

**OPTIMASI OKSIDASI FENOL DENGAN KATALIS CuO-
ZEOLIT**

SKRIPSI

oleh :

RATNA JUWITA
0910922004-92



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011

**OPTIMASI OKSIDASI FENOL DENGAN KATALIS CuO -
ZEOLIT**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh :

RATNA JUWITA
0910922004-92



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI
**OPTIMASI OKSIDASI FENOL DENGAN KATALIS CuO-
ZEOLIT**

Oleh:
RATNA JUWITA
0910922004-92

Setelah dipertahankan di depan majelis Penguji
pada tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra.Sri Wardhani, M.Si
NIP. 19680226 199203 2 001

Drs. Danar Purwonugroho, M.Si.
NIP. 19600610 199203 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ratna Juwita
NIM : 0910922004-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

Optimasi Oksidasi Fenol dengan Katalis CuO-Zeolit

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala risiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,
Yang menyatakan,

Ratna Juwita
NIM. 0910922004-92

OPTIMASI OKSIDASI FENOL DENGAN KATALIS CuO-ZEOLIT

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui pengaruh pH larutan fenol, lama pemanasan, dan konsentrasi fenol terhadap daya katalisis CuO-zeolit pada oksidasi fenol dan mengetahui berapa pH, lama pemanasan dan konsentrasi fenol optimum. pH larutan fenol yang dilakukan adalah 3, 4, 5, 6, 7. Lama pemanasan adalah 30, 60, 90, 120 menit dan konsentrasi fenol adalah 364, 480, 579, 693, 749 ppm. Preparasi katalis dilakukan dengan merendam 6 g zeolit hasil aktivasi asam dengan 150 mL larutan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 M, kecepatan kocok 100 rpm, temperatur kalsinasi 500°C . Kandungan Cu^{2+} dalam zeolit diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Oksidasi fenol dilakukan pada kondisi 250 mL larutan fenol 364 ppm, 0,5 g CuO-zeolit, dan aliran gas oksigen 200 mL/menit. Kadar fenol sisa dianalisis menggunakan spektrofotometer UV. Hasil penelitian oksidasi fenol menunjukkan bahwa kandungan Cu dalam zeolit 8,62 mek/g zeolit, dan pH larutan fenol, lama pemanasan serta konsentrasi fenol berpengaruh terhadap daya katalisis CuO-zeolit. Oksidasi fenol maximum dicapai pada pH 6, lama pemanasan 120 menit, larutan fenol 693 ppm diperoleh 80% fenol teroksidasi.

OPTIMIZATION WITH PHENOL OXIDATION CuO-ZEOLITE CATALYST

ABSTRACT

The purpose of the research is to determine the effect of pH of phenol solution, heating time, and the concentration of phenol on the power of CuO-zeolite catalysis in the oxidation of phenol and find out how the pH, duration of heating and optimum phenol concentration. pH of phenol solution is carried out 3, 4, 5, 6, 7. Heating time was 30, 60, 90, 120 minutes and the phenol concentration was 364, 480, 579, 693, 749 ppm. Preparation of the catalyst was done by dipping 6 g acid activated zeolite in 150 mL of 0.2 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ solution at shaking rate 100 rpm and temperature of calcinations 500°C . The content of Cu^{2+} in zeolite was determined by atomic absorption spectrophotometer (AAS). Phenol oxidation was carried out at 250 mL of 364 ppm phenol solution, 0.5 g CuO-zeolite and oxygen flow of 200 mL/min. Residual phenol content was analyzed using UV spectrophotometer. The result of phenol oxidation showed that Cu in zeolite 8.62 mek/g zeolite, and the pH of phenol solution, duration of heating and phenol concentration affected on the CuO-zeolite catalysis. The phenol oxidation reached maximum at pH 6, 120 minutes heating time, 693 ppm phenol solution yielding in 80% of oxidized phenol.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT. atas rahmat dan kasih setia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul: OPTIMASI OKSIDASI FENOL DENGAN KATALIS CuO-ZEOLIT

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si. selaku pembimbing I dan Drs. Danar Purwonugroho, M.Si selaku pembimbing II atas bimbingan, pengarahan, dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan skripsi.
2. Dra. Anna Roosdiana, M. App.Sc, Dr. Ani Mulyasuryani, MS, Drs. Budi Kamulyan, MSc, Drs. Suratmo, MSc selaku dosen-dosen penguji.
3. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
4. Darjito, S.Si, M.Si selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan banyak nasehat dan pengarahan selama ini.
5. Kedua orang tua dan seluruh keluargaku yang selalu mendoakan dan memberi dukungan baik spirituil maupun materiil.
6. Rekan-rekan Kimia atas dukungan dan kerja samanya selama ini.

Akhirnya dengan segala keterbatasan, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak untuk perbaikan naskah skripsi ini sehingga dapat berguna bagi pembaca.

Malang, Februari 2011

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Batasan Masalah.....	4
1.4. Tujuan Penelitian.....	4
1.5. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Zeolit	5
2.1.1 Rumus dan Struktur Zeolit	6
2.1.2 Aktivasi Zeolit	7
2.1.3 Sifat-Sifat Zeolit	8
2.1.4 Zeolit Alam Turen	9
2.2 Katalis	9
2.3 Fenol	11
2.4 Oksidasi Fenol	11
2.5 Tembaga	13
2.6 Spektrofotometer Serapan Atom	14
2.6.1 Prinsip Kerja Spektrofotometer Serapan Atom	14
2.6.2 Cara Kerja Spektrofotometer Serapan Atom.....	15
2.7 Spektrofotometer UV	16
2.8 Hipotesis	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2. Alat dan Bahan Penelitian.....	17
3.2.1. Bahan penelitian.....	17

3.2.2. Alat Penelitian.....	17
3.3. Metode Penelitian	17
3.4. Cara Kerja Penelitian	18
3.4.1. Preparasi Zeolit Alam Turen	18
3.4.2. Preparasi Zeolit dengan Aktivasi Asam	18
3.4.3. Impregnasi Zeolit dengan Cu(II)	18
3.4.4. Oksidasi Fenol dengan Katalis CuO-Zeolit	18
3.4.4.1. Pengaruh pH Awal Fenol pada Oksidasi Fenol	18
3.4.4.2. Pengaruh Lama Reaksi Terhadap Oksidasi Fenol	19
3.4.4.3. Pengaruh Konsentrasi Fenol	19
3.4.5. Penentuan Kadar Cu ²⁺ dengan Metode	
Spektrofotometer Serapan atom.....	20
3.4.5.1 Pembuatan Kurva Standar	20
3.4.5.2 Pengukuran Kadar Cu ²⁺	20
3.4.6. Penentuan Kadar Fenol Sisa Secara	
Spektrofotometer UV	20
3.4.6.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	20
3.4.6.2. Pembuatan Kurva Baku.....	21
3.4.6.3. Penentuan Kadar Fenol dengan	
Spektrofotometer UV	21
3.4.7. Penentuan efisiensi Oksidasi Fenol dengan Analisis	
COD.....	21
3.5 Pengolahan Data.....	21
3.5.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan	
Koefisien Korelasi	22
3.5.2 Penentuan Jumlah Ion Tembaga(II) yang	
Terimpregnasi dalam Zeolit	22
3.5.3 Penentuan Persen Fenol Teroksidasi	22

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pengaruh pH Larutan Fenol Terhadap	
Aktivitas Katalitik Katalis CuO-Zeolit	23
4.2 Pengaruh Lama Pemanasan Fenol Terhadap	
Aktivitas Katalitik Katalis CuO-Zeolit	25
4.3 Pengaruh Konsentrasi Fenol Terhadap Daya	
Katalitik Katalis CuO-Zeolit pada Oksidasi Fenol	25
4.4 Efisiensi Oksidasi Fenol dengan Analisis COD	27

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan 28
5.2. Saran 28

DAFTAR PUSTAKA 29

LAMPIRAN 33

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Zeolit	6
Gambar 2.2. Unit Dasar Pembentuk Zeolit	7
Gambar 2.3. Aktivasi Zeolit dengan HCl.....	7
Gambar 2.4. Reaksi Pertukaran Ion H ⁺ dengan Ion Cu ²⁺	8
Gambar 2.5. Stuktur Polihedral Zeolit Mordenit	9
Gambar 2.6. Grafik Pengaruh Katalis terhadap Energi Aktivasi	9
Gambar 2.7. Mekanisme Reaksi Oksidasi Fenol	13
Gambar 2.8. Skema Alat SSA	15
Gambar 4.1. Pengaruh pH Terhadap Aktivitas Katalis dan Fenol dalam Oksidasi Fenol.....	24
Gambar 4.2. Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Aktivitas Katalis dalam Mengoksidasi Fenol	25
Gambar 4.3. Pengaruh Konsentrasi Fenol terhadap Aktivitas Katalis dalam Mengoksidasi Fenol	26
Gambar L.3.1. Grafik Kurva Baku Larutan Standar Cu ²⁺	44
Gambar L.7.1. Spektrum Panjang Gelombang Maksimum Fenol yang Digunakan untuk Pengukuran Absorbansi Larutan Fenol yaitu 270,5 nm	55

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Komposisi Kimia dan Sifat Fisik Zeolit.....	6
Tabel L.3.1. Perhitungan Regresi Kurva Baku Cu^{2+}	43
Tabel L.3.2. Data Absorbansi dan Konsentrasi Filtrat Sisa Impregnasi pada Zeolit 2 gram yang diukur dengan SSA	44
Tabel L.4.1. Persen Fenol Teroksidasi Variasi pH.....	46
Tabel L.4.2. Persen Fenol Teroksidasi yang dihasilkan pada Oksidasi Fenol dengan Variasi Lama Pemanasan.....	47
Tabel L.4.3. Laju Awal Reaksi.....	47
Tabel L.5.1. Data Absorbansi Fenol Hasil Oksidasi Pengaruh pH ...	48
Tabel L.5.2. Analisa Sidik Ragam Satu Arah Pengaruh pH.....	50
Tabel L.5.3. Selisih Rerata Antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh pH.....	50
Tabel L.6.1. Data Absorbansi Fenol Hasil Oksidasi Pengaruh Konsentrasi	51
Tabel L.6.2. Analisa Sidik Ragam Satu Arah Pengaruh Konsentrasi.....	53
Tabel L.6.3. Selisih Rerata Antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh Konsentrasi	54
Tabel L.7.2. Data absorbansi vs Konsentrasi Larutan Fenol.....	55
Tabel L.7.3. Perhitungan Regresi Kurva Baku Fenol.....	56



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Preparasi Larutan	33
Lampiran 2. Diagram Alir Penelitian	35
Lampiran 3. Penentuan Kadar Cu^{2+} yang Terimpregnasi pada Zeolit dengan Menggunakan SSA	43
Lampiran 4. Penentuan Persen Fenol Teroksidasi Variasi pH, Lama Pemanasan, dan Laju Awal Reaksi	46
Lampiran 5. Uji Statistik Oksidasi Fenol Pengaruh pH.....	48
Lampiran 6. Uji Statistik Oksidasi Fenol Pengaruh Konsentrasi	51
Lampiran 7. Penentuan Kadar Fenol yang Teroksidasi oleh Katalis CuO-Zeolit dengan Menggunakan Spektrofotometer UV	55
Lampiran 8. Perhitungan Efisiensi Oksidasi Fenol dengan Analisis COD	57
Lampiran 9. Gambar Rangkaian Alat Oksidasi fenol	58
Lampiran 10. Gambar Sampel pada analisa Kadar Fenol dengan Metode COD	59

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Masalah pencemaran air dan tingginya kebutuhan akan air bersih, menuntut penanganan yang serius dalam pengolahannya. Salah satu limbah organik yang berbahaya bagi makhluk hidup dan lingkungannya adalah fenol. Dalam konsentrasi tertentu keberadaan senyawa ini dapat menyebabkan gangguan fisiologis terhadap ikan, menghambat beberapa aktivitas mikroorganisme dan beberapa biota laut. Fenol adalah senyawa yang sangat beracun, sulit didegradasi serta menyebabkan rasa dan bau pada air dengan konsentrasi 2 mg/L (Linsebigler, *et al.*, 1995).

Berdasarkan Keputusan Menteri Lingkungan Hidup RI No. 51/MENLH/10/1995 dan Keputusan Menteri Kesehatan RI Nomor 907/MENKES/SK/ VII/2002, senyawa fenol dinyatakan aman keberadaannya dalam air untuk kehidupan ekosistem akuatik pada konsentrasi 0,5–1,0 mg/L, sedangkan ambang batas senyawa (turunan) fenol dalam baku mutu air minum adalah maksimal 0,01 mg/L (Slamet dkk, 2006).

Upaya yang dilakukan untuk mengurangi efek pencemaran fenol di perairan yaitu mengoksidasinya. Proses ini merupakan proses degradasi limbah dengan bantuan suatu katalis. Katalis yang banyak digunakan secara umum adalah katalis logam, katalis logam ini perlu diimbangkan pada suatu pengemban untuk menghindari terjadinya proses sintering (penggumpalan) karena adanya pemanasan. Beberapa pengemban yang sering digunakan adalah silika, alumina dan zeolit (Sariman, 1998).

Pemilihan pengemban harus memperhatikan sifat-sifat bahan pengemban itu sendiri, seperti kemampuan untuk mengikat logam sebagai katalis dan mempunyai luas permukaan yang besar (Anderson dan Boudart, 1981). Pada penelitian ini digunakan pengemban zeolit karena zeolit mempunyai struktur berpori, memiliki volume pori yang kecil yaitu 0,017 cm³/g, mempunyai luas permukaan spesifik 24,78 m²/g, mempunyai diameter pori 28,15 Å serta mudah diperoleh selain itu zeolit alam juga melimpah keberadaannya di Indonesia (Fuaida, 2008).

