tersebut, grafik pseudo 1st order yang menunjukkan plot $\log \frac{Q_e}{Q_e - Q_t}$ terhadap waktu. mengindikasikan proses adsorpsi yang berlangsung secara kinetik mengikuti model orde pertama. Garis linear pada grafik memperlihatkan hubungan linier yang cukup baik, memperkuat asumsi bahwa kinetika adsorpsi sesuai dengan model pseudo 1st order.



Gambar 9. Grafik Kinetika Adsorpsi Pseudo 2nd Order (a) Sampel 700°C, (b) Ketiga sampel

Berdasarkan dari Gambar 9 tersebut, garis untuk suhu 700°C cenderung lebih landai, menandakan laju adsorpsi yang lebih lambat dibanding suhu 600°C, namun mencapai kapasitas adsorpsi maksimum yang jauh lebih tinggi. Secara keseluruhan, grafik pseudo 2nd order ini memperlihatkan bahwa proses adsorpsi methylene blue pada ketiga suhu dapat dijelaskan dengan baik oleh model kinetika orde kedua, dengan suhu yang lebih tinggi meningkatkan kapasitas adsorpsi dan memodifikasi laju adsorpsi sesuai kondisi eksperimental.

Tabel 6. R² Pseudo 1st Order Kinetika Isotherm pada Suhu 700°C

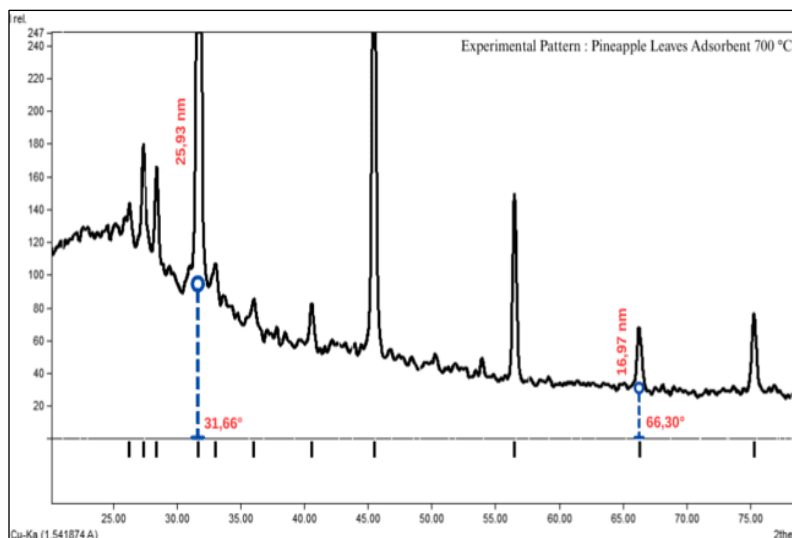
Suhu (°C)	Q _e (mg/L)	K ₁ (menit ⁻¹)	R ²
700	42,27	0,0301	0,9963

Tabel 7. R² Pseudo 2nd Order Kinetika Isotherm pada Suhu 700°C

Suhu (°C)	Q _e (mg/L)	K ₂ (menit ⁻¹)	R ²
700	42,27	0,037	0,962

Berdasarkan Tabel 6 dan Tabel 7 menunjukkan bahwa model kintetik adsorpsi tercocok untuk sampel 700°C adalah R² Pseudo 1st Order dengan nilai R² = 0,996, mendekati nilai R² = 1. Model ini menginterpretasikan adsorpsi mengisi situs-situs spesifik secara monolayer (seperti yang ditunjukkan oleh Langmuir), kecepatan pengisian situs tersebut pada awal proses didominasi oleh seberapa cepat molekul adsorbat dapat mencapai permukaan adsorben. Pada tahap awal, difusi fisik atau penyerapan cepat di situs-situs yang paling mudah diakses mungkin dominan (PFO) (Sari et al., 2017). Namun, seiring waktu, ketika kesetimbangan tercapai, interaksi yang lebih spesifik dan monolayer (yang digambarkan oleh Langmuir) menjadi lebih jelas. Ini bisa menunjukkan bahwa ada dua tahap dalam proses adsorpsi: tahap awal yang cepat dan dikendalikan difusi (PFO), diikuti oleh tahap kesetimbangan yang lebih spesifik dan monolayer (Langmuir). Kombinasi Langmuir dan PFO menunjukkan bahwa adsorpsi terjadi secara monolayer pada situs-situs homogen/spesifik, namun laju adsorpsi awalnya dikontrol oleh proses difusi eksternal (MAHMUDAH, 2013).

