



Modifikasi Metode Fenton pada Dekolorisasi Larutan Remazol Black B dengan Oksida Timbal Hasil Sintesis pada Variasi Molar Pb^{2+} dan NaOH

Patmawati¹, Didik Setiyo Widodo*¹, Linda Suyati¹, Khabibi¹, Abdul Haris¹

¹Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, Jl. Prof. Soedarto S.H, Tembalang, Semarang 50275

*Corresponding author: widodo.ds@live.undip.ac.id

Available online: 30 November 2022

Abstract

Sintesis timbal oksida menggunakan prekursor $Pb(NO_3)_2$, NaOH dan oksidator H_2O_2 telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi metode fenton oksida menggunakan prekursor $Pb(NO_3)_2$, NaOH dan oksidator H_2O_2 untuk aplikasi mendekolorisasi zat warna Remazol Black Blue. Penelitian ini dilakukan dengan memvariasi jumlah (mol) NaOH dan cara pengeringan hasil sintesis. Sintesis ini merupakan kajian dalam upaya mengatasi masalah limbah yang mengandung zat warna berbahaya dan ion Pb^{2+} dalam sampel akibat perlakuan Fenton dimodifikasi menggunakan PbO_2 . Metode modifikasi fenton sangat efektif dalam menghilangkan warna limbah zat warna namun proses masih menyisakan sisa ion Pb^{2+} di dalam larutan sehingga diperlukan penanganan lebih lanjut untuk mendaur ulang ion Pb^{2+} menjadi timbal oksida sehingga dapat digunakan kembali dalam proses dekolourisasi sampel. Hasil sintesis menunjukkan bahwa endapan hitam-cokelat yang terbentuk adalah oksida timbal. Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen SEM-EDX dan XRD untuk mengetahui morfologi permukaan dan kristalinitas senyawa. Persentase dekolourisasi dengan penggunaan oksida hasil sintesis dengan perbandingan mol antara $Pb(NO_3)_2$:NaOH 1:2 dan setelah pengeringan pada suhu kamar (desikator) mencapai 86,59 %. Pengujian menunjukkan variasi sintesis timbal oksida pada berbagai suhu pengeringan dan berbagai rasio mol NaOH menunjukkan bahwa hasil dekolourisasi berbeda nyata.

Kata Kunci: Oksida timbal, modifikasi metode fenton, dekolourisasi, remazol black B

1. Pendahuluan

Limbah cair industri tekstil dan batik menjadi tema kajian intensif dalam penanganan limbah yang mengandung zat warna, seperti remazol black B. Di dalam limbah juga memungkinkan terdapat suatu logam berat yang pada level tertentu akan toksik (beracun). Logam beracun adalah salah satu polutan yang paling persisten yang bersumber dari aktivitas industri [1, 2], termasuk industri tekstil/batik. Timbal, merkuri, kromium, arsenik, kadmium, seng, tembaga dan nikel adalah kontaminan yang paling umum ditemukan dalam perairan yang berasal dari limbah industri [3, 4]. Timbal diakui sebagai kontaminan persisten, merupakan sejenis logam berat, diterapkan secara luas dalam aplikasi bensin, pigmen, baterai dan lain-lain [5].

Sudah dilakukan beberapa perlakuan untuk mengurangi dampak dari limbah zat warna yang ada di lingkungan, yaitu dengan cara mendegradasinya, salah satunya yaitu menggunakan metode fenton yang dimodifikasi PbO_2 . Metode ini cukup efektif, efisien, cepat dan

sangat baik dalam mendegradasi dilihat dari penelitian-penelitian sebelumnya. Namun berdasarkan penelitian yang telah dilakukan untuk dekolourisasi zat warna remazol black B menggunakan PbO_2 dari aki bekas yang dilakukan tanpa penyinaran UV memiliki kelemahan pada penggunaan PbO_2 menyebabkan korosi ion-ion Pb yang dapat mencemari larutan [6]. Konsumsi jangka panjang $Pb(II)$ dapat menimbulkan efek negatif pada gangguan kesehatan, seperti anemia, kanker, penyakit ginjal, dan juga keterbelakangan mental [7]. Mengingat bahaya Pb^{2+} dan masih terdapat sisa Pb^{2+} yang masih terlarut dan menjadi pencemar, Pb^{2+} yang terlarut ini harus diatasi dan tidak boleh dibuang ke dalam lingkungan yaitu dengan cara merecycling Pb^{2+} menjadi oksida Pb untuk dapat digunakan lagi menjadi modifier sebagai PbO , PbO_2 atau Pb_3O_4 . Oksida Pb ini perlu disintesis mengingat peran pentingnya terhadap metode fenton untuk proses dekolourisasi zat warna [8]. Dalam kajian terdahulu konversi ion

Doi:

Pb²⁺ menjadi oksida timbal, namun kajian mengenai variasi jumlah mol NaOH yang diberikan dalam sintesis oksida timbal untuk mengetahui pengaruhnya terhadap hasil endapan yang akan digunakan dalam proses dekolorisasi zat warna remazol black B belum dilakukan. Beberapa industri memanfaatkan oksida Pb, seperti PbO dan Pb₃O₄ pada industri baterai, Pb₃O₄ pada industri cat, PbO pada industri karet, Pb sulfat pada industri cat, Pb arsenat pada insektisida dan Pb naftenat sebagai pengering pada industri kain katun, cat, tinta, cat rambut, insektisida, amunisi dan kosmetik. Oksida Timbal dapat ditemukan dalam bentuk Pb²⁺ sebagai PbO dan Pb⁴⁺ sebagai PbO₂. Selain itu, dapat pula ditemukan dalam bentuk campuran dengan karakteristik unik kombinasi antara PbO dengan PbO₂ yaitu Pb₃O₄ [9, 10].