Di daerah Turen Kabupaten Malang kaya akan potensi zeolit. Pada penelitian ini digunakan zeolit sebagai pengemban. Zeolit yang

digunakan sebagai pengemban adalah zeolit alam Turen Malang. Hal ini dikarenakan zeolit alam Turen mempunyai struktur berpori, kaya akan silika sehingga stabilitas termal tinggi, murah, bermuatan negatif atau netral sehingga memudahkan proses impregnasi. Zeolit alam Turen banyak mengandung mineral jenis mordenit $\text{Na}_8[\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}]\cdot 24\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 55-85%. Mordenit tergolong sebagai zeolit yang mempunyai pori berukuran besar (Estiaty, 2003).

Untuk mengolah limbah diperlukan suatu katalis yang sesuai dengan jenis limbah yang akan diolah. Banyak jenis logam yang akan dijadikan sebagai katalis, misalnya Cu, Fe, Mn. Logam aktif yang dipilih dalam penelitian ini adalah Cu karena aktivitas katalis logam transisi pada proses oksidasi fenol menurun berdasar urutan: $\text{Cu} > \text{Fe} > \text{Mn}$ (Pestunova, *et al.*, 2003).

Fenol merupakan bahan yang berbahaya dan dapat dianalisis dengan metode COD (Chemical Oxygen Demand). COD atau kebutuhan oksigen kimiawi adalah jumlah O_2 (mg) yang dibutuhkan untuk mengoksidasi total zat-zat organik yang terdapat dalam 1 liter sampel air. Angka COD merupakan ukuran bagi pencemaran air oleh total zat-zat organik baik yang dapat diuraikan secara biologis, maupun yang hanya dapat diuraikan dengan proses kimia. Semakin tinggi angka COD semakin sulit bagi makhluk air yang membutuhkan oksigen untuk dapat bertahan hidup.

Faktor-faktor yang mempengaruhi oksidasi fenol antarlain: konsentrasi katalis, lama oksidasi, pH fenol, konsentrasi substrat, dan temperatur. Pada penelitian yang telah dilakukan Windriani (2008) tentang oksidasi fenol menggunakan katalis ZnO dengan pengemban zeolit (306,95 mg/g) diperoleh persen oksidasi fenol sebesar 36,57%. Selain itu pengaruh konsentrasi katalis CuO-zeolit sudah dilakukan oleh Fuaida (2008) dan diperoleh konsentrasi optimum larutan Cu(II) untuk impregnasi pada zeolit yang digunakan untuk oksidasi fenol adalah 0,2 M. Kemampuan katalis yang diperoleh dapat mengkonversi fenol sebesar 84,74%, (90°C , lama 30 menit, laju alir O_2 200mL/menit). Berdasarkan penelitian (Massa, *et al.*, 2004) oksidasi fenol menggunakan $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari lama pemanasan 10 menit hingga 100 menit diperoleh konversi fenol sebesar 90% dengan waktu optimum 90 menit. Waktu berpengaruh terhadap fenol yang teroksidasi. Semakin lama waktu oksidasi maka semakin banyak fenol yang teroksidasi hingga mencapai waktu optimumnya.

Berdasarkan penelitian (Ukrainczyk, 1992) pH berpengaruh dalam proses oksidasi fenol. pH dapat mempengaruhi reaktivitas fenol maupun reaktivitas katalisnya. pH optimum dari oksidasi fenol dengan katalis berpengemban akan diketahui dengan variasi pH. Merujuk penelitian (Santos, *et al.*, 2005) oksidasi fenol dengan katalis tembaga (140°C, tekanan 16 bar, gas O₂) digunakan variasi pH yaitu pH larutan fenol; pH 3,5; pH 8. Diperoleh pH optimum oksidasi pada pH 3. Konsentrasi awal fenol akan mempengaruhi laju awal reaksi (Massa, *et al.*, 2004).

Berdasarkan penelitian Fuaida (2008) oksidasi fenol tanpa penambahan katalis mempunyai nilai persen fenol teroksidasi 16,26%, sedangkan persen fenol teroksidasi dengan penambahan zeolit mempunyai nilai 4,2%, dengan penambahan katalis logam yakni Cu(II) diperoleh persen fenol teroksidasi adalah 57,55%. Adanya Penambahan katalis CuO-zeolit diharapkan dapat meningkatkan persen fenol yang teroksidasi.

Berdasarkan penelitian (Yermakova, 2005) oksidasi fenol di dalam air diidentifikasi sebagai dibenzofuran, 2-dibenzofuranol, dan lain-lain, melalui mekanisme yang rumit. Oksidasi fenol juga membentuk intermediet seperti asam asetat, asam propinoat, dan lain-lain yang dioksidasi lebih lanjut menjadi CO₂ dan air.

Pada Penelitian ini akan dilakukan optimasi oksidasi fenol menggunakan katalis CuO-zeolit. Pada penelitian ini untuk mendapatkan hasil optimal maka dilakukan variasi kondisi oksidasi fenol yaitu pH fenol, lama pemanasan dan konsentrasi fenol.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian dari latar belakang di atas, pokok permasalahan yang dikemukakan dalam penelitian ini adalah

1. Bagaimana pengaruh pH larutan fenol terhadap daya katalisis CuO-zeolit pada oksidasi fenol?
2. Bagaimana pengaruh lama pemanasan terhadap daya katalisis CuO-zeolit pada oksidasi fenol?
3. Apakah konsentrasi awal fenol berpengaruh terhadap daya katalisis CuO-zeolit pada oksidasi fenol?
4. Berapa pH, lama pemanasan dan konsentrasi fenol optimum?
5. Berapa persen COD yang diperoleh dari fenol sisa oksidasi optimum?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan rumusan masalah di atas maka batasan masalah penelitian ini adalah

1. pH fenol yang digunakan adalah pH 3, 4, 5, 6, dan 7. Waktu pemanasan adalah 30, 60, 90, dan 120 menit. Konsentrasi larutan fenol adalah 364, 480, 579, 693, dan 749 ppm
2. Untuk mengetahui fenol yang teroksidasi diukur fenol sisa dengan spektrofotometer UV
3. Penentuan Cu^{2+} dilakukan dengan spektrofotometer serapan atom (SSA)

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah

1. Mengetahui pengaruh pH larutan fenol terhadap daya katalisis CuO-zeolit pada oksidasi fenol
2. Mengetahui pengaruh lama pemanasan terhadap daya katalisis CuO-zeolit pada oksidasi fenol
3. Mengetahui apakah konsentrasi fenol berpengaruh terhadap daya katalisis CuO-zeolit pada oksidasi fenol
4. Mengetahui berapa pH, lama pemanasan dan konsentrasi fenol optimum
5. Mengetahui persen COD yang diperoleh dari fenol sisa oksidasi optimum

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang kemampuan CuO-zeolit sebagai katalis untuk mengoksidasi limbah fenol.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit

Zeolit merupakan senyawa alam yang banyak terdapat di wilayah Indonesia. Zeolit ini memiliki berbagai macam kegunaan. Salah satunya adalah untuk penyerap senyawa organik. Zeolit mempunyai struktur tiga dimensi unik yang berperan penting terhadap penyaringan molekul. Zeolit yang diperoleh dari alam umumnya mempunyai ukuran pori besar (Skeels, *et al.*, 1984).

Zeolit merupakan senyawa alumuniosilikat yang membentuk kerangka tiga dimensi, mempunyai rongga (pori atau celah) dengan permukaan bagian dalam kristal yang luas. Struktur kristal zeolit seperti halnya mineral kuarsa dan felspar, maka mineral zeolit mempunyai struktur kristal 3 dimensi tetrahedra silikat (Si_4^{4-}) yang biasa disebut *tectosilicate* (Swantomo, 2009).

Unit pembentuk utama yang membangun struktur mineral zeolit adalah SiO_2 dan Al_2O_3 yang membentuk tetrahedral dimana setiap atom oksigen berada pada keempat sudutnya. Struktur yang terbentuk adalah jaringan tiga dimensi dengan setiap atom oksigen digunakan bersama oleh dua tetrahedral. Struktur rangka utama zeolit ditempati oleh atom silikon atau aluminium dengan empat atom oksigen di setiap sudutnya. Ini merupakan sisi aktif zeolit yang menyebabkan zeolit memiliki kemampuan sebagai penukar ion, adsorben, dan katalis. Atom oksigen yang terdapat dalam struktur zeolit tersebut terbagi antara dua tetrahedral, sehingga membentuk suatu rangka yang bersambung. Penggantian Si^{4+} dengan Al^{3+} dalam kerangka zeolit menyebabkan kerangka bermuatan negatif. Karena zeolit bermuatan negatif maka perlu diaktifkan terlebih dahulu dengan menggunakan kation untuk menyeimbangkan muatan. Proses pengaktifan zeolit dapat menggunakan asam seperti HCl atau garam seperti NaCl dan NH_4Cl (Kundari, 2008).

Gambar 2.1 merupakan salah satu gambar zeolit yang berasal dari kota Malang (Anonim¹, 2010)



Gambar 2.1 Zeolit

Komposisi kimia dan sifat fisik zeolit pada Tabel 2.1(Aini dkk, 2007)

Tabel 2.1 Komposisi Kimia dan Sifat Fisik Zeolit

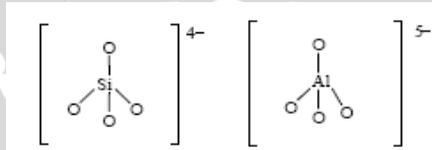
Komponen	(%)
- SiO ₂	72,60
- Al ₂ O ₃	11,50
- Fe ₂ O ₃	11,27
- TiO ₂	0,22
- CaO	1,95
- MgO	0,86
- K ₂ O	2,29
- Na ₂ O	0,45
- Loss on Ignition (LOI)	8,63
Parameter	
- Kadar air, %	3,33-5,00
- pH	6,31-7,25
- Daya kakis, mg	17,9-287,8
- Densitas, g/ml	2,03-2,04

2.1.1 Rumus dan Struktur Zeolit

Zeolit didefinisikan sebagai kristal alumina silika yang berstruktur tiga dimensi, yang terbentuk dari tetrahedral alumina dan silika dengan rongga-rongga di dalam yang berisi ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas. Ion-ion logam tersebut dapat diganti oleh kation-kation lain tanpa merusak struktur zeolit dan dapat menyerap air secara *reversible*. Secara empiris rumus molekul zeolit adalah $M_{x/n} (AlO_2)_x (SiO_2)_y \cdot wH_2O$ dimana, M adalah kation logam alkali atau

alkali tanah, n adalah valensi kation, x , y adalah jumlah total tetrahedral per unit sel, dan w adalah jumlah molekul air per unit sel (Eva, 2007).

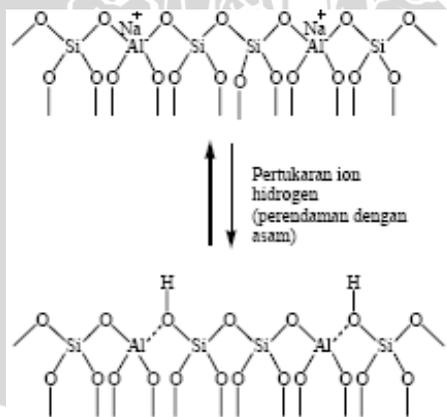
Struktur dasar kerangka zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral AlO_4 dan SiO_4 yang saling berhubungan melalui atom O dan Si, dalam struktur tersebut Si^{4+} dapat diganti Al^{3+} seperti pada Gambar 2.2 (Smart, *et al.*, 1992)



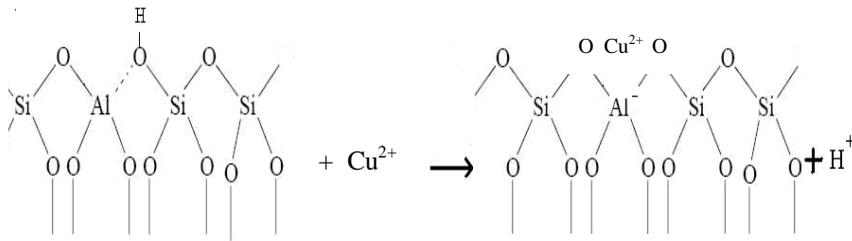
Gambar 2.2 Unit Dasar Pembentuk Zeolit

2.1.2 Aktivasi Zeolit

Pada proses aktivasi asam terjadi perubahan struktur zeolit-Na menjadi zeolit-H ditampilkan pada Gambar 2.3 (Smart, *et al.*, 1992). Proses impregnasi zeolit dengan Cu(II) , pada mulanya H^+ digantikan dengan $[\text{Cu}(\text{NO}_3)]^+$. $[\text{Cu}(\text{NO}_3)]^+$ terdekomposisi membentuk CuO setelah dikalsinasi pada temperatur 500°C (Setyawan, 2003). Tujuan dari kalsinasi ini adalah untuk membentuk oksida logamnya dan menghilangkan larutan prekursor. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 2.4 (Smart, *et al.*, 1992).