Kristalinitas Adsorben Daun Nanas



Gambar 10. Pola difraksi pada *peak* nanokristalin 700 °C

Berdasarkan pengukuran rata-rata kristalit pada Gambar 10, disesuaikan dengan persentase kristalinitas yang didapatkan. Persentase kristalinitas yang didapatkan pada adsorben sampel suhu 700 °C didapatkan dengan 75,74% kristal berfasa Halit, 16,63% Karbon Aktif “C”, dan 7,61% berfasa Fe *iron*. Persentase kristalinitas (nano kristalin) dalam nanomaterial dievaluasi dengan mengukur jarak antara garis dasar dan puncak pada rentang pemindaian yang diperluas (Walker et al., 2004). Ukuran kristalit yang kecil diperoleh akibat penambahan karbon aktif. Tabel 4.24 menunjukkan rerata dari ukuran kristal dari sampel 700 °C diperoleh sebesar 36,84 nm atau 368,4 Å, pengukuran menggunakan aplikasi Match!.

Tabel 8. Rata-Rata Ukuran Kristal Karbon Aktif “C” Sampel Suhu 700 °C

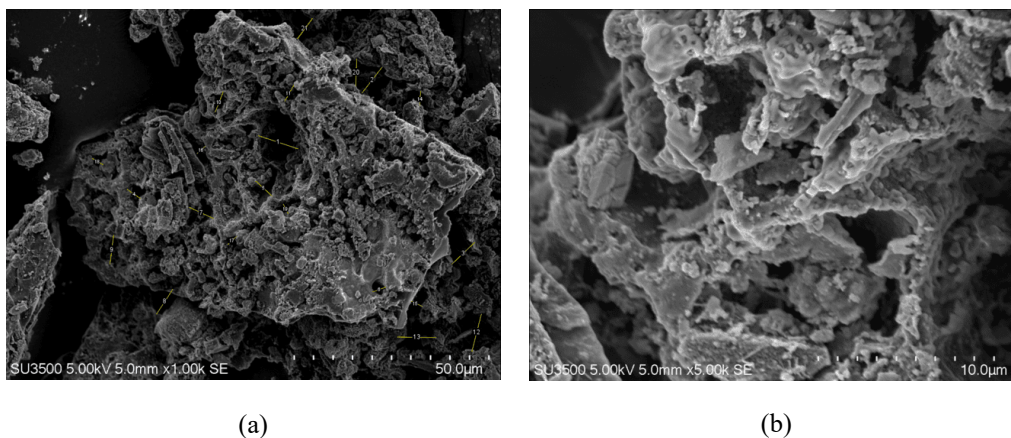
Matched	2θ (°)	Theta (°)	Theta (rad)	Cos (θ)	FWHM (°)	FWHM (rad)	Crystallite (nm)
Carbon (C)	31,66	15,83	0,276	0,962	0,287	0,00501	<u>25,93</u>
Carbon (C)	66,3	33,15	0,579	0,837	0,402	0,00701	<u>16,97</u>
Average							<u>21,45</u>

Ukuran kristalit rata-rata sebesar 21,45 nm pada Tabel 8 mencerminkan bahwa pada suhu 700°C, karbon membentuk struktur kristal nanoskopis dengan distribusi ukuran yang cukup variatif. Perbedaan ukuran kristalit ini bisa berkaitan dengan proses pertumbuhan kristal yang dipengaruhi oleh suhu perlakuan termal. Pada suhu c, ukuran kristalit yang tidak terlalu besar menandakan pembentukan struktur karbon yang relatif stabil namun belum sepenuhnya berkembang menjadi kristal besar, yang penting untuk sifat mekanik dan kimia material tersebut. Secara keseluruhan, ukuran kristalit karbon pada suhu 700°C yang rata-rata sekitar 21,45 nm menunjukkan karakteristik material yang sesuai untuk aplikasi nanostruktur.