Untuk mengukur kemampuan dekolorisasi, konsentrasi larutan zat warna diukur dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Data absorbansi diolah menjadi konsentrasi. Persentase dekolorisasi dihitung menggunakan persamaan

$$\text{Dekolorisasi} = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \times 100 \%$$

dengan C₀ = konsentrasi zat warna awal (sebelum dekolorisasi), C_t = konsentrasi zat warna akhir (setelah dekolorisasi).

Proses fenton merupakan salah satu metode AOPs (Advanced Oxidation Processes), yaitu teknik untuk menghasilkan radikal hidroksil (•OH) yang dapat digunakan untuk mengolah limbah zat warna senyawa organik. Radikal •OH merupakan spesies aktif yang dikenal memiliki potensial oksidasi 2,8 V yang melebihi ozon yang memiliki potensial oksidasi 2,07 V [6]. Dalam penelitian ini, dilakukan metode fenton yang dimodifikasi oksida timbal, radikal hidroksil (•OH) dapat dihasilkan dari reaksi Pb²⁺ dengan H₂O₂ yang terjadi karena PbO₂ yang mengalami reaksi reduksi menghasilkan Pb²⁺ pada permukaan.

2. Metode Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Alat: labu ukur, pipet tetes, cawan, kaca arloji, buret dan statif, corong, neraca analitik O'haus, desikator, oven, *furnace*, spektrofotometer UV-Vis, instrumen SEM-EDX dan X-ray diffractometer XRD.

Bahan: Bahan yang digunakan meliputi Pb(NO₃)₂ (Merck), NaOH (Merck), H₂O₂ (Merck, 30%), zat warna remazol black B (Sigma-Aldrich, 50%), akuades, kertas saring.

2.2 Cara Kerja

Penelitian ini diawali dengan preparasi larutan zat warna artifisial *remazol black B* dengan membuat stok larutan 100 ppm lalu diencerkan menjadi 25 ppm. Penentuan panjang gelombang maksimal zat warna *remazol*

black B untuk penentuan konsentrasi larutan sebelum dan sesudah dekolorisasi. Penentuan konsentrasi dilakukan dengan teknik kurva kalibrasi dengan konsentrasi larutan standar RBB 0, 4, 8, 12, 16, 20, 24 dan 28 ppm.

2.2.1 Sintesis Oksida Timbal

Sintesis oksida Pb dilakukan dengan tahap yaitu pelarutan Pb(NO₃)₂ dalam akuades, pengendapan dengan NaOH pada perbandingan jumlah (mol) antara Pb(NO₃)₂ dan NaOH setimbang sesuai stoikiometri (Pb(NO₃)₂: NaOH 1:2). Setelah kedua bahan dicampur dan membentuk endapan putih, dilakukan penyaringan larutan dan pencucian endapan dengan akuades sampai netral. Endapan yang dihasilkan selanjutnya dikeringkan dalam suhu ruang. Kemudian dilakukan penambahan NaOH berlebih sampai endapan larut sempurna, dan penambahan H₂O₂ sebagai oksidator. Endapan disaring dan dikeringkan pada suhu ruang (desikator). Sebagian endapan dilakukan pengeringan berbeda, dengan oven (100°C dan 200°C) dan *furnace* (300°C dan 400°C). Kemampuan dalam dekolorisasi sampel masing-masing endapan dilakukan uji terhadap larutan sampel RBB. Data pengujian terbaik dijadikan dasar penyimpulan suhu pengeringan pada sintesis dengan variasi rasio jumlah (mol) antara Pb(NO₃)₂ dan NaOH yaitu Pb(NO₃)₂: NaOH 1:0,5; 1:1; 1:3 dan 1:4.

2.2.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Oksida Timbal

Karakterisasi dilakukan pada oksida Pb hasil sintesis yang menghasilkan proses dekolorisasi terbaik, yaitu untuk mengetahui morfologi permukaan dan kandungan penyusun menggunakan SEM-EDX serta mengetahui jenis oksida Pb yang didapat melalui XRD dengan sinar-x pada 2θ = 10-90°. Munculnya puncak serapan pada difraktogram XRD oksida timbal hasil sintesis akan dibandingkan dengan difraktogram standar.

2.2.3 Uji Dekolorisasi Hasil Sintesis Oksida Timbal menggunakan Metode Modifikasi Fenton

Uji dekolorisasi dilakukan dengan larutan *remazol black B* 25 ppm sebanyak 100 mL ditambahkan 0,05 gram masing-masing sampel hasil sintesis oksida timbal dengan berbagai variasi pengeringan dan rasio mol NaOH. Penambahan H₂O₂ 3% 25 mL tetes demi tetes, dan dilakukan waktu kontak proses dekolorisasi adalah 80 menit. Berikutnya, larutan disaring dan filtrat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum larutan *remazol black B* yang telah dilakukan pengukuran terdahulu.