Gambar 2.3 Aktivasi Zeolit dengan HCl



Gambar 2.4 Reaksi Pertukaran Ion H⁺ dengan Ion Cu²⁺

2.1.3 Sifat-Sifat Zeolit

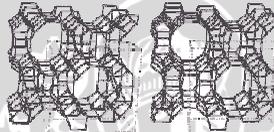
Zeolit mempunyai sifat fisika dan kimia yang unik yaitu (Eva, 2007),

1. Sifat dehidrasi (melepaskan molekul H₂O) apabila dipanaskan. Pada umumnya struktur kerangka zeolit akan menyusut. Tetapi kerangka dasarnya tidak mengalami perubahan secara nyata. Molekul H₂O seolah-olah mempunyai posisi yang spesifik dan dapat dikeluarkan secara *reversible*.
2. Sebagai adsorben dan penyaring molekul, dimungkinkan karena struktur zeolit yang berongga sehingga zeolit mampu menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil atau sesuai dengan ukuran rongganya. Selain itu kristal zeolit yang telah terhidrasi merupakan adsorben yang selektif dan mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi.
3. Sebagai katalis berkaitan dengan ketersediannya pusat-pusat aktif dalam saluran antar zeolit. Pusat-pusat aktif tersebut terbentuk karena adanya gugus fungsi asam tipe Bronsted maupun Lewis. Perbandingan kedua jenis asam ini tergantung pada proses aktivasi zeolit dan kondisi reaksi. Pusat-pusat aktif yang bersifat asam ini selanjutnya dapat mengikat molekul-molekul basa secara kimiawi.
4. Sebagai penukar ion karena adanya kation logam alkali atau alkali tanah. Kation tersebut dapat bergerak bebas di dalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama. Akibat struktur zeolit berongga, anion atau molekul berukuran lebih kecil atau sama dengan rongga dapat masuk dan terjebak

2.1.4 Zeolit Alam Turen

Dari beberapa lokasi di Indonesia yang pernah diteliti, diketahui bahwa endapan zeolit yang sangat baik berada di Cikalong dan Malang Selatan dengan kandungan zeolit mordenit 55%-85%. Zeolit alam dari Malang Selatan memiliki komposisi klinoptilolit 1%-2% dan mordenit 84,2% (Suyartono, 1992).

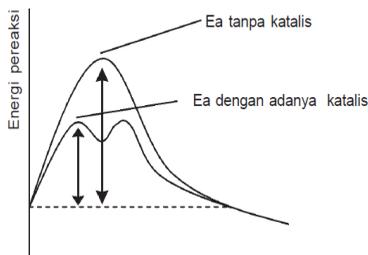
Mordenit merupakan jenis zeolit dengan rumus kimia $\text{Na}_8(\text{AlO}_2)_8(\text{SiO}_2)_{40} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$. Kristal mordenit berbentuk ortorombik dengan diameter rongga 6,6 Å. Ada 2 sistem rongga dalam struktur kristal mordenit, yaitu dihubungkan oleh cincin beranggota 8 dan 12, dimana yang satu paralel terhadap yang lain dihubungkan oleh cincin beranggotakan 5 dan 6 seperti pada Gambar 2.5 (Smart, *et al.*, 1992)



Gambar 2.5 Struktur Polihedral Zeolit Mordenit

2.2 Katalis

Katalis adalah zat yang ditambahkan ke dalam suatu reaksi dengan maksud memperbesar kecepatan reaksi. Katalis terkadang ikut terlibat dalam reaksi tetapi tidak mengalami perubahan kimiawi yang permanen, dengan kata lain pada akhir reaksi katalis akan dijumpai kembali dalam bentuk dan jumlah yang sama seperti sebelum reaksi (Hidayat, 2008). Katalis mempercepat laju reaksi dengan menurunkan energi aktivasi (E_a) yaitu dengan membentuk kompleks teraktifkan baru dengan energi yang lebih rendah, sehingga mempercepat laju reaksi tanpa menimbulkan efek termodinamika reaksi keseluruhan (Oxtoby, *et al.*, 2001).



Gambar 2.6 Grafik Pengaruh Katalis terhadap Energi Aktivasi

Katalis dapat dibedakan dalam dua golongan utama yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki atau bisa membentuk satu fasa dengan reaktan dan pelarutnya (misal fasa cair-cair pada sistem katalis asam untuk reaksi esterifikasi). Sedangkan katalis heterogen tidak memiliki fasa yang sama dengan reaktan maupun pelarut (misalnya fasa padat-cair pada sistem katalis zeolit untuk perengkahan hidrokarbon) (Akula, *et al.*, 2009).

Kerja suatu katalis dipengaruhi oleh beberapa parameter yaitu (Setyawan, 2003)

1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat satu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk sampingan seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
4. *Yield*, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap reaktan.
5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

Katalis biasanya disusun oleh komponen-komponen yang dapat menunjang sifat dan fungsi katalitik yang diinginkan. Komponen tersebut adalah (Kirk, 1993):

1. Pengemban. Pengemban merupakan komponen katalis berupa benda padat yang kuat. Sifat padatan yang dipertimbangkan dalam pemilihan pengemban adalah kekuatan mekanik, kestabilan pada rentang kondisi reaksi, luas permukaan yang besar, porositas, dan inert.
2. Promotor. Promotor merupakan komponen katalis, selektivitas atau kestabilan katalis. Promotor dibedakan menjadi promotor tekstual yang berfungsi sebagai penstabil dan promotor struktural yang mengarahkan terbentuknya struktur intermediet tertentu.
3. Fasa Aktif. Fasa aktif merupakan pengemban fungsi utama katalis yaitu mempercepat dan mengarahkan reaksi. Pada umumnya fasa aktif didispersikan pada pengemban dan berjumlah maksimal 1% dari seluruh katalis yang ada.

Pada umumnya pembuatan katalis berpengemban digunakan metode impregnasi (Foger, 1984):

1. Impregnasi dengan pembasahan. Pada metoda ini pengemban dibasahi dengan sejumlah larutan yang mengandung senyawa logam yang sesuai dengan volume pori pengemban. Kemudian dikeringkan.
2. Impregnasi dengan perendaman. Bahan penyangga dicelupkan dalam larutan senyawa logam. Larutan diaduk selama beberapa waktu tertentu, disaring dan hasilnya dikeringkan. Cairan induknya dapat dimanfaatkan kembali.

2.3 Fenol

Fenol (C_6H_5OH) merupakan monohidroksida turunan benzen dan bersifat anionik di dalam larutan air. Keberadaan fenol dalam air dapat menyebabkan pencemaran, karena jika dikonsumsi fenol dapat terakumulasi di dalam tubuh dan bersifat racun (Rahmi, 2007).

Fenol merupakan senyawa organik yang sering kali digunakan dalam industri seperti pemurnian minyak bumi, sehingga banyak sisa fenol limbah di lingkungan. Fenol merupakan senyawa yang sangat toksik apabila dihirup dan merupakan iritan yang sangat kuat, serta dapat terakumulasi di limbah (Considine, 1989).

Fenol atau asam karbolat atau benzenol adalah zat kristal tak berwarna yang memiliki bau khas. Rumus kimianya adalah C_6H_5OH dan strukturnya memiliki gugus hidroksil ($-OH$) yang berikatan dengan cincin benzen. Fenol memiliki sifat yang cenderung asam, artinya fenol dapat melepaskan ion H^+ dari gugus hidroksilnya. Fenol merupakan senyawa yang mudah terbakar, beracun, dan korosif. Fenol memiliki titik beku $42^\circ C$, titik didih $182^\circ C$, berat molekul 94,11 g/mol, berat jenis 1,057 g/mol, pKa 10 ($25^\circ C$), larut dalam bensol, air dingin, dan aseton. Mudah larut dalam metanol, dietil eter. Sangat larut dalam alkohol, obat bius, gliserin, dan karbon disulfida (Kleinhenz, 1991).

2.4 Oksidasi Fenol

Oksidasi fenol menjadi gas CO_2 dan air (H_2O) telah diteliti oleh Wu (2001) secara basah dengan katalis silika mesopori MCM-41 terimpregnasi Cu^{2+} . Pada saat impregnasi konsentrasi Cu^{2+} divariasi dengan menggunakan tembaga(II) nitrat tanpa pengaturan pH dan temperatur. Setelah proses impregnasi dilakukan kalsinasi pada

500°C selama 12 jam sehingga diperoleh katalis terimpregnasi Cu²⁺ dengan kandungan Cu²⁺ 81,3 mg/g, 178 mg/g, dan 162 mg/g dari konsentrasi awal 0,36; 0,88; 1,78 mol. Kinerja katalis terhadap oksidasi fenol dengan menggunakan larutan fenol 1300 ppm pada 150°C dan 200°C dengan oksidator gas O₂ dengan berbagai waktu reaksi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada 200°C fenol teroksidasi seluruhnya dalam waktu 10 menit, sedang pada 150°C, dalam waktu 80 menit fenol yang tersisa masih sebanyak 50 ppm untuk semua katalis dengan jumlah Cu²⁺ yang berbeda-beda. Dalam temperatur yang tinggi maka katalis logam akan lepas. Hasil penelitian menunjukkan hilangnya Cu²⁺ selama reaksi sebanyak 64% dengan temperatur diatas 200°C.

Pada proses oksidasi fenol keberadaan dari katalis Cu²⁺ adalah sebagai pembuat radikal pada fenol sehingga memudahkan fenol untuk dioksidasi oleh oksigen (persamaan reaksi 2.1). Mekanisme pembentukan radikal pada fenol diawali oleh terlepasnya atom hidrogen dari gugus hidroksil (-OH) akibat proses oksidasi.



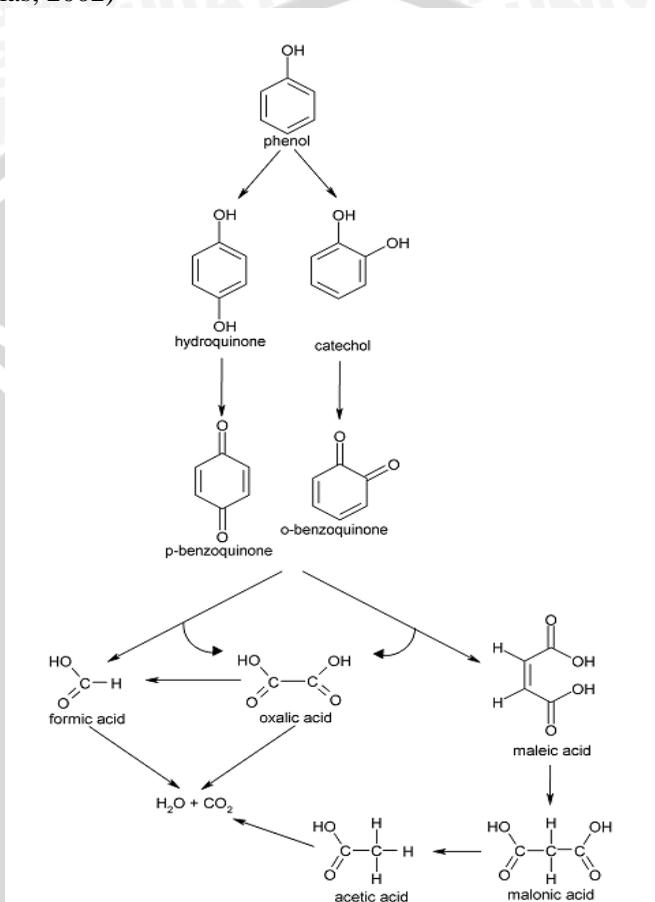
Katalis berperan dalam pembentukan radikal pada oksigen (persamaan reaksi 2.2), selanjutnya radikal oksigen akan menyerang molekul air untuk membentuk 2 radikal hidroksil (•OH) (persamaan reaksi 2.3). Reaksi pembentukan radikal hidroksil sebagai berikut:



Oksidasi fenol diawali dengan pembentukan hidroquinon akibat penyerang radikal hidroksil pada radikal fenoksil (persamaan reaksi 2.4) maupun fenol (persamaan reaksi 2.5 dan 2.6) kemudian membentuk hidroquinon yang akan teroksidasi oleh oksigen menjadi benzoquinon. Pada proses oksidasi lebih lanjut benzoquinon akan menjadi asam-asam organik yang lebih sederhana. Reaksi yang terjadi adalah:



Mekanisme reaksi oksidasi fenol disajikan pada Gambar 2.7 (Eftaxias, 2002)



Gambar 2.7 Mekanisme Reaksi Oksidasi Fenol

2.5 Tembaga

Tembaga (Cu) adalah logam dengan nomor atom 29, massa atom 63,546, titik lebur 1083°C, titik didih 2310°C, jari-jari atom 1,173 Å dan jari-jari ion Cu²⁺ 0,96 Å. Tembaga adalah logam transisi (golongan IB) yang berwarna kemerahan, mudah regang dan mudah ditempa. Tembaga bersifat racun bagi makhluk hidup (Kundari, 2008).

Tembaga termasuk golongan transisi blok d dalam sistem periodik dengan nomor atom 29 dan konfigurasi elektronnya adalah $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^9$, biasanya berwarna kemerah-merahan, bilangan oksidasinya +1 dan +2, mempunyai sifat lunak sehingga mudah untuk ditempa serta merupakan penghantar kalor dan listrik (Vogel, 1994).

2.6 Spektrofotometer Serapan Atom

2.6.1 Prinsip Kerja Spektrofotometer Serapan Atom

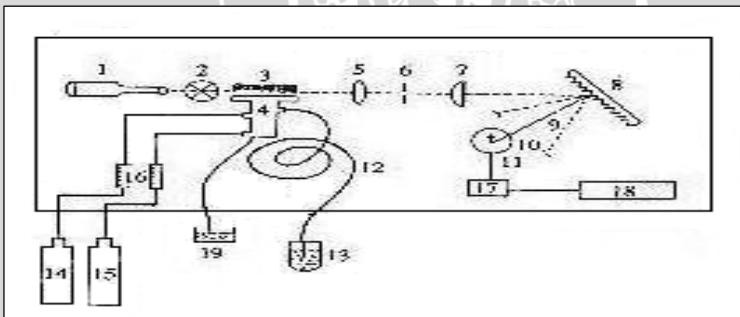
Prinsip dasar cara analisis serapan yaitu jika pada populasi atom yang berada pada tingkat energi dasar dikenai seberkas radiasi, maka akan terjadi penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar tersebut. Energi radiasi yang diserap oleh atom digunakan untuk melakukan eksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (Gunandjar, 1985).