Karakterisasi Struktur Morfologi Adsorben Daun Nanas

Setelah menentukan struktur kristal adsorben yang memiliki fasa Halit, tahap karakterisasi berikutnya merupakan karakterisasi morfologis menggunakan SEM yang diperlihatkan pada Gambar 11 dengan perbesaran 1000x dan 5000x. Nanopartikel Adsorben daun nanas memiliki

mikropori yang unik, untuk memfasilitasi ion Methylene Blue untuk terserap pada pori-pori dan pasangan redoks untuk penetrasi ke dalam lapisan adsorben. Lapisan terdiri dari bulir atau pori yang berukuran nanometer (Mikami et al., 2020).



Gambar 11. Struktur Morfologis Adsorben 700°C Perbesaran (a) 1000x (b) 5000x

Berdasarkan Gambar 11 seragamnya ukuran struktur bulir akan mempengaruhi agregat yang dapat mempengaruhi jumlah *dye* Methylene Blue yang teradsorpsi pada adsorben. Struktur kristal pada adsorben mempengaruhi tingkat adsorpsi *dye* MB, termasuk rongga atau pori pada permukaan adsorben daun nanas. Pengaruh adsorpsi semakin menguat apabila nanopori struktur rongga tidak mempunyai bulir yang kecil, rongga yang semakin lebar menguatkan tingkat adsorpsi dari adsorben. Meskipun, rongga yang dimiliki dari sampel amorf dan struktur kristal tidak begitu terlihat atau terbentuk (Kasman et al., 2022).

Tabel 9. Hasil Ketebalan Rongga Pori Adsorben (μm)

Mean Length	<u>6.553</u>	Mean Length	<u>6.759</u>	Mean Length	<u>7.197</u>
SD	<u>1.283</u>	SD	<u>1.397</u>	SD	<u>1.360</u>
Minimum	3.889	Minimum	4.616	Minimum	4.218
Maximum	9.050	Maximum	10.106	Maximum	9.857
<u>Adsorben 500 °C</u>		<u>Adsorben 600 °C</u>		<u>Adsorben 700 °C</u>	

Berdasarkan data pada Tabel 9 mengenai ketebalan rongga pori partikel adsorben pada tiga suhu aktivasi yang berbeda (500 °C, 600 °C, dan 700 °C), dapat disimpulkan bahwa, ketebalan rata-rata rongga pori partikel adsorben mengalami peningkatan seiring naiknya suhu aktivasi. Pada suhu 500 °C, ketebalan rata-rata sebesar 6,553 μm dengan (SD = $\pm 1,283 \mu\text{m}$). Ketebalan ini meningkat menjadi 6,759 μm pada suhu 600 °C (SD = $\pm 1,397 \mu\text{m}$) dan mencapai 7,197 μm pada suhu 700 °C (SD = $\pm 1,360 \mu\text{m}$). Peningkatan nilai mean menunjukkan bahwa proses aktivasi termal berkontribusi terhadap pembesaran pori adsorben. Meskipun standar deviasi menunjukkan adanya variasi ukuran pori dalam masing-masing sampel, keseluruhan data menunjukkan tren yang konsisten terhadap peningkatan porositas seiring bertambahnya suhu aktivasi dari sampel adsorben daun nanas (McMillan, 1994).

SIMPULAN

Peningkatan suhu kalsinasi pada pembuatan sampel adsorben daun nanas menyebabkan kenaikan efisiensi penyisihan dan kapasitas adsorpsi terhadap parameter MB. Persentase

efisiensi penyisihan tertinggi diperoleh oleh sampel dengan suhu kalsinasi 700°C dengan volume MB sebanyak 20 ml yaitu 87,07% dan kapasitas adsorpsi sebesar 42,27 mg/g terjadi pada volume MB 60 mL. Sedangkan persentase efisiensi penyisihan terendah diperoleh oleh sampel dengan suhu kalsinasi 500 dengan volume MB sebanyak 60ml yaitu sebanyak 30,15% dan kapasitas adsorpsi sebesar 18,09 mg/g. Berdasarkan hasil karakterisasi kristalinitas dan struktur morfologis adsorben dari daun nanas pada tiga suhu aktivasi berbeda, diketahui bahwa ukuran rata-rata kristalit mengalami penurunan seiring peningkatan suhu, yakni sebesar 24,15 nm pada suhu 500 °C, menurun menjadi 22,80 nm pada suhu 600 °C, dan lebih lanjut menurun menjadi 21,45 nm pada suhu 700 °C. Sejalan dengan itu, karakterisasi struktur morfologis melalui SEM menunjukkan bahwa ketebalan rata-rata rongga pori adsorben juga meningkat seiring suhu aktivasi, masing-masing sebesar 6,553 µm pada 500 °C, 6,759 µm pada 600 °C, dan 7,197 µm pada 700 °C. Peningkatan ukuran pori ini mendukung efisiensi adsorpsi, karena rongga yang lebih lebar memudahkan difusi molekul zat adsorbat ke dalam struktur adsorben. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa adsorben pada suhu 700 °C menunjukkan karakter struktur yang paling optimal, dengan kombinasi pori-pori lebih luas dan kristalit yang lebih kecil, menghasilkan material yang unggul dalam daya adsorpsi terhadap kontaminan adsorbat seperti zat warna Methylene Blue (MB).