3. Hasil Dan Pembahasan

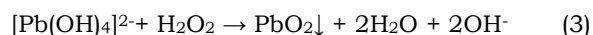
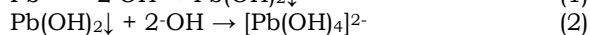
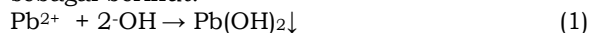
Pada analisis awal, penentuan panjang

Doi:

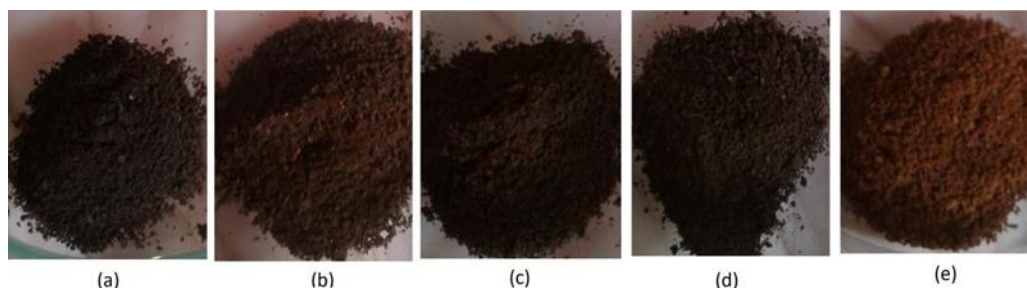
gelombang maksimum dan kurva kalibrasi larutan zat warna *remazol black B* diperoleh panjang gelombang maksimum larutan *remazol black B* adalah 597 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,569. Panjang gelombang maksimum ini digunakan dalam pengukuran absorbansi larutan zat warna *remazol black B* sebelum dan setelah proses dekolorisasi. Kurva kalibrasi, mengikuti persamaan garis $y = 0,0222x + 0,0043$ dengan $R^2 = 0,9979$, atau $r = 0,9989$. Koefisien korelasi yang diperoleh mendekati 1 yang menunjukkan bahwa kurva kalibrasi tersebut valid untuk digunakan sebagai kurva standar. Data pengukuran sampel diterapkan pada persamaan garis dan konsentrasi sampel diperoleh dengan seksama

3.1 Sintesis Oksida Timbal

Sintesis oksida timbal dilakukan dengan tujuan mengkaji visibilitas *recycling* larutan Pb^{2+} setelah perlakuan proses fenton dengan modifikasi oksida timbal. Reaksi yang terjadi dalam sintesis oksida timbal menggunakan $Pb(NO_3)_2$, NaOH serta oksidator H_2O_2 adalah sebagai berikut:



Reaksi (1) menghasilkan suatu endapan $Pb(OH)_2$ dengan nilai hasil kali kelarutan (**Qc**) $Pb(OH)_2 > K_{sp} Pb(OH)_2$. Nilai **Ksp** $Pb(OH)_2$ adalah $2,8 \times 10^{-16}$ sedangkan nilai **Qc** dengan berbagai variasi NaOH yang diberikan lebih besar. Dengan adanya penambahan NaOH, ketersediaan ion hidroksida ($-OH$) yang memadai dan memberi suasana basa yang Pb^{2+} membentuk endapan putih. Dalam sintesis oksida timbal penelitian ini, digunakan perbandingan jumlah mol antara $Pb(NO_3)_2$:NaOH berada pada kondisi setimbang sesuai stoikiometri, yaitu 1:2 untuk mengetahui pengaruh cara pengeringan dengan menggunakan suhu yang berbeda. Penggunaan variasi suhu pengeringan dilakukan untuk menetapkan pada suhu pengeringan terbaik yang menghasilkan dekolorisasi terbaik. Hasil sintesis oksida timbal yang didapat dengan perbedaan cara pengeringan yaitu pada desikator, oven (100 dan 200°C) serta *furnace* (300 dan 400°C) berwarna hampir mirip yaitu coklat kehitaman, dan yang paling berbeda adalah pengeringan pada suhu 400°C *furnace* yaitu berwarna coklat kemerahan. Hasil sintesis yang diperoleh dapat dilihat seperti **Gambar 1**.



Gambar 1. Hasil sintesis oksida Pb perbandingan jumlah mol $Pb(NO_3)_2$ dan NaOH 1:2 dengan perbedaan cara pengeringan pada desikator/suhu ruang (a) oven 100 °C (b) oven 200 °C (c) *furnace* 300 °C (d) dan *furnace* 400 °C (e).