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom tersebut menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik. Dengan absorpsi energi, berarti memperoleh banyak energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan tingkat energinya ke tingkat eksitasi. Garis spektrum dan dengan intensitas maksimum yang telah dihasilkan oleh panjang gelombang tersebut disebut dengan garis resonansi. Spektrum atomik untuk masing-masing unsur terdiri atas garis resonansi. Garis-garis lain yang bukan garis resonansi dapat berupa spektrum yang berasosiasi dengan tingkat energi molekuler, biasanya berupa pita-pita lebar ataupun garis tidak berasal dari eksitasi tingkat dasar yang disebabkan proses atomisasi. Pada SSA, panjang gelombang garis absorpsi resonansi identik dengan garis-garis emisi disebabkan keserasian transisinya. Untuk bekerja pada panjang gelombang ini diperlukan suatu monokromator celah yang menghasilkan lebar puncak sekitar 0,002–0,005 nm. Pada teknik SSA, diperlukan sumber radiasi yang mengemisikan sinar pada panjang gelombang yang tepat sama pada proses absorpsinya. Dengan cara ini efek pelebaran puncak dapat dihindarkan. Sumber radiasi tersebut dikenal sebagai lampu katoda berongga (Khopkar, 2002).

2.6.2 Cara Kerja Spektrofotometer Serapan Atom

Pada analisis logam, sampel diatomisasi pada atomizer melalui nyala api dengan bahan bakar asetilen murni. Temperatur harus terkendali, sehingga ionisasi dapat dihindari karena temperatur yang tinggi. Bahan bakar dan gas oksidator dimasukkan dalam kamar pencampur kemudian dilewatkan melalui *baffle* menuju ke pembakar sehingga menghasilkan nyala.

Sampel yang sudah teratomisasi kemudian mengadsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*hollow cathode lamp*). Lampu katode ini bersifat spesifik untuk setiap unsur. Karena akibat terjadinya adsorpsi cahaya oleh logam maka terjadi eksitasi elektron pada panjang gelombang tertentu. Emisi radiasi yang dihasilkan, kemudian dilewatkan pada monokromator dan selanjutnya menuju detektor menghasilkan respon yang terbaca sebagai absorbansi (Khopkar, 2002). Skema alat spektrofotometer serapan atom ditunjukkan pada Gambar 2.8



Gambar 2.8 Skema Alat SSA

Keterangan:

- | | |
|------------------------|---------------------------------------|
| 1. Lampu katoda | 11. Foto tube |
| 2. <i>Chopper</i> | 12. Slang penghisap cairan |
| 3. Nyala | 13. Cairan sampel/standar |
| 4. Atomizer | 14. Asetilen (C_2H_2)/ N_2O/H_2 |
| 5. Lampu kondensor | 15. Udara |
| 6. Celah/slit | 16. <i>Flow meter</i> |
| 7. Lensa kolimating | 17. Amplifier |
| 8. Kisi difraksi | 18. Recorder digital |
| 9. Sinar difraksi | 19. Pembuangan cairan |
| 10. Celah keluar sinar | |

Spektrofotometer serapan atom berlaku hukum Lambert-Beer karena suatu proses serapan terlibat didalamnya, adapun hukum Lambert-Beer dituliskan dalam rumus berikut (Pescok, *et al.*, 1976):

$$\text{Log } I_0/I_t = A = a.b.c \text{ atau } -\text{Log } T = A$$

Keterangan :

- I_0 : Intensitas cahaya sebelum diserap
- I_t : Intensitas cahaya sesudah diserap
- a : Absorptivitas
- b : Panjang jalan menembus medium penyerap
- c : Konsentrasi larutan (g/L)
- T : Transmitan

2.7 Spektrofotometer UV

Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut menyebabkan terjadinya penangkapan energi radiasi elektromagnetik, dimana serapan ini karakteristik atau spesifik untuk setiap molekul tersebut (Pescok, *et al.*, 1976).

Spektrofotometer serapan atom berlaku hukum Lambert-Beer karena suatu proses serapan terlibat didalamnya, adapun hukum Lambert-Beer dituliskan dalam rumus berikut (Pescok, *et al.*, 1976)

$$\text{Log } I_0/I_t = A = a.b.c \text{ atau } -\text{Log } T = A$$

Keterangan :

- I_0 : Intensitas cahaya sebelum diserap
- I_t : Intensitas cahaya sesudah diserap
- a : Absorptivitas
- b : Panjang jalan menembus medium penyerap
- c : Konsentrasi larutan (g/L)
- T : Transmitan

2.8 Hipotesis

Zeolit terimpregnasi Cu^{2+} diduga dapat digunakan sebagai katalis dalam proses oksidasi fenol dan aktivitas katalitiknya dipengaruhi oleh pH, lama pemanasan, dan konsentrasi awal larutan fenol.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dan perancangan alat dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Fisik, dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang selama tiga bulan mulai bulan Agustus sampai dengan bulan Oktober 2010.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam Turen Malang dan bahan kimia yang digunakan antara lain: $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (pa), HCl pekat (37%, $\text{bj} = 1,19 \text{ g/ml}$) (pa), $\text{Ba}(\text{OH})_2$ (pa), AgNO_3 (pa), NaOH (pa), fenol (pa), aquades, dan gas oksigen.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan berukuran 120 mesh dan 150 mesh, seperangkat alat gelas, seperangkat alat oksidasi seperti kondensor, labu alas bulat berleher tiga, termometer, desikator, botol semprot, pengaduk magnetik, mortar porselin, pH meter, bola hisap, kertas saring, spektrofotometer serapan atom Shimadzu AA 6200, tanur Nabertherm model N-31, oven Fisher Scientific 655 F, pengocok listrik Edmund Buhler SM 25, neraca analitik Metler Toledo AL 204, spektrofotometer UV Shimadzu UV 1601.

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam enam tahap berkesinambungan antara lain:

1. Preparasi zeolit dengan aktivasi asam
2. Proses impregnasi Cu^{2+} pada zeolit
3. Oksidasi fenol dengan katalis CuO-zeolit pengaruh pH awal fenol, lama pemasakan reaksi, dan konsentrasi fenol
4. Penentuan kadar Cu^{2+} dalam zeolit dengan spektrofotometer serapan atom
5. Pengukuran kadar fenol sisa dengan spektrofotometer UV
6. Analisa data

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Preparasi Zeolit Alam Turen

Batuan zeolit dihaluskan dengan mortal porselin dan diayak dengan ayakan ukuran 120 mesh, kemudian padatan yang lolos diayak kembali dengan ayakan ukuran 150 mesh. Zeolit yang tertahan pada ayakan kedua, dicuci dengan akuades, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Selanjutnya ditimbang hingga didapatkan massa konstan.

3.4.2 Preparasi Zeolit dengan Aktivasi Asam

Zeolit hasil preparasi awal ditimbang sebanyak 20 gram dimasukkan dalam erlenmeyer, direndam dalam 150 mL HCl 0,4 M dan dikocok dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam. Sampel hasil perendaman dicuci dengan akuades sampai bebas Cl^{-} (filtrat diuji dengan larutan AgNO_3 0,1 M sampai tidak terdapat endapan putih). Sampel dikeringkan dalam oven dengan suhu 110°C selama 2 jam hingga diperoleh berat konstan (Masrifah, 2007).

3.4.3 Impregnasi Zeolit dengan Cu(II)

Zeolit hasil aktivasi asam ditimbang sebanyak 6 gram dimasukkan dalam erlenmeyer dan ditambah dengan larutan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 M sebanyak 150 mL. Selanjutnya campuran dikocok selama 3 jam pada suhu kamar (25°C) dengan kecepatan 100 rpm. Campuran kemudian disaring dan filtrat ditampung, sedangkan endapannya dicuci dengan akuades sebanyak dua kali volume yang ada lalu disaring kembali. Filtrat diukur dengan SSA untuk menentukan kadar Cu sisa. Endapan dikeringkan pada suhu 110°C selama kurang lebih 2 jam. Endapan katalis yang sudah kering kemudian dihaluskan dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam kemudian didinginkan (Fuaida, 2008).

3.4.4 Oksidasi Fenol dengan Katalis CuO-Zeolit

3.4.4.1 Pengaruh pH awal Fenol pada Oksidasi Fenol

Oksidasi fenol dengan katalis CuO-zeolit dilakukan dengan memasukkan larutan fenol 364 ppm sebanyak 250 mL dalam labu alas bulat dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7, kemudian ditambahkan 0,5g katalis hasil impregnasi (3.4.3). Labu alas bulat yang berisi campuran fenol dengan katalis CuO-zeolit ditambahkan batu didih dengan kondensor yang dialiri dengan air dingin, dan dihubungkan

dengan termometer serta dengan pipa aliran gas O_2 . Kondensator dihubungkan dengan erlenmeyer yang berisi larutan $Ba(OH)_2$ jenuh dengan pipa selang sampai pipa tercelup dalam larutan $Ba(OH)_2$ jenuh. Setelah pemanasan mencapai $70^\circ C$ gas O_2 dialirkan dengan kecepatan alir 200 mL/menit dalam fenol dengan pipa yang tercelup dalam fenol. Reaksi dilakukan selama 30 menit setelah suhu $90^\circ C$. Larutan hasil oksidasi dibiarkan sampai dingin dan disaring, filtrat diukur absorbansinya (seperti pada 3.4.6.3) dengan Spektrofotometer UV. pH optimum reaksi ditentukan berdasarkan persen fenol teroksidasi yang paling banyak.

3.4.4.2 Pengaruh Lama Reaksi Terhadap Oksidasi Fenol

Oksidasi fenol dengan katalis CuO-zeolit dilakukan dengan memasukkan larutan fenol 364 ppm sebanyak 250 mL dalam labu alas bulat pada pH optimum (hasil dari 3.4.4.1) kemudian ditambahkan 0,5 g katalis hasil impregnasi. Labu alas bulat yang berisi dengan campuran fenol dengan katalis CuO-zeolit yang ditambahkan batu didih dengan kondensator yang dialiri dengan air dingin dan dihubungkan dengan termometer serta dengan pipa aliran gas O_2 dengan kecepatan alir O_2 adalah 200 mL/menit. Kondensator dihubungkan dengan erlenmeyer yang berisi larutan $Ba(OH)_2$ jenuh dengan pipa selang sampai pipa tercelup dalam larutan $Ba(OH)_2$ jenuh. Setelah pemanasan mencapai $70^\circ C$ gas O_2 dialirkan dengan kecepatan alir 200 mL/menit dalam fenol dengan pipa yang tercelup dalam fenol. Reaksi dilakukan selama 120 menit dari suhu $90^\circ C$. Setiap selang waktu 30 menit larutan fenol hasil oksidasi diambil 10 mL dan disaring, filtrat diukur absorbansinya (seperti pada 3.4.6.3) dengan Spektrofotometer UV sehingga diperoleh lama reaksi optimum.

3.4.4.3 Pengaruh Konsentrasi Fenol

Oksidasi fenol dengan katalis CuO-zeolit dilakukan dengan memasukkan larutan fenol 364, 480, 579, 693, dan 749 ppm sebanyak 250 mL dalam labu alas bulat pada pH optimum (hasil dari 3.4.4.1) kemudian ditambahkan 0,5 g katalis hasil impregnasi. Labu alas bulat yang berisi dengan campuran fenol dengan katalis CuO-zeolit yang ditambahkan batu didih dengan kondensator yang dialiri dengan air dingin dan dihubungkan dengan termometer serta dengan pipa aliran gas O_2 dengan kecepatan alir O_2 adalah 200 mL/menit.

Kondensor dihubungkan dengan erlenmeyer yang berisi larutan $\text{Ba}(\text{OH})_2$ jenuh dengan pipa selang sampai pipa tercelup dalam $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Setelah pemanasan mencapai 70°C gas O_2 dialirkan dengan kecepatan alir $200\text{mL}/\text{menit}$ dalam fenol dengan pipa yang tercelup dalam fenol. Lama reaksi dilakukan sesuai hasil 3.4.4.2 dari suhu 90°C . Campuran dibiarkan hingga dingin dan disaring, selanjutnya filtrat diukur absorbansinya (seperti pada 3.4.6.3) dengan Spektrofotometer UV.

3.4.5 Penentuan Kadar Cu^{2+} dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom

3.4.5.1 Pembuatan Kurva Standar

Pada penentuan kurva baku digunakan larutan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dengan berbagai konsentrasi $\text{Cu}(\text{II})$ pada beberapa konsentrasi yang memenuhi hukum Lambert-Beer, yaitu 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ppm yang dibuat dengan cara mengencerkan sejumlah volume tertentu dari larutan Cu 100 ppm berturut-turut 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 mL. Dimasukkan labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas. Serapan larutan diukur dengan SSA pada panjang gelombang maksimum tembaga yaitu 264,5 nm. Kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi Cu sebagai sumbu x dan serapannya sebagai sumbu y.

3.4.5.2 Pengukuran Kadar Cu^{2+}

Penentuan kadar Cu^{2+} sisa dalam katalis CuO -zeolit dilakukan dengan cara larutan sisa dari hasil impregnasi dipipet sebanyak 1 mL, dimasukkan dalam labu ukur 1 L dan ditambahkan HNO_3 pekat sebanyak 2 tetes, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas. Kandungan logam dalam katalis dianalisis dengan menggunakan alat spektrofotometer serapan atom (SSA).

3.4.6 Penentuan Kadar Kadar Fenol Sisa dengan Metode Spektrofotometer UV

3.4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan fenol 364 ppm dipipet 30 mL dan dimasukkan dalam botol sampel, kemudian diatur pHnya hingga pH 3 dengan penambahan larutan HCl 0,1 M. Larutan tersebut kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan larutan HCl pH 3 hingga tanda batas. Kemudian diukur absorbansinya

dengan spektrofotometer UV pada panjang gelombang 200 – 300 nm dengan larutan HCl pH 3 sebagai blanko.

3.4.6.2 Pembuatan Kurva Baku

Larutan fenol pH 3 dengan konsentrasi 8, 10, 15, 20, 25, 30 ppm diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum untuk larutan fenol (270,5 nm). Selanjutnya dibuat kurva baku hubungan antara konsentrasi fenol sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y, dengan larutan blanko yang digunakan adalah larutan pH 3.