REFERENCES

- Astari, M. A., & Utami, B. (2018). Uji Daya Adsorpsi Adsorben Kombinasi Sekam Padi dan Bagasse Fly Ash untuk Menjerap Logam Cu pada Sistem Batch. *Proceeding Biology Education Conference*, 15(1), 766–774.
- Eichorn, S., Hearle, J. W. S., Jaffe, M., & Kikutani, T. (2009). *Handbook of Textile Fibre Structure, Volume 2: Natural, Regenerated, Inorganic, and Specialist Fibres* (Woodhead p). Woodhead Publishing Ltd.,
- Esposito, A., Pagnanelli, F., Lodi, A., Solisio, C., & Veglio, F. (2002). Biosorption of heavy metals by *Sphaerotilus natans*: an equilibrium study at different pH and biomass concentrations. . . *Hydrometallurgy*, 60, 129–141. [https://doi.org/10.1016/S0304-386X\(00\)00195-X](https://doi.org/10.1016/S0304-386X(00)00195-X)
- Faisal, M., Kelana, S. P., & Nanda, D. E. (2018). Adsorpsi Ion Logam Cu (II) Menggunakan Karbon Aktif Nanopartikel Dari Cangkang Sawit Hasil Pirolisis. *Jurnal Inovasi Ramah Lingkungan (JIRL)*, 1(1), 23–27.
- Freundlich, H. (1906). Adsorption in solution, *Phys. Chem. Soc*, 40, 1361–1368. <https://doi.org/Not Found>
- Grassi, M., Kaykioglu, G., & Belgiorno, V. (2012). Removal of Emerging Contaminants from Water and Wastewater by Adsorption Process. *Emerging Compounds Removal from Wastewater: Natural and Solar Based Treatments*, 15–37. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-3916-1>
- Hardian, A., Rosidah, R., Budiman, S., & Syarif, D. G. (2021). Preparation of Composite Derived from Banana Peel Activated Carbon and MgFe₂O₄ as Magnetic Adsorbent for Methylene Blue Removal. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 23(12), 440–448. <https://doi.org/10.14710/jksa.23.12.440-448>
- Huda, T., & Yulitaningtyas, T. K. (2018). Kajian Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Selulosa dari Alang-Alang. *IJCA (Indonesian Journal of Chemical Analysis)*, 1(01), 9–19. <https://doi.org/10.20885/ijca.vol1.iss1.art2>
- Job, G., & Rüffler, R. (2016). *Physical Chemistry from a Different Angle: Introducing Chemical equilibrium, Kinetics and Electrochemistry by Numerous Experiments* (1, Ed.). Springer.
- Kasman, M., Suzana, A., & Hakim, A. N. (2022). ADSORPSI LIMBAH METHYLENE BLUE TERHADAP LIMBAH BIOMASSA NANAS Adsorpsi Limbah Methylene Blue terhadap Limbah Biomassa Nanas. *Jurnal Daur Lingkungan*, 5(1), 5–10.