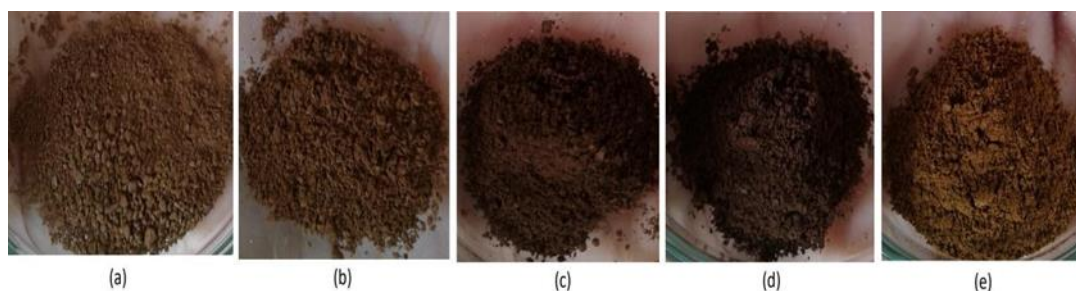
Perbedaan warna endapan hasil sintesis karena perubahan fase oksida timbal pada proses pemanasan selama pengeringan. Keadaan ini terjadi karena transisi fase akibat melebihi titik leleh dari produk. Dalam suatu penelitian [9] diketahui bahwa Pb_3O_4 disebut sebagai timbal merah. Setelah dilakukan sintesis oksida timbal menggunakan berbagai pengeringan, akan didapat oksida timbal yang menghasilkan dekolorisasi terbaik.

Perbandingan jumlah mol $Pb(NO_3)_2$ dan NaOH bertujuan untuk mengetahui pengaruh jumlah NaOH yang disediakan untuk sintesis oksida Pb terhadap hasil dekolorisasi zat warna *remazol black B* menggunakan metode modifikasi fenton. Perbandingan jumlah NaOH dikaji dalam reaksi dengan Pb^{2+} untuk

membentuk endapan $Pb(OH)_2$, yaitu pada kondisi NaOH tersedia kurang, setara, dan kondisi berlebih. Proses sintesis oksida timbal yang dilakukan pada kondisi NaOH kurang dan berlebih memiliki tahapan yang sama dengan saat kondisi NaOH setimbang sebagaimana dituliskan pada persamaan 1-3 di atas.

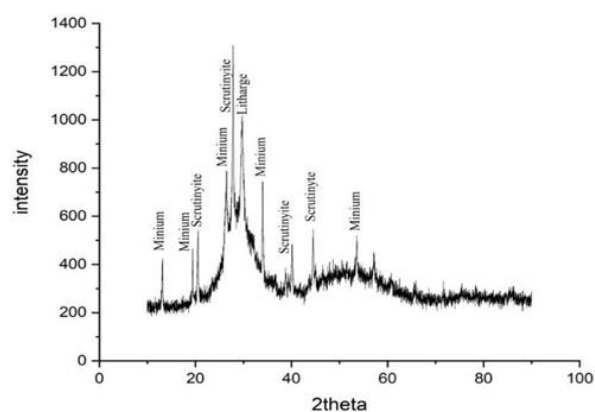
Hasil sintesis dapat dilihat pada gambar 2, endapan yang didapat memiliki warna yang hampir sama, coklat kehitaman. Pada perbandingan 1:0,5–1:3 warna endapan coklat semakin gelap (hitam) namun saat perbandingan 1:4 warna lebih coklat terang lagi. Hal ini dimungkinkan karena adanya perbedaan fase oksida timbal yang didapat dalam masing-masing perbandingan jumlah mol NaOH.

Doi:



Gambar 2. Hasil sintesis oksida Pb perbandingan jumlah mol $Pb(NO_3)_2$ dan NaOH 1:0,5 (a) 1:1 (b) 1:2 (c) 1:3 (d) dan 1:4 (e)

3.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Oksida Pb menggunakan XRD



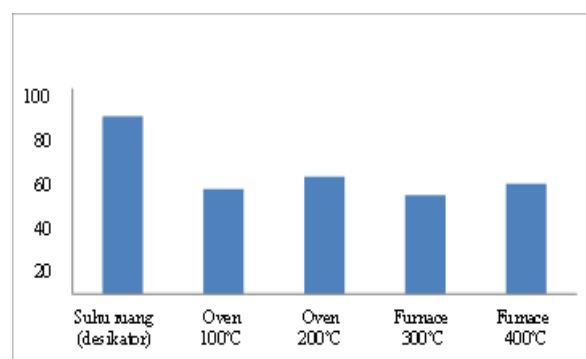
Gambar 3. Grafik difraktogram XRD produk hasil sintesis

Hasil karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dari sampel yang dilakukan pada perlakuan pengeringan suhu ruang (desikator) pada perbandingan jumlah (mol) 1:2 dianalisis menggunakan software *Panalytical Xpert Highscore Plus*, dan pencocokan data hasil sintesis menggunakan datasheet JCPDS dan database COD (*Crystallography Open Database*). Dari hasil analisis, diketahui bahwa sampel yang diperoleh memiliki struktur *orthorhombic* dan senyawa yang didapat adalah campuran oksida Pb berupa *scrutinyite* (Ref. Code 96-900-9029), *litharge* (Ref. Code 96-901-2698), dan *minium* (Ref. Code 96-901-3446).