3.4.6.3 Penentuan Kadar Fenol dengan Spektrofotometer UV

Penentuan kadar fenol untuk semua larutan sampel dilakukan dengan cara filtrat sebanyak 5 mL, kemudian larutan tersebut diatur pHnya menjadi pH 3 dengan ditetesi larutan HCl 0,1 M tetes demi tetes hingga pH meter menunjukkan pH 3, selanjutnya dituangkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan larutan HCl pH 3 hingga tanda batas. Kemudian larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Kadar fenol sisa dapat ditentukan dengan cara memasukkan nilai absorbansi larutan sampel ke dalam persamaan kurva baku, dengan menggunakan larutan pH 3 sebagai blanko.

3.4.7 Penentuan Efisiensi Oksidasi Fenol dengan Analisis COD (Chemical Oxygen Demand)

Sampel sebanyak 25 mL dimasukkan dalam erlenmeyer, ditambahkan 0,5 gram kristal HgSO_4 dan 5 mL H_2SO_4 pekat kemudian didinginkan. Selanjutnya $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,25 N sebanyak 25 mL dialirkan lewat kondensor, pada kondensor dialirkan air (pendingin) dan ditambahkan dengan 32,5 mL H_2SO_4 pekat (lewat kondensor), diberi batu didih sebelum dipanaskan. Larutan dipanaskan kurang lebih 2 jam dan dinginkan, selanjutnya ditambah air sebanyak 25 mL dikocok dan ditambahkan indikator pheroin 1 mL, kemudian dititrasi dengan larutan FAS (ferro ammonium sulfat) dan dicatat pemakaiannya.

3.5 Pengolahan Data

3.5.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Dan Koefisien Korelasi

Penentuan persamaan regresi linier dari grafik kurva baku tembaga (II) menggunakan hubungan konsentrasi dengan absorbansi, dengan persamaan :

$$y = ax$$

Keterangan :

y = absorbansi

x = konsentrasi

Nilai a dihitung dengan persamaan :

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2}$$

Sedangkan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan :

$$R^2 = \frac{\sum XY}{\sqrt{\sum X^2 \sum Y^2}}$$

3.5.2 Penentuan Jumlah Ion Tembaga(II) yang Terimpregnasi dalam Zeolit

Untuk menghitung banyaknya Cu(II) yang terimpregnasi dilakukan perhitungan sebagai berikut :

$$\text{Cu(II) adsorpsi} = \frac{(\text{konsentrasi fenol awal} - \text{konsentrasi fenol akhir}) \text{ppm} \times \text{volumetotal}}{\text{beratzeolit(g)} \times \text{beratekivalenCu}} \text{ (mek/ g)}$$

3.5.3 Penentuan Persen Fenol Teroksidasi

Jumlah fenol yang teroksidasi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ oksidasi} = \frac{(\text{konsentrasi fenol awal} - \text{konsentrasi fenol sisa}) \text{ ppm}}{\text{konsentrasi fenol awal (ppm)}} \times 100\%$$

$$\text{Konsentrasi fenol teroksidasi} = \frac{(\text{konsentrasi fenol awal} - \text{konsentrasi fenol sisa}) \text{ ppm}}{\text{BM fenol}}$$

$$\text{Laju awal reaksi (mol/L.menit)} = \frac{\text{konsentrasi fenol teroksidasi (mol/L)}}{\text{lama reaksi (menit)}}$$

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

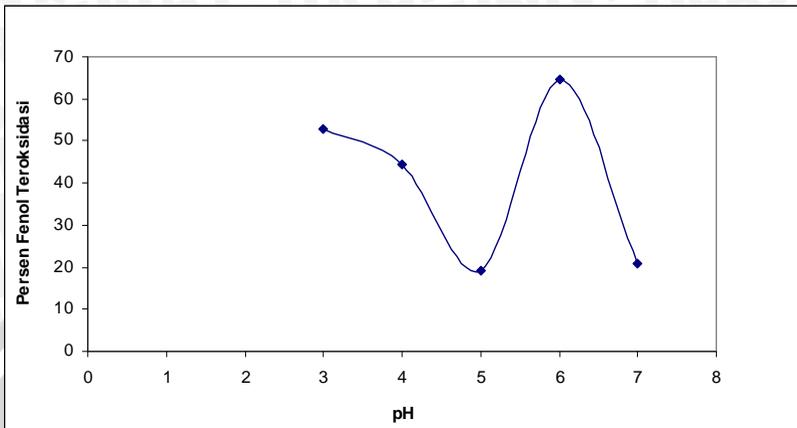
Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan zeolit alam Turen sebagai bahan pengemban katalis logam. Pada penelitian ini dilakukan proses aktivasi asam yang berfungsi untuk melarutkan pengotor-pengotor yang larut dalam asam dan mengubah dari zeolit-Na menjadi zeolit-H sehingga penukaran ion Cu^{2+} dengan ion H^+ yang terdapat dalam zeolit lebih mudah. Aktivasi asam menyebabkan terbukanya pori zeolit, sehingga luas permukaan akan semakin meningkat (Setyawan, 2003).

Analisa kadar logam dalam zeolit ini dilakukan secara kuantitatif dengan menggunakan metode spektrofotometer serapan atom. Berdasarkan penelitian didapatkan kadar Cu dalam zeolit hasil impregnasi sebesar 8,62 mek/g zeolit (Tabel L.3.2). Merujuk dari penelitian Fuaida (2008) karakterisasi katalis CuO-zeolit yang memberikan daya katalitik terbesar pada oksidasi fenol yaitu pada kadar Cu 2,12 mek/g zeolit.

4.1. Pengaruh pH Larutan Fenol Terhadap Aktivitas Katalitik Katalis CuO-Zeolit

Pada penelitian ini dipelajari tentang bagaimana pengaruh pH larutan fenol terhadap aktivitas katalitik CuO-zeolit. Pengaruh pH larutan terhadap aktivitas katalitik CuO-zeolit ini dilakukan pada pH 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Hasil penelitian disajikan pada Gambar 4.1 dan pada Tabel L.4.1

Berdasarkan data yang telah disajikan pada Gambar 4.1 dan uji F yang telah dilakukan diperoleh bahwa $F_{\text{hitung}} = 4304,51 > F_{\text{tabel}(5\%)} = 3,48$ diketahui bahwa pH larutan fenol berpengaruh terhadap aktivitas katalitik dari CuO-zeolit. Selanjutnya dilakukan uji BNT pada taraf 5% diketahui bahwa setiap variasi pH berbeda nyata dan diperoleh pH optimum yaitu pH 6 (Tabel L.5.1).

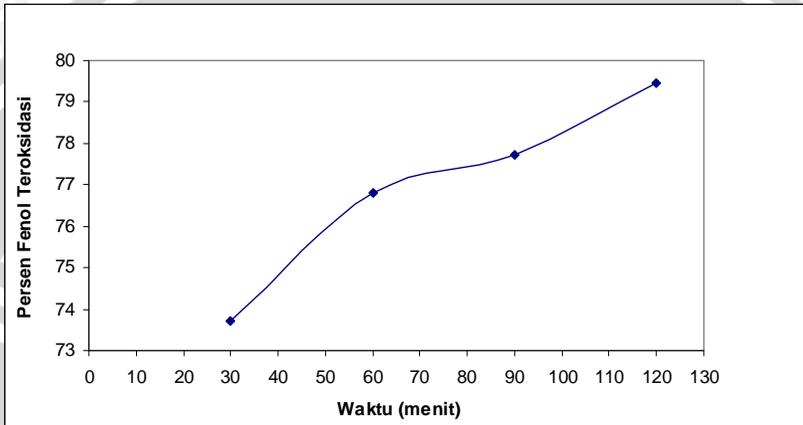


Gambar 4.1 Pengaruh pH Terhadap Aktifitas Katalis dan Fenol dalam Oksidasi Fenol

Pada Gambar 4.1 diketahui bahwa pada pH 3 daya katalitik katalis CuO-zeolit tinggi ditunjukkan persen fenol yang teroksidasi 52,69%, pada pH 4 sampai pH 5 persen fenol yang teroksidasi menurun. Hal ini disebabkan pada pH 3 katalis CuO-zeolit memiliki aktivitas tertinggi dalam mereduksi Cu^{2+} dan mengoksidasi fenol secara simultan, Cu^{2+} mempunyai aktivitas yang tinggi karena pada pH rendah Cu^{2+} mudah tereduksi, mempunyai reduksi potensial yang lebih positif (Santos, *et al.*, 2005). Pada pH 4 dan pH 5 persen fenol teroksidasi semakin menurun disebabkan karena pada pH yang lebih tinggi Cu^{2+} lebih sulit tereduksi sehingga untuk mengkatalisis fenol lebih sulit. Pada pH 6 persen fenol yang teroksidasi mencapai maksimum karena pada pH tinggi fenol lebih mudah dioksidasi sehingga lebih reaktif (Ukrainczyk, 1992). Berdasarkan percobaan (Ukrainczyk, 1992) bahwa pada suasana asam fenol mempunyai potensial reduksi yang tinggi dan potensial reduksi terus menurun hingga dicapai potensial reduksi terendah pada pH 10. Pada pH 7 persen fenol teroksidasi turun hampir sama dengan pH 5 meskipun potensial reduksi fenol lebih kecil dibandingkan pH 6. Hal ini disebabkan karena katalis Cu^{2+} menjadi kurang reaktif karena kemampuan untuk mengikat OH^- semakin besar dan kemampuan untuk direduksi semakin kecil.

4.2. Pengaruh Lama Pemanasan Fenol Terhadap Aktivitas Katalitik Katalis CuO-Zeolit

Pada penelitian ini dipelajari tentang pengaruh lama pemanasan fenol yang memberikan daya oksidasi terbesar. Hal ini ditunjukkan oleh Gambar 4.2

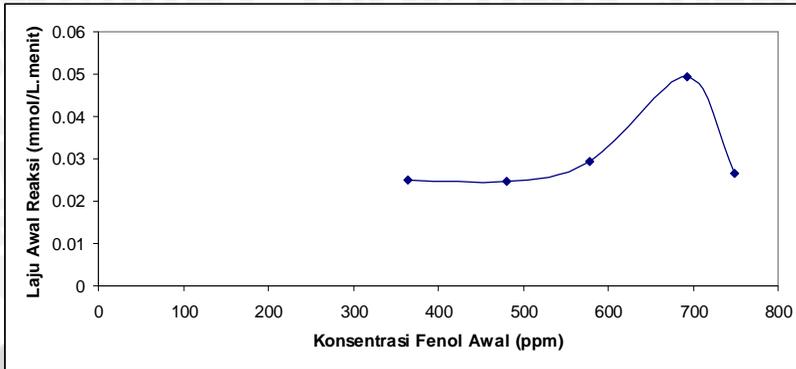


Gambar 4.2 Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Aktifitas Katalis dalam Mengoksidasi Fenol

Pada Gambar 4.2 ditunjukkan bahwa persen fenol teroksidasi akan meningkat seiring dengan bertambahnya waktu (Tabel L.4.2). Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi semakin banyak interaksi antara reaktan-reaktan dan katalis sehingga produk yang dihasilkan lebih banyak hingga tercapai kesetimbangan. Pada penelitian diperoleh persen fenol teroksidasi maksimal dengan lama reaksi 120 menit.

4.3 Pengaruh Konsentrasi Fenol Terhadap Daya Katalitik Katalis CuO-Zeolit pada Oksidasi Fenol

Konsentrasi fenol yang dilakukan pada percobaan ini adalah 364, 480, 579, 693, dan 749 ppm. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan pengaruh konsentrasi fenol terhadap daya katalitik CuO-zeolit pada oksidasi fenol dan mengetahui konsentrasi larutan fenol optimum yang akan menghasilkan daya oksidasi terhadap fenol yang maksimum. Hasil dari penelitian oksidasi fenol terhadap konsentrasi fenol tersaji pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Pengaruh Konsentrasi Fenol Terhadap Aktifitas Katalis dalam Mengoksidasi Fenol

Pada Gambar 4.3 terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi fenol awal maka laju awal reaksi akan meningkat, jumlah fenol yang teroksidasi mengalami peningkatan karena fenol banyak berinteraksi dengan reaktan dan katalis. Pada Gambar 4.3 laju awal reaksi pada konsentrasi fenol 364 ppm hingga 480 ppm hampir tidak terjadi perubahan. Pada konsentrasi 579 ppm hingga 693 ppm laju awal reaksi mengalami kenaikan, terjadi peningkatan jumlah fenol yang teroksidasi. Semakin tinggi konsentrasi fenol semakin banyak fenol yang berinteraksi dengan katalis dan O_2 sehingga laju awalnya semakin meningkat. Laju awal reaksi optimum diperoleh pada konsentrasi fenol 693 ppm. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi fenol 693 ppm daya katalisis dari CuO-zeolit telah mencapai maksimum dalam proses oksidasi karena jumlah katalis yang dibutuhkan sesuai, sehingga reaksi katalisis yang terjadi dapat maksimal. Pada konsentrasi 749 ppm laju awal reaksi menurun. Hal ini karena konsentrasi fenol yang tinggi menyebabkan fenol semakin sulit masuk dalam pori-pori zeolit dan berinteraksi dengan katalis. Berdasarkan uji F yang dilakukan diperoleh bahwa $F_{hitung} = 64609,24 > F_{tabel}(5\%) = 3,48$ diketahui bahwa konsentrasi fenol berpengaruh pada daya katalitik katalis CuO-zeolit. Selanjutnya dilakukan uji BNT pada taraf 5% diketahui bahwa setiap konsentrasi fenol berbeda nyata dan didapatkan konsentrasi fenol optimum adalah 693 ppm (Tabel L.4.3).