- MAHMUDAH, R. A. A. (2013). PENENTUAN KONSTANTA LAJU ADSORPSI ION LOGAM Cd (II) PADA KITOSAN BEAD DAN KITOSAN-SILIKA BEAD (DETERMINATION OF ADSORPTION RATE CONSTANT OF Cd (II) METAL ION ON CHITOSAN BEAD AND CHITOSAN-SILICA BEAD). *UNESA Journal of Chemistry*.
- McMillan, J. D. (1994). Pretreatment of Lignocellulosic Biomass. In *Enzymatic Conversion of Biomass for Fuels Production: Vol. Chapter 15* (Symposium). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/bk-1994-0566.ch015>
- Mikami, A., Erande, N., Matsuda, S., Kel'in, A., Woods, L. B., Chickering, T., Pallan, P. S., Schlegel, M. K., Zlatev, I., Egli, M., & Manoharan, M. (2020). Synthesis, chirality-dependent conformational and biological properties of siRNAs containing 5'-(R)- and 5'-(S)-C-methyl-guanosine. *Nucleic Acids Research*, 48(18), 10101–10124. <https://doi.org/10.1093/nar/gkaa750>
- Munira, M., Arman, M., Syarif, T., Gusnawati, G., & Darnengsih, D. (2022). Karakterisasi Dan Modifikasi Karbon Aktif Dari Mahkota Nanas Sebagai Bioadsorben. *Journal of Chemical Process Engineering*, 7(2), 123–129. <https://doi.org/10.33536/jcpe.v7i2.1410>
- Nisa Nurhidayanti, Mindriany Syafila, Agus Jatnika Effendi, D. W. P. (2023). Mekanisme Biosorpsi Senyawa Polutan Organik Persisten (POPs) dalam Pengolahan Limbah Cair Industri Farmasi: Suatu Review Nisa. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 21(2), 408–419. <https://doi.org/10.14710/jil.21.2.408-419>
- Nizam, N. U. M., Hanafiah, M. M., Mahmoudi, E., Halim, A. A., & Mohammad, A. W. (2021). The removal of anionic and cationic dyes from an aqueous solution using biomass-based activated carbon. *Scientific Reports*, 11(1), 1–17. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-88084-z>
- Patterson, A. L. (1939). The Scherrer Formula for X-Ray Particle Size Determination. *Physical Review*, 56(10), 978–982. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.56.978>
- Ramdja, A. F., Halim, M., & Handi, J. (2008). PEMBUATAN KARBON AKTIF. *Jurnal Teknik Kimia*, 15(2).
- Rápó, E., Aradi, L. E., Szabó, Á., Posta, K., Szép, R., & Tonk, S. (2020). Adsorption of Remazol Brilliant Violet-5R Textile Dye from Aqueous Solutions by Using Eggshell Waste Biosorbent. *Scientific Reports*, 10(1), 8385. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-65334-0>
- Reddy, D. H. K., & Yun, Y.-S. (2016). Spinel ferrite magnetic adsorbents: alternative future materials for water purification? *Coordination Chemistry Reviews*, 315, 90–111.
- Sari, R. A., Firdaus, M. L., & Elvia, R. (2017). Penentuan Kesetimbangan, Termodinamika dan Kinetika Adsorpsi Arang Aktif Tempurung Kelapa Sawit pada Zat Warna Reactive Red dan Direct Blue. *Alotrop*, 1(1).
- Syauqiah, I., Amalia, M., & Kartini, H. A. (2011). Analisis Variasi Waktu dan Kecepatan Pengadukan Pada Proses Adsorpsi. *Info Teknik*, 12(1), 11–20.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono, T., & Sugiharto, E. (2010). PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TiO₂-ZEOLITE AND ITS APPLICATION TO DEGRADE TEXTILE WASTEWATER BY PHOTOCATALYTIC METHOD. *Indonesian Journal of Chemistry*, 6(3), 231–237. <https://doi.org/10.22146/ijc.21724>
- Vijayaraghavan, K., & Yun, Y. (2008). Bacterial biosorbents and biosorption. *Biotechnology Advances*, 26, 266–291. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2008.02.002>
- Walker, D., Verma, P. K., Cranswick, L. M. D., Jones, R. L., Clark, S. M., & Buhre, S. (2004). Halite-sylvite thermoelasticity. *American Mineralogist*, 89(1), 204–210.
- Yurdakal, S., Garlisi, C., Ozcan, L., Bellardita, M., & Palmisano, G. (2019). *(Photo)catalyst Characterization Techniques: Adsorption Isotherms and BET, SEM, FTIR, UV Vis, Photoluminescence, and Electrochemical Characterizations* (Vol. 4). University of Palermo. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-64015-4.00004-3>