Analisis XRD menunjukkan bahwa senyawa yang terkandung berupa *scrutinyite* 30,1% [11], *litharge* 19,0% [12] dan kandungan *minium* mendominasi yaitu 51,0%. Tinggi *peak* yang terbentuk dapat dilihat pada grafik hasil eksperimen pada gambar IV.8. Pada grafik terdapat *peak* yang menunjukkan kandungan senyawa oksida Pb, yaitu pada 2θ 13,1173 (001-*minium*), 2θ 19,4568 (111-*minium*), 2θ 23,5068 (110-*scrutinyite*), 2θ 26,4366 (211-*minium*), 2θ 28,6206 (111 - *scrutinyite*), 2θ 31,7971 (020 - *litharge*), 2θ 34,0172 (202-*minium*), 2θ 40,1380 (112-*scrutinyite*), 2θ 44,9878 (022 - *scrutinyite*), 2θ 53,5775 (341 - *minium*).

3.3 Dekolorisasi Zat Warna Remazol Black B menggunakan Oksida Timbal Hasil Sintesis

Oksida timbal hasil sintesis digunakan dalam proses dekolorisasi untuk mengetahui kemampuan masing-masing endapan hasil pengeringan yang berbeda. Hasil dekolorisasi yang diukur pada hasil sintesis oksida timbal dengan perbedaan perlakuan pada suhu pengeringan disajikan dalam **Gambar 4** yang menunjukkan persentase dekolorisasi terbesar ada pada perlakuan pengeringan suhu ruang menggunakan desikator.



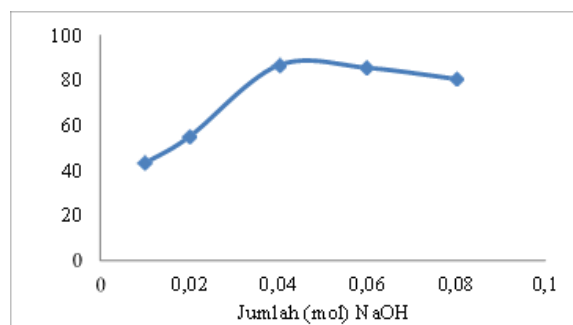
Gambar 4. Persentase dekolorisasi hasil sintesis oksida timbal pada pengaruh suhu pengeringan

Berdasarkan **Gambar 3** dapat kita ketahui bahwa hasil dekolorisasi terbaik terdapat pada suhu ruang (desikator) dimana persentase 86,59%. Pada suhu 100°C dihasilkan persentase dekolorisasi 51,02 %, suhu 200 °C 57,19 %, suhu 300 °C 48,18 % dan suhu 400 °C 53,85 %. Pada pengeringan dengan suhu yang berbeda masing-masing menghasilkan hasil dekolorisasi yang berbeda pula, hal ini dikarenakan dengan suhu yang berbeda maka kondisi saat pengeringan juga berbeda, hasil sintesis oksida Pb yang didapat masing-masing suhu pengeringan tidak sama sehingga kemampuan mendekolorisasi juga berbeda. Perbedaan oksida Pb yang didapat, akan berpengaruh pada masing-masing struktur elektron, struktur elektron beda maka tingkat energi elektron berbeda sehingga orbital berbeda dan akan beda tingkat reaktivitas. Perbedaan suhu pengeringan juga berpengaruh pada tingkat kelembaban, akan berpengaruh terhadap warna endapan. Pada penelitian-penelitian sebelumnya, didapatkan hasil dari metode pengeringan sintesis oksida Pb berpengaruh terhadap hasil sintesis yang nantinya akan

Doi:

dipakai dalam proses dekolorisasi zat warna *remazol black B*. Hasil antara penelitian satu dengan yang lain memiliki hasil yang berbeda (fluktuatif), sehingga didalam penelitian ini dilakukan metode pengeringan untuk menetapkan suhu berapa pengeringan didapat hasil terbaik dan dipakai sebagai metode pengeringan untuk sintesis oksida timbal pada berbagai variasi rasio mol NaOH. Hasil yang berbeda ini, dimungkinkan karena beberapa hal seperti perbedaan sumber Pb^{2+} dimana pada penelitian sebelumnya menggunakan limbah elektoda aki (bukan $Pb(NO_3)_2$), peroksida yang digunakan saat dekolorisasi berbeda, oksidator yang tidak sama, dan perbedaan kuantitas reagen-reagen yang dipakai dalam penelitian. Oksida timbal sendiri merupakan material yang bersifat semikonduktor, yaitu memiliki konduktivitas tertentu untuk menghantarkan arus listrik.

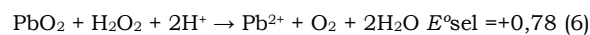
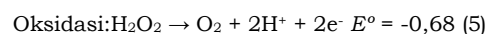
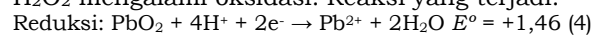
Pengaruh rasio jumlah mol NaOH pada sintesis oksida timbal terlihat pada uji dekolorisasi dengan perlakuan yang sama, sebagaimana pengujian dekolorisasi zat warna pada variasi suhu pengeringan. Hasil dekolorisasi berdasarkan data pengukuran absorbansi disajikan pada **Gambar 5**.