4.4 Efisiensi Oksidasi Fenol dengan Analisis COD (Chemical Oxygen Demand).

Pada penelitian ini dilakukan efisiensi oksidasi fenol dengan analisis COD untuk larutan fenol dengan pH 6, lama pemanasan 120 menit dengan konsentrasi 693 ppm. Hasil analisis COD didapatkan bahwa jumlah COD sebelum dioksidasi sebesar 1256 ppm dan setelah dioksidasi sebesar 504 ppm sehingga diperoleh persen COD sebesar 60%. Berdasarkan analisis COD ini diperoleh bahwa jumlah fenol setelah dioksidasi mengalami penurunan. Persen penurunan COD lebih kecil daripada persen fenol teroksidasi yaitu 80%, hal ini dimungkinkan karena fenol ikut menguap bersama uap air.



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa pH larutan fenol, lama pemanasan, dan konsentrasi fenol berpengaruh terhadap daya katalitik katalis CuO-zeolit. Kondisi optimum oksidasi fenol diperoleh pada pH 6, lama pemanasan selama 120 menit, konsentrasi 693 ppm dan dihasilkan persen fenol teroksidasi 80% dan persen COD sebesar 60%.

5.2 Saran

Perlu diperhatikan rangkaian pemasangan alat agar diperoleh persen fenol teroksidasi murni dari fenol sisa.



DAFTAR PUSTAKA

- Anonim¹, 2010, **Zeolit**, <http://www.kabmalang.go.id>, diakses 14 Juni 2010.
- Aini, M., N. Lies Indriati, 2007, **Proses Pemutihan Zeolit Sebagai Bahan Pengisi Kertas**, Jurnal Vol. 42 (1), hal. 24.
- Akula, V., J. Palgunadi, J.K. Deog, O.S. Joo, C.H. Shin, 2009, **Dimethyl Ether Synthesis on The Mixed Catalysts of Cu-Zn-Al-M (M = Ga, La, Y, Zr) and γ -Al₂O₃**, The Role of Modifier, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, page 20-27.
- Anderson, J.R. dan M. Boudart, 1981, **Catalysis Science and Technology**, First Edition, Springier Verlag, Berlin.
- Considine, D.M., 1989, **Scientific Encyclopedia**, Van Nostrands Reinhold Company Inc. New York, pp 660:4665-4666.
- Eftaxias, A., 2002, **Catalytic Wet Air Oxidation of Phenol in a Trickle Bed Reactor : Kinetics and Reactor Modelling**. Thesis. Department of Chemistry Engineering. Rovira i Virgili University. Tarragona. pp 90 – 94.
- Estiaty, L.M., D. Fatimah dan Y. Goto, 2003, **Improvement of Animal Manure by Mixing with Natural Zeolite**. Jurnal Zeolit Indonesia. http://www.izi.or.id/journal/journal_2_1_6.php, diakses 15 Juni 2010.
- Eva, S.P., 2007, **Zeolit Sebagai Mineral Serba Guna**, http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_material, diakses 14 Juni 2010.
- Foger, K. 1984. **Dispersed Metal Catalyst and Surface**. University of Melbourne. Australia. pp 228 – 230.
- Fuaida, F., 2008, **Studi Preparasi Katalis CuO-zeolit untuk Oksidasi Fenol**, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- Gunandjar, 1985, **Spektrofotometri Serapan Atom**, Pusat Penelitian Bahan dan Instrumentasi, Yogyakarta, hal. 1-5.

- Hidayat, A., 2008, **Katalis**, <http://arhidayat.staff.uui.ac.id/katalis>, diakses 8 Juni 2010.
- Khopkar, S.M, 2002, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, Penerjemah A, Saptorahardjo, UI Press, Jakarta, hal. 275-286.
- Kirk, R.E., and D.F. Othmer, 1993, **Encyclopedia of Science Technology**, 3rd, vol.9, John Willey and Sons, New York, 64.
- Kundari, N., A. Wiyuniati, 2008, **Tinjauan Kesetimbangan Adsorpsi Tembaga Dalam Limbah Pencuci PCB Dengan Zeolit**, Pusat Pendidikan dan Latihan-BATAN, Jakarta, hal. 490.
- Kleinhenz, E.A., dan S.B. Cohen, 1991, **Accurate Determination of pH Inorganic Phenol and Phenol-Chloroform**. Biotechniques, page 10, 740-741.
- Linsebigler, A.L., G. Lu, dan J.T. Yates, 1995, **Photocatalysis on TiO₂ surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results**, Chem Rev., 95, 735-758.
- Masrifah, L., 2007, **Studi Pengaruh Penambahan Zeolit Alam Dalam Proses Pengomposan Terhadap Kadar Nitrogen Dalam Kompos**, Skripsi, Kimia-FMIPA, Brawijaya, Malang, p 16.
- Massa, P.A., M.A. Ayude dan R.J. Fenoglio , 2004, **Catalyst System for the Oxidation of Phenol in Water**, Mar del Plata. Argentina. pp 133-140.
- Oxtoby, D.W., H.P. Gillis, dan N.H. Nachtrieb, 2001, **Prinsip-Prinsip Kimia Modern, Edisi 4, Jilid 1**, Erlangga, Jakarta.
- Pescok, R., L.D. Shield, T. Cairns, dan M. William, 1976, **Modern Methods of Chemical Analysis**, 2nd edition. John Wiley & Sons Inc. New York, page 147.
- Pestunova, O.P., O.L. Ogorodnikova, dan V.R. Parmon, 2003, **Studies on the Phenol Wet Peroxide Oxidation in the Presence of Solid Catalyst**, Chemistry for Sustainable Development 11, G.K. Boreskov Institute of catalyst, Rusia , pp 227-232.

- Rahmi, 2007, **Adsorpsi Fenol pada Membran Komposit Kh Berikatan Silang**, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Syiah Kuala, Darussalam Banda Aceh. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* Vol. 6, No. 1, hal. 28-34.
- Santos, A., P. Yuston, A. Quintanilla, dan F. Garcia, 2005, **Influence of pH on the wet Oxidation of Phenol with Copper Catalyst**, *Jurnal* vol. 33 No. 1-4.
- Sariman, 1998, **Persiapan Pengolahan dan Penggunaan Zeolit Alam Berdasarkan Sifat yang Dimilikinya**, Makalah Teknik. N0.1 Th 7. hal 10-18.
- Setyawan, D., 2003, **Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton**, FMIPA Universitas Jember, *jurnal Ilmu Dasar* Vol. 4 No. 2, 2003: 70-76.
- Skeels, G.W., D. Breck, 1984, **Proceeding of the 6th International Zeolite Conference**, Olson, D., Bislo A., Eds., Butterworths, Guilford, U.K, page 87.
- Slamet, S.B., R. Arbianti dan Z. Sari, 2006, **Penyisihan Fenol dengan Kombinasi Proses Adsorpsi dan Fotokatalisis Menggunakan Karbon Aktif dan TiO₂**, *Jurnal Teknologi*, Edisi No.4 Tahun XX, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok, hal. 303.
- Smart, L., dan E. Moore, 1992, **Solid State Chemistry and Introduction**, 1st Edition, Chapman and Hall, London p 183, 194.
- Suyartono, 1992, **Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit**, dalam *Buletin PPTM* Vol. 13, No. 4, Bandung, hal.1-3.
- Swantomo, D., N.A. Kundari, S.L. Pambudi, 2009, **Adsorpsi Fenol Dalam Limbah dengan Zeolit Alam Terkalsinasi**, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Yogyakarta, hal. 706.
- Ukrainczyk, L., 1992, **Oxidation of Phenol in Acidic Aqueous Suspensions of Manganese Oxides**, Vol. 40, No. 2, 157-166, Department of Soil, Crop and Atmospheric Sciences, Cornell University, Ithaca, New York.

Vogel, 1994, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro**, Edisi Kelima, Alih Bahasa: L. Setiono dan A. H. Pudjaatmaka, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta, hal. 72-91, 89-102, 300, 303-304.

Windriani E., 2008, **Studi Pengaruh Konsentrasi Zn(II) pada Preparasi Katalis Zeolit-Zno Terhadap Oksidasi Fenol**, Jurusan Kimia, F MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

Yermakova, A. Mikenin, P. E, Anikeev, V. I, 2005, **Phenol Oxidation in Supercritical Water in a Well-Stirred Continuous Reactor**, Boreskov Institute of Catalysis, Siberian Division, Russian Academy of Sciences, pr. akademika Lavrent'eva 5, Novosibirsk, Russia.



L. LAMPIRAN

Lampiran 1. Preparasi Larutan

L.1.1 Perhitungan Molaritas Larutan HCl pekat 37%

Massa jenis HCl pekat = 1,1900 mg/L

Kadar HCl pekat = 37 %

Mr HCl = 36,461 gram/mol

Konsentrasi HCl pekat adalah:

$$\begin{aligned} [\text{HCl}] &= \frac{1,1900 \text{ mg/L}}{36,461 \text{ gram/mol}} \times \frac{37}{100} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= 12,0759 \text{ M} \end{aligned}$$

L.1.2 Perhitungan Massa $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,2 \text{ M}$

$$\begin{aligned} \text{Mol Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} &= \text{M} \times \text{L} \\ &= 0,2 \text{ M} \times 0,25 \text{ mL} \\ &= 0,05 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,05 \text{ mol} \times 241,55 \text{ gr/mol} \\ &= 12,078 \text{ gram} \end{aligned}$$

L.1.3 Perhitungan Massa $\text{AgNO}_3 \cdot 0,1 \text{ M}$

$$\begin{aligned} \text{Mol AgNO}_3 &= \text{M} \times \text{L} \\ &= 0,1 \text{ M} \times 0,01 \text{ mL} \\ &= 0,001 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa AgNO}_3 &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,001 \text{ mol} \times 169,88 \text{ gr/mol} \\ &= 0,1699 \text{ gram} \end{aligned}$$

L.1.4 Perhitungan Massa $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \cdot 0,05 \text{ M}$

$$\begin{aligned} \text{Mol Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} &= 0,05 \text{ M} \times 1 \text{ L} \\ &= 0,05 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,05 \text{ mol} \times 315,48 \text{ g/mol} \\ &= 15,774 \text{ g} \end{aligned}$$

L.1.5 Pembuatan Larutan Cu(II) 1000 ppm sebanyak 1000 mL

$$BA \text{ Cu(II)} = 63,54 \text{ g/mol}$$

$$BM \text{ Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 241,608 \text{ g/mol}$$

$$1000 \text{ ppm Cu(II)} = \frac{x \text{ mg}}{1 \text{ L}}$$

$$x = 1000 \text{ mg}$$

Sehingga $\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ yang ditimbang adalah:

$$\text{Berat Cu} = \frac{BA \text{ Cu}}{BM \text{ Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}} \times \text{berat Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$$

$$1000 \text{ mg} = \frac{63,54}{241,608} \times \text{berat Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$$

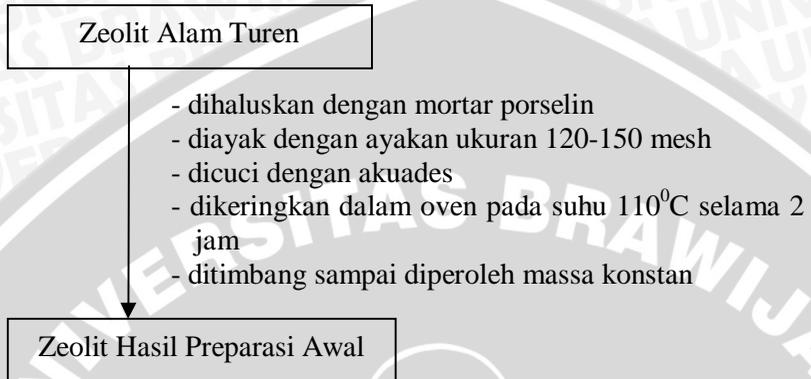
$$\text{berat Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = \frac{1000}{0,2630}$$

$$\text{berat Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 3802,5 \text{ mg} = 3,8025 \text{ gram}$$

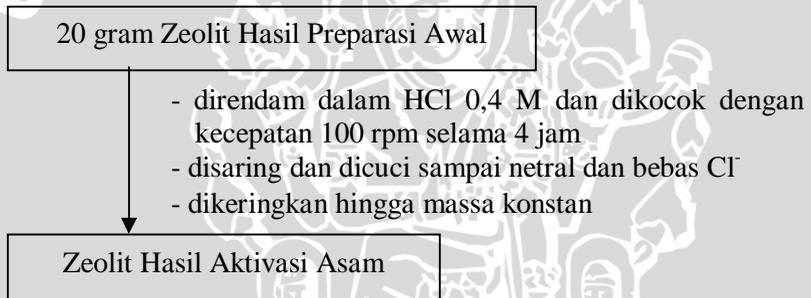
Sebanyak 3,8025 gram $\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dengan akuades dalam gelas beker, kemudian dimasukkan dalam labu takar 1000 mL, ditambah 1,5 mL HNO_3 pekat dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

Lampiran 2. Diagram Alir Penelitian

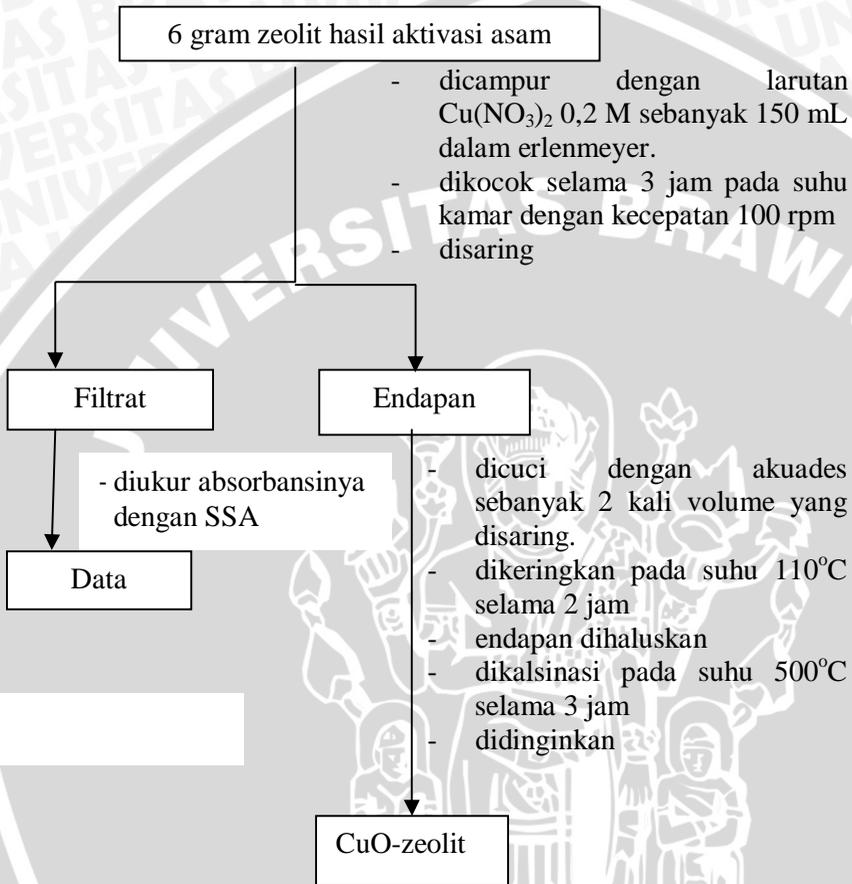
L.2.1 Preparasi Zeolit Alam Turen



L.2.2 Preparasi Zeolit dengan Aktivasi Asam



L.2.3 Impregnasi Zeolit dengan Cu(II)

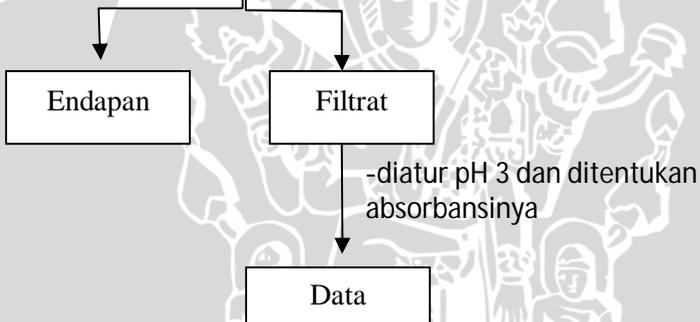


L.2.4 Oksidasi Fenol dengan Katalis CuO-Zeolit

L.2.4.1 Pengaruh pH Awal Fenol pada Oksidasi Fenol

250 mL fenol 364 ppm dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7

- dimasukkan dalam labu alas bulat
- ditambahkan 0,5 gram katalis CuO-zeolit
- dipasang pendingin air
- ditambah $\text{Ba}(\text{OH})_2$ pada penampung filtrat
- saat suhu mencapai 70°C dialiri gas oksigen dengan kecepatan 200 mL/menit selama 30 menit dari suhu 90°C
- dibiarkan dingin dan disaring



L.2.4.2 Pengaruh Lama Reaksi Terhadap Oksidasi Fenol

250 mL fenol 364 ppm (pH optimum)

- dimasukkan dalam labu alas bulat
- ditambahkan 0,5 gram katalis CuO-zeolit
- dipasang pendingin air
- ditambah Ba(OH)₂ pada penampung filtrat
- saat suhu mencapai 70°C dialiri gas oksigen dengan kecepatan 200 mL/menit selama 30 menit dari suhu 90°C
- divariasi waktu selama 120 menit (30, 60, 90, 120 menit)
- fenol hasil oksidasi diambil 10 mL
- dibiarkan dingin dan disaring

Endapan

Filtrat

-diatur pH 3 dan ditentukan absorbansinya

Data

L.2.4.3 Pengaruh Konsentrasi Fenol

250 mL fenol dengan variasi konsentrasi 364, 480, 579, 693, 749 ppm
(pH optimum)

- dimasukkan dalam labu alas bulat
- ditambahkan 0,5 gram katalis CuO-zeolit
- dipasang pendingin air
- ditambah $\text{Ba}(\text{OH})_2$ pada penampung filtrat
- saat suhu mencapai 70°C dialiri gas oksigen dengan kecepatan 200 mL/menit selama waktu optimum dari suhu 90°C
- dibiarkan dingin dan disaring



-diatur pH 3 dan ditentukan absorbansinya

Data

L.2.5 Penentuan Kadar Cu^{2+} dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom

L.2.5.1 Pembuatan Kurva Standar

Larutan Standart dengan konsentrasi 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10

- diukur dengan SSA

Absorbansi

- dibuat kurva baku untuk absorbansi yang telah didapatkan
- diketahui nilai persamaan yang ada

Hasil

L.2.5.2 Pengukuran Kadar Cu^{2+}

Filtrat sisa impregnasi

- dipipet 1 ml sampel
- dimasukkan dalam labu ukur 1 L
- ditambahkan HNO_3 pekat 2 tetes
- ditambah akuades sampai tanda batas.
- diukur dengan SSA

Data

L.2.6 Penentuan Kadar Fenol Sisa Secara Spektrofotometer UV

L.2.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan fenol 364 ppm

- dipipet 30 mL
- diatur pHnya hingga pH 3 dengan larutan HCl 0,1 M
- dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan larutan HCl pH 3 hingga tanda batas
- diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV

Panjang gelombang maksimum

L.2.6.2 Pembuatan Kurva Baku

10 mL Larutan fenol pH 3 berbagai konsentrasi 2 ; 4 ; 6 ; 8 ; 10 ppm

- diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum untuk larutan fenol
- dibuat kurva baku dari absorbansi yang telah didapatkan
- dibuat kurva hubungan untuk konsentrasi Vs absorbansi

Data

L.2.6.3 Penentuan Kadar Fenol dengan Spektrofotometer UV

5 ml filtrat hasil oksidasi fenol

- ditambahkan akuades
- diatur pHnya hingga menjadi pH 3
- dituangkan dalam labu ukur 50 ml
- ditanda bataskan dengan larutan pH 3 sampai tanda batas
- diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV

Data

L.2.7 Efisiensi Oksidasi Fenol dengan Analisis COD (Chemical Oxygen Demand)

Sampel air

- dipipet sebanyak 25 mL dan dimasukkan dalam erlenmeyer
- ditambahkan 0,5 gram kristal HgSO_4
- ditambahkan 5 mL H_2SO_4 pekat dan didinginkan
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,25 N sebanyak 25 mL dialirkan lewat kondensor (kondensor dialirkan air dan ditambahkan dengan 32,5 mL H_2SO_4 pekat (lewat kondensor), diberi batu didih sebelum dipanaskan)
- larutan dipanaskan selama 2 jam
- didinginkan
- ditambah air sebanyak 25 mL dan dikocok
- ditambahkan indikator pheroin 1 mL
- dititrasi dengan larutan FAS
- dicatat pemakaiannya

Data

Larutan FAS (ferro ammonium sulfat)

0,25 M atau 98 gram ferro ammonium sulfat ditambah 20 mL H_2SO_4 pekat diencerkan dijadikan 1000 mL

Lampiran 3. Penentuan Kadar Cu^{2+} yang Terimpregnasi pada Zeolit dengan Menggunakan SSA

L.3.1. Pembuatan Kurva Baku Cu^{2+} dan Perhitungan Persamaan Regresi

Sederetan larutan standar Cu^{2+} dengan konsentrasi 0; 1; 2; 3; 4; 5 mg/L diukur absorbansinya dengan SSA. Selanjutnya dibuat kurva hubungan antara konsentrasi larutan sebagai sumbu X dan absorbansi larutan sebagai sumbu Y. Kurva baku ini digunakan untuk penentuan kadar Cu^{2+} yang terserap oleh zeolit

Tabel L.3.1. Perhitungan Regresi Kurva Baku Cu^{2+}

No	Konsentrasi Cu^{2+} (X)	Absorbansi (Y)	X^2	Y^2	XY
1	0	0	0	0	0
2	1	0,0621	1	0,00385641	0,0621
3	2	0,1219	4	0,01485961	0,2438
4	3	0,1836	9	0,03370896	0,5508
5	4	0,2406	16	0,05788836	0,9624
6	5	0,2956	25	0,08737936	1,478
			55	0,1976927	3,29

Berdasarkan data tabel diatas, nilai a dan R dari persamaan garis dihitung sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum XY}{\sum X^2}$$

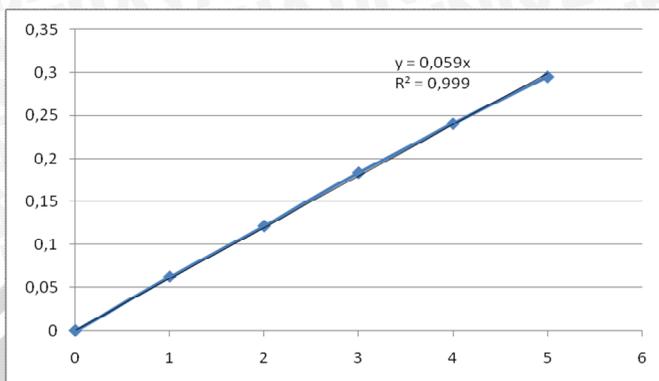
$$a = \frac{3}{55}$$

$$a = 0,059$$

$$R^2 = \frac{\sum XY}{\sqrt{\sum X^2 Y^2}}$$

$$R^2 = \frac{3,29}{\sqrt{(55)(0,1976927)}}$$

$$R^2 = 0,999$$



Gambar L.3.1 Grafik Kurva Baku Larutan Standar Cu^{2+}

Tabel L.3.2. Data Absorbansi dan Konsentrasi Filtrat Sisa Impregnasi pada Zeolit 2 gram yang Diukur dengan SSA

[Cu(II)] awal (M)	Absorbansi Awal (ppm)	Absorbansi Sampel (ppm)	Fp	[Cu(II)] awal (ppm)	[Cu(II)] sisa ppm
0,2	0,7450	0,4209	1000	12627	7133,9
	0,7432	0,4221	1000	12597	7154,2
	0,7442	0,4201	1000	12614	7120,3

[Cu(II)] awal (M)	Cu(II) Terikat ppm	Cu(II) Terikat mg	Cu(II) terikat mg/g Zeolit	Cu(II) terikat mek/g Zeolit	Total mek/g Zeolit	Rerata mek/g Zeolit
0,2	5493,1	823,97	274,66	8,65	25,87	8,62
	5442,8	816,42	272,14	8,57		
	5493,7	824,06	274,69	8,65		

Contoh perhitungan:

$$\begin{aligned}
 [\text{Cu(II)}] \text{ terikat (ppm)} &= [\text{Cu(II)}] \text{ awal} - [\text{Cu(II)}] \text{ sisa} \\
 &= 12627 - 7133,9 \\
 &= 5493,1 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Cu(II) terikat (mg)} &= [\text{Cu(II) terikat (mg/mL)}] \times \frac{150}{1000} \\ &= 5493,1 \times 0,15 = 823,97 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Cu(II) terikat (mg/g zeolit)} &= \frac{\text{Cu(II) terikat (mg)}}{2 \text{ zeolit}} \\ &= \frac{823,97 \text{ mg}}{3 \text{ g zeolit}} \\ &= 274,66 \text{ mg/g zeolit} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Cu(II) terikat mek/g zeolit} &= \frac{\text{Cu(II) terikat (mg / g zeolit)}}{(BA \text{ Cu} / 2)} \\ &= \frac{274,66}{63,5 / 2} \\ &= 8,65 \text{ mek/g zeolit} \end{aligned}$$

Dimana: n = jumlah pengulangan

Lampiran 4. Penentuan Persen Fenol Teroksidasi Variasi pH, Lama Pemanasan, dan Laju Awal Reaksi

Tabel L. 4.1 Persen Fenol Teroksidasi Variasi pH (250 mL fenol 364 ppm, 0,5g katalis CuO-zeolit, 90°C, 30 menit, laju alir O₂ 200mL/menit)

Variasi pH	Konsentrasi Fenol Sisa (ppm)				Konsentrasi Fenol Awal (ppm)	Δ Konsentrasi Fenol (ppm)	Persen Fenol Teroksidasi
	1	2	3	Rerata			
3	172,55	169,64	174,55	172,25	364,09	191,84	52,69
4	202,73	201,91	197,73	200,79	364,09	163,30	44,85
5	291,00	292,09	289,00	290,70	364,09	73,39	20,16
6	129,36	127,36	128,27	128,33	364,09	235,76	64,75
7	279,73	278,91	279,18	279,27	364,09	84,82	23,30

Tabel L.4.2 Persen Fenol Teroksidasi yang dihasilkan pada Oksidasi Fenol dengan Variasi Lama Pemanasan

Waktu	Konsentrasi Fenol Sisa (ppm)				Konsentrasi Fenol Awal (ppm)	Persen Fenol Teroksidasi
	1	2	3	Rerata		
30	94,909	95,364	96,727	95,667	364,091	73,72
60	84,545	84,818	84,091	84,485	95,667	76,79
90	81,000	81,455	80,727	81,061	84,485	77,74
120	75,364	74,636	74,455	74,818	81,061	79,45

Tabel L.4.3 Laju Awal Reaksi

Konsentrasi Awal Fenol (ppm)	Fenol Teroksidasi (ppm)	Waktu (menit)	Konsentrasi Fenol Teroksidasi (mmol/L)	Laju Awal Reaksi (mmol/L.menit)
364	283,03	120	3,0110	0,0251
480	279,42	120	2,9726	0,0248
579	330,00	120	3,5106	0,0293
693	555,70	120	5,9117	0,0493
749	301,51	120	3,2076	0,0267

Lampiran 5. Uji Statistik Oksidasi Fenol Pengaruh pH

Tabel L.5.1. Data Absorbansi Fenol Hasil Oksidasi Pengaruh pH

pH	Persen Fenol Teroksidasi			Total Persen Fenol Teroksidasi	Rerata Persen Fenol Teroksidasi
	1	2	3		
3	52,61	53,41	52,06	158,08	52,69
4	44,32	44,54	45,69	134,55	44,85
5	20,07	19,78	20,62	60,47	20,16
6	64,47	65,02	64,77	194,26	64,75
7	23,17	23,40	23,32	69,89	23,30
			Σ	617,25	205,75

Untuk melihat ada tidaknya pengaruh pH pada katalis CuO-zeolit terhadap kemampuan mendegradasi fenol, maka dilakukan uji statistik menggunakan uji F dengan langkah – langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor koreksi (FK)} &= \frac{(\text{Total ulangan})^2}{\text{jumlah seluruh observasi}} \\
 &= \frac{617,25^2}{15} \\
 &= 25399,84
 \end{aligned}$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. Jumlah Kuadrat Total (JKT)

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^p X_{ij}^2 - FK \\
 &= [(52,61)^2 + \dots + (23,32)^2] - 25399,84 \\
 &= 4393,14
 \end{aligned}$$

b. Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)

$$\begin{aligned} JKP &= \frac{\sum_{i=1}^n \left(\sum_{j=1}^p X_{ij} \right)^2}{3} - FK \\ &= \frac{(158,08^2 + \dots + 69,89^2)}{3} - 25399,84 \\ &= 4390,59 \end{aligned}$$

c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$\begin{aligned} (JKG) &= JK \text{ Total} - JK \text{ Perlakuan} \\ &= 4393,14 - 4390,59 \\ &= 2,55 \end{aligned}$$

3. Analisa Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$\begin{aligned} (KTP) &= \frac{JK \text{ Perlakuan}}{DB \text{ Perlakuan}} \\ &= \frac{4390,59}{4} \\ &= 1097,65 \end{aligned}$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$\begin{aligned} (KTG) &= \frac{JK \text{ Galat}}{DB \text{ Galat}} \\ &= \frac{2,55}{10} \\ &= 0,255 \end{aligned}$$

c. Menghitung nilai F

$$\begin{aligned} F_{\text{Hitung}} &= \frac{KTP \text{ Perlakuan}}{KTG \text{ Galat}} \\ &= \frac{1097,65}{0,255} \\ &= 4304,51 \end{aligned}$$

$F_{\text{Tabel}}(f_1, f_2) = (4, 10)$ pada taraf nyata 5 % = 3,48

Tabel L.5.2. Analisa Sidik Ragam Satu Arah Pengaruh pH

Sumber Keragaman	Db	JK	KT	F	F
				Hitung	Tabel
Perlakuan	4	4390,59	1097,65	4304,51	3,48
Galat	10	2,55	0,255		
Total	14	4393,14	1097,905		

$$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4 = P_5$$

$$H_1 = P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P_4 \neq P_5$$

F hitung > F tabel maka H_1 diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan pH sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$BNT_{(0,01)} = t_{(0,01/2,dbG)} \sqrt{\frac{2KTG}{n}} = 3,169 \times \sqrt{\frac{2 \times 0,255}{3}} = 1,3066$$

Tabel L.5.3 Selisih Rerata antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh pH

pH	Persen Fenol Teroksidasi	pH				
		3	4	5	6	7
		Persen Fenol Teroksidasi				
		52,69	44,85	20,16	64,75	23,30
3	52,69	0	7,84*	32,53*	12,06*	29,39*
4	44,85		0	24,69*	19,9*	21,55*
5	20,16			0	44,59*	3,14*
6	64,75				0	41,45*
7	23,30					0

(*) = berbeda nyata pada taraf 5%

Lampiran 6. Uji Statistik Oksidasi Fenol Pengaruh Konsentrasi

Tabel L.6.1 Data Absorbansi Fenol Hasil Oksidasi Pengaruh Konsentrasi

Konsentrasi (ppm)	Banyaknya Fenol yang Teroksidasi (ppm)			Total Fenol Teroksidasi (ppm)	Rerata Fenol Teroksidasi (ppm)	Persen Fenol Teroksidasi	Fenol yang Teroksidasi (mmol)
	1	2	3				
364	283,09	282,64	283,36	849,09	283,03	77	0,75
480	279,45	279,09	279,73	838,27	279,42	58	0,74
579	328,82	330,18	331,00	990,00	330,00	56	0,88
693	555,27	556,18	555,64	1667,09	555,70	80	1,48
749	301,36	302,73	300,45	904,54	301,51	40	0,80
			Σ	5248,99	1749,66		

Untuk melihat ada tidaknya pengaruh konsentrasi awal fenol pada katalis Cu(II)-zeolit terhadap kemampuan mendegradasi fenol, maka dilakukan uji statistik menggunakan uji F dengan langkah – langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor koreksi (FK)} &= \frac{(\text{Total ulangan})^2}{\text{jumlah seluruh observasi}} \\
 &= \frac{5248,99^2}{15} \\
 &= 1836793,07
 \end{aligned}$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. Jumlah Kuadrat Total (JKT)

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^p X_{ij}^2 - FK \\
 &= [(283,09)^2 + \dots + (300,45)^2] - 1836793,07 \\
 &= 163596,93
 \end{aligned}$$

b. Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)

$$\begin{aligned} JKP &= \frac{\sum_{i=1}^n \left(\sum_{j=1}^p X_{ij} \right)^2}{3} - FK \\ &= \frac{(849,09^2 + \dots + 904,54^2)}{3} - 1836793,07 \\ &= 163590,60 \end{aligned}$$

c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$\begin{aligned} (JKG) &= JK \text{ Total} - JK \text{ Perlakuan} \\ &= 163596,93 - 163590,60 \\ &= 6,33 \end{aligned}$$

3. Analisa Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$\begin{aligned} (KTP) &= \frac{JK \text{ Perlakuan}}{DB \text{ Perlakuan}} \\ &= \frac{163590,60}{4} \\ &= 40897,65 \end{aligned}$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$\begin{aligned} (KTG) &= \frac{JK \text{ Galat}}{DB \text{ Galat}} \\ &= \frac{6,33}{10} \\ &= 0,633 \end{aligned}$$

c. Menghitung nilai F

$$\begin{aligned} F_{\text{Hitung}} &= \frac{KTP \text{ perlakuan}}{KTG \text{ galat}} \\ &= \frac{40897,65}{0,633} \\ &= 64609,24 \end{aligned}$$

$$F_{\text{Tabel}}(f_1, f_2) = (4, 10) \text{ pada taraf nyata } 5\% = 3,48$$

Tabel L.6.2. Analisa Sidik Ragam Satu Arah Pengaruh Konsentrasi

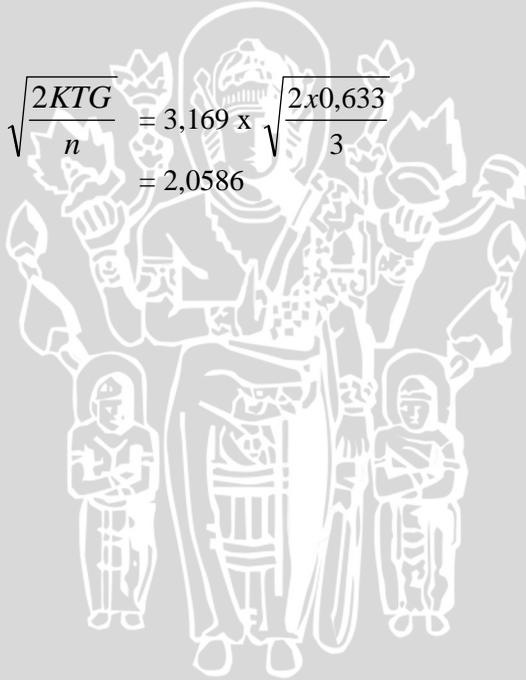
Sumber Keragaman	Db	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	4	163590,60	40897,65	64609,24	3,48
Galat	10	6,33	0,633		
Total	14	163596,93	40898,28		

$$H_0 = P1 = P2 = P3 = P4 = P5$$

$$H_1 = P1 \neq P2 \neq P3 \neq P4 \neq P5$$

F hitung > F tabel maka H_1 diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan konsentrasi sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

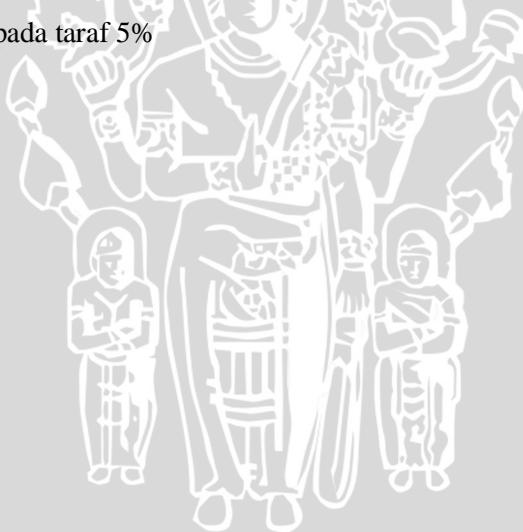
$$\begin{aligned} \text{BNT}_{(0,01)} = t_{(0,01/2, \text{dbG})} \sqrt{\frac{2KTG}{n}} &= 3,169 \times \sqrt{\frac{2 \times 0,633}{3}} \\ &= 2,0586 \end{aligned}$$



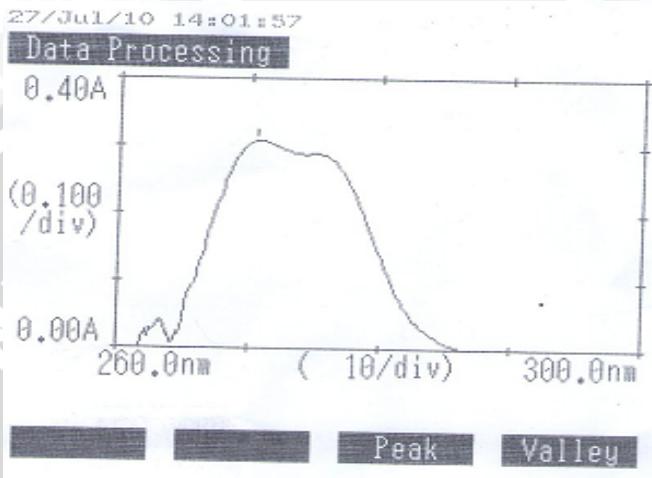
Tabel L.6.3. Selisih Rerata antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh Konsentrasi

Konsentrasi Awal Fenol(ppm)	Fenol Teroksidasi	Konsentrasi Awal Fenol (ppm)				
		364	480	579	693	749
		Fenol Teroksidasi				
		283,03	279,42	330,00	555,70	301,51
364	283,03	0	3,61*	46,97*	272,76*	18,48*
480	279,42		0	50,58*	276,28*	22,09*
579	330,00			0	225,7*	28,49*
693	555,70				0	254,19*
749	301,51					0

(*) = berbeda nyata pada taraf 5%



Lampiran 7. Penentuan Kadar Fenol yang Teroksidasi oleh Katalis CuO-Zeolit dengan Menggunakan Spektrofotometer UV
L.7.1. Penentuan Panjang Gelombang (λ) Maksimum Larutan Fenol



Gambar L.7.1 Spektrum Panjang Gelombang Maksimum Fenol yang Digunakan untuk Pengukuran Absorbansi Larutan Fenol yaitu 270,5 nm

L.7.2. Pembuatan Kurva Baku dan Perhitungan Persamaan Regresi dan Koefisien Korelasi Kurva Baku fenol

Tabel L.7.2. Data Absorbansi vs Konsentrasi Larutan Fenol

[fenol] Ppm	A ₁	A ₂	A ₃	A Rerata
0	0	0	0	0
8	0,1047	0,1047	0,1047	0,1047
10	0,1244	0,1244	0,1244	0,1244
15	0,1775	0,1774	0,1776	0,1775
20	0,2432	0,2432	0,2432	0,2432
25	0,2975	0,2976	0,2974	0,2975
30	0,3455	0,3455	0,3455	0,3455

Tabel L.7.3. Perhitungan Regresi Kurva Baku Fenol

No	[fenol] ppm	Absorbansi (Y)	X ²	Y ²	XY
1	0	0	0	0	0
2	8	0,1047	64	0,010962	0,8376
3	10	0,1244	100	0,015475	1,2440
4	15	0,1775	225	0,031506	2,6625
5	20	0,2432	400	0,059146	4,8640
6	25	0,2975	625	0,088506	7,4375
7	30	0,3455	900	0,11937	10,365
			2314	0,324966	27,4106

Berdasarkan data tabel diatas, nilai a dan R dari persamaan garis dihitung sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum XY}{\sum X^2}$$

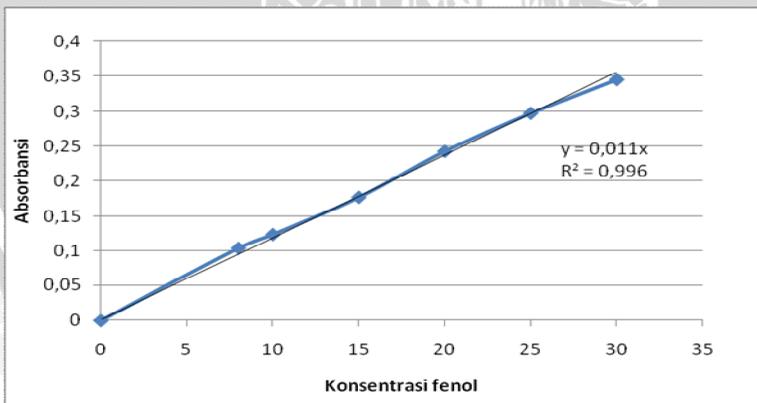
$$a = \frac{27,4106}{2314}$$

$$a = 0,011$$

$$R^2 = \frac{\sum XY}{\sqrt{\sum X^2 \sum Y^2}}$$

$$R^2 = \frac{27,4106}{\sqrt{(2314)(0,324966)}}$$

$$R^2 = 0,997$$



Gambar L.7.2 Grafik Kurva Baku Larutan Standart Fenol

Lampiran 8. Perhitungan Efisiensi Oksidasi Fenol dengan Analisis COD