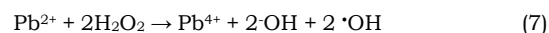
Gambar 5. Persentase dekolorisasi hasil sintesis oksida timbal dengan perbedaan jumlah (mol) NaOH

Hasil persentase dekolorisasi menunjukkan bahwa proses dekolorisasi terbaik didapat pada kondisi setimbang (rasio 1:2) dengan jumlah mol NaOH 0,04 mol. Persentase dekolorisasi yang dihasilkan yaitu untuk 1:0,5 sebesar 43,19 %, 1:1 54,91 %, 1:2 86,59 %, 1:3 85,53 % dan 1:4 80,58 %. Pada ketersediaan NaOH kurang, persentase dekolorisasi cukup kecil dan meningkat sampai kondisi setimbang. Titik setelah NaOH berlebih persentase dekolorisasi menurun. Pada ketersediaan NaOH berlebih, penurunan persentase dekolorisasi berkaitan dengan morfologi dan ukuran partikel dari oksida timbal yang terbentuk. Pada penambahan NaOH berlebih, pada keadaan -OH yang berbeda dan semakin banyak, maka besar kemungkinan $Pb(OH)_2$ yang terbentuk sudah berubah secara perlahan menjadi bentuk lain. Secara teori, semakin banyak -OH yang ditambahkan maka akan semakin basa, sehingga endapan $Pb(OH)_2$ yang terbentuk akan ada transformasi menuju $Pb(OH)^+$, $Pb(OH)_2$ (aqueous), $Pb(OH)^-$ dan spesies

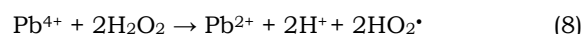
lain termasuk spesies poliinti, seperti $Pb(OH)_4^+$, $Pb(OH)_2^{2+}$, $Pb_6O(OH)_4^+$ [11]. Pada kondisi -OH berlebih dapat membentuk oksida timbal poliinti, maka ukuran molekul oksida timbal akan semakin besar (meruah), bukan semakin nanosize, sehingga luas permukaan partikel akan semakin sedikit untuk bereaksi dengan peroksida yang menyebabkan proses dekolorisasi menjadi menurun. Pada awal proses dekolorisasi, reaksi redoks antara oksida timbal dengan H_2O_2 berlangsung. PbO_2 mengalami reduksi sedangkan H_2O_2 mengalami oksidasi. Reaksi yang terjadi:



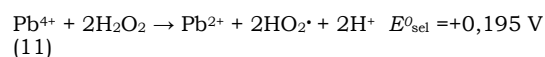
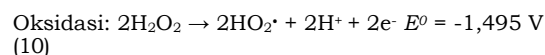
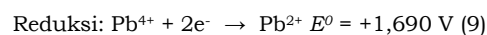
Dari reaksi tersebut dapat dilihat bahwa harga E°_{sel} bernilai positif yang berarti reaksi berjalan secara spontan. Dari reaksi (6) juga dapat diketahui bahwa dari proses modifikasi fenton tersebut dihasilkan ion Pb^{2+} pada permukaan. Permukaan ini yang menjadi tempat untuk memfasilitasi pembentukan radikal $\cdot OH$ melalui reaksi antara Pb^{2+} dengan H_2O_2 . Pembentukan radikal $\cdot OH$ berkaitan dengan ketersediaan energi pada reaksi redoks (4-6), energi yang tersedia cukup besar untuk pembentukan radikal terjadi seperti pada proses fenton yang menggunakan bantuan penyinaran UV atau menggunakan elektrolisis untuk pembentukan $\cdot OH$. Dengan adanya radikal $\cdot OH$ tersebut, proses kerusakan senyawa zat organik *remazol black B* terjadi sehingga dan berdampak pada proses dekolorisasi. Radikal $\cdot OH$ memiliki nilai potensial reduksi tinggi yaitu 2,8 V. Pembentukan radikal $\cdot OH$ seperti pada reaksi berikut:



Radikal $\cdot OH$ tersebut mampu mengurai zat warna *remazol black B* melalui pemutusan ikatan rangkap dan hidrogen. Dalam reaksi (7), Pb^{2+} mengalami oksidasi menjadi Pb^{4+} .



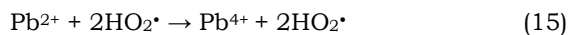
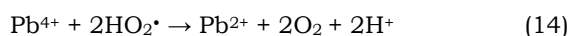
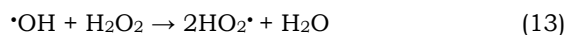
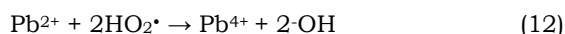
Perubahan Pb^{4+} yang tereduksi menjadi Pb^{2+} dikarenakan energi yang tersedia yang berasal dari reaksi redoks (reaksi 4-6) yang mampu beraksi lanjut dan membentuk radikal HO_2^{\cdot} . Reaksi berjalan secara spontan dikarenakan nilai E°_{sel} bernilai positif.



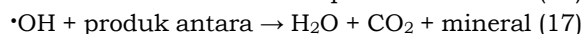
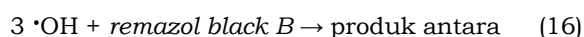
Radikal-radikal yang terbentuk, pada kondisi tidak ideal dapat bereaksi kembali dengan H_2O_2 , Pb^{2+} dan Pb^{4+} yang terdapat dalam proses modifikasi fenton. Reaksi terjadi secara berantai dan cepat dikarenakan adanya radikal-radikal yang terbentuk tersebut sehingga

Doi:

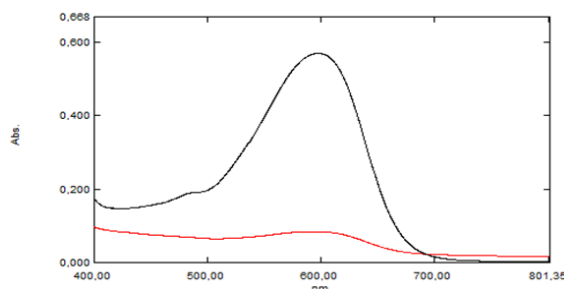
memungkinkan adanya proses dekolorisasi. Reaksi yang terjadi adalah [13]:



Radikal $\cdot\text{OH}$ yang dihasilkan dalam proses reaksi, dapat mengoksidasi berbagai jenis polutan dan senyawa organik seperti *remazol black B*. Secara umum, reaksi dekolorisasi zat warna *remazol black B* melalui mekanisme sebagai berikut:



Berdasarkan reaksi 16-17, radikal hidroksil mampu memecah zat warna dalam 2 tahap, yaitu pembentukan produk antara dan pemecahan senyawa antara tersebut menjadi molekul sederhana $\text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$ [14]. Proses degradasi zat warna *remazol black B* melalui dekolorisasi dapat ditunjukkan pada hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada **Gambar 6**.

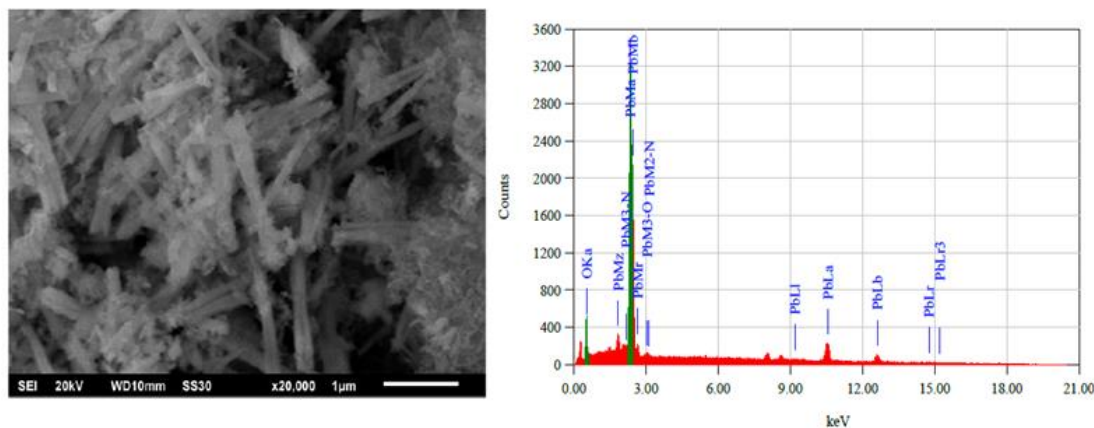


Gambar 6. Spektra UV-Vis *remazol black B* sebelum dan sesudah dekolorisasi

Pada **Gambar 6** menunjukkan ada penurunan nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum yaitu 597 nm. Hal ini berkaitan dengan kerusakan gugus kromofor dalam senyawa *remazol black B* yaitu $\text{N}=\text{N}$ yang paling mungkin memperoleh serangan radikal [13]. Kerusakan ikatan rangkap ini akan berdampak pada warna larutan, baik terjadi perubahan warna (sesuai serapan panjang gelombang) ataupun penghilangan warna, sebagaimana terlihat pada spektra bahwa telah terjadi penurunan intensitas warna secara signifikan di sekitar panjang gelombang maksimum zat warna.

3.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Oksida Pb menggunakan SEM-EDX

Gambar 7 berikut adalah citra morfologi permukaan produk sintesis dengan perlakuan pengeringan dalam desikator dan menggunakan perbandingan 1:2 menghasilkan suatu struktur berbentuk *microrods/nanorods* yang menunjukkan produk merupakan oksida timbal [15].



Gambar 7. Citra SEM perbesaran 20.000x dan grafik EDX produk dengan perlakuan pengeringan pada desikator (suhu ruang) dan perbandingan 1:2

Data EDX menunjukkan kandungan Pb dan O, yang berasal dari oksida timbal. Berdasarkan hasil SEM-EDX, diketahui ukuran rata-rata sampel oksida hasil sintesis adalah 1,37 μm dengan kandungan Pb (timbal) 89,67 % dan O (oksigen) 10,33 %

Kesimpulan

Metode modifikasi fenton menggunakan oksida timbal efektif dalam mendekolorisasi zat warna *remazol black B*. Sintesis oksida timbal dengan menggunakan bahan timbal (II) nitrat dan NaOH serta oksidator H_2O_2 menghasilkan endapan oksida pada suhu optimum pengeringan dalam ruang desikator. Rasio jumlah mol setimbang antara timbal (II) nitrat dengan NaOH

Doi:

sesuai stoikiometri (1:2) menunjukkan hasil dekolonisasi terbaik hingga 86,59 %

Daftar Pustaka

- [1] Bosu, Subrajit, Natarajan Rajamohan, Manivasagan Rajasimman, Enhanced remediation of lead (II) and cadmium (II) ions from aqueous media using porous magnetic nanocomposites-A comprehensive review on applications and mechanism, *Environmental Research*, 213, (2022), 113720
<https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.113720>
- [2] Peer, Fatemeh Einollahi, Nader Bahramifar, Habibollah Younesi, Removal of Cd (II), Pb (II) and Cu (II) ions from aqueous solution by polyamidoamine dendrimer grafted magnetic graphene oxide nanosheets, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 87, (20)
<https://doi.org/10.1016/j.jtice.2018.03.039>
- [3] Mishra, Shraddha, Amit Tripathi, Adsorptive removal of Pb (II) via green route using magnetic iron nanoparticle sprinkled graphene oxide-chitosan beads in aqueous medium, *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 17, (2022), 100632
<https://doi.org/10.1016/j.enmm.2021.100632>
- [4] Samuel, Melvin S, Sk Sheriff Shah, Jayanta Bhattacharya, Kalidass Subramaniam, ND Pradeep Singh, Adsorption of Pb (II) from aqueous solution using a magnetic chitosan/graphene oxide composite and its toxicity studies, *International Journal of Biological Macromolecules*, 115, (2018), 1142-1150
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.04.185>
- [5] Song, Tao, Chao Yu, Xin He, Jing Lin, Zhenya Liu, Xiaojing Yang, Yujie Zhang, Yang Huang, Chengchun Tang, Synthesis of magnetically separable porous BN microrods@ Fe₃O₄ nanocomposites for Pb (II) adsorption, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 537, (2018), 508-515
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.10.060>
- [6] Li, Jiaqing, Lei Zheng, Luoping Li, Guoyue Shi, Yuezhong Xian, Litong Jin, Photoelectro-Synergistic Catalysis at Ti/TiO₂/PbO₂ Electrode and Its Application on Determination of Chemical Oxygen Demand, *Electroanalysis: An International Journal Devoted to Fundamental and Practical Aspects of Electroanalysis*, 18, 22, (2006), 2251-2256
<https://doi.org/10.1002/elan.200603644>
- [7] Zhang, Fengrong, Yawen Song, Shue Song, Renjie Zhang, Wanguo Hou, Synthesis of magnetite-graphene oxide-layered double hydroxide composites and applications for the removal of Pb (II) and 2, 4-dichlorophenoxyacetic acid from aqueous solutions, *ACS applied materials & interfaces*, 7, 13, (2015), 7251-7263
<https://doi.org/10.1021/acsami.5b00433>
- [8] Rukmana, Ayu Fadhilatul, Didik Setiyo Widodo, Muhammad Cholid Djunaidi, DEKOLORISASI REMAZOL BLACK B DENGAN PENDEKATAN REDOKS DALAM REAKTOR SKALA GANDA (SCALE UP REACTOR), *Greensphere: Journal of Environmental Chemistry*, 1, 2, (2021), 47-51
<https://doi.org/10.14710/gjec.2021.12869>
- [9] Poll, Christopher G, David J Payne, Electrochemical synthesis of PbO₂, Pb₃O₄ and PbO films on a transparent conducting substrate, *Electrochimica Acta*, 156, (2015), 283-288
<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.01.019>
- [10] Yang, Hao, Yan Zhou, Kuo Chen, Xiping Yu, Fengchao Sun, Ming Wang, Zibo Cheng, Jun Zhang, Q Jason Niu, Effects of PbO₂/Pb₃O₄ ratio alteration for enhanced electrochemical advanced oxidation performance, *Journal of Solid State Chemistry*, 301, (2021), 122277
<https://doi.org/10.1016/j.jssc.2021.122277>
- [11] Ardyanto, Denny, Deteksi pencemaran timah hitam (Pb) dalam darah masyarakat yang terpajan timbal (plumbum), *Jurnal Kesehatan Lingkungan Unair*, 2, 1, (2005), 3950
- [12] Taggart, Joseph E, Eugene E Foord, Abraham Rosenzweig, Timothy Hanson, Scrutinyite, natural occurrences of alpha PbO₂ from Bingham, New Mexico, USA, and Mapimi, Mexico, *The Canadian Mineralogist*, 26, 4, (1988), 905-910
- [13] Li, XM, SS Li, X Ma, K Tang, Z Wang, X Hao, A Abudula, G Guan, Template-free electro-synthesis of PbO₂ nanorod with chrysanthemum-like array, *Materials Letters*, 238, (2019), 85-88
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.11.154>
- [14] Perry, Dale L, TJ Wilkinson, Synthesis of high-purity α - and β -PbO and possible applications to synthesis and processing of other lead oxide materials, *Applied Physics A*, 89, 1, (2007), 77-80
<https://doi.org/10.1007/s00339-007-4073-y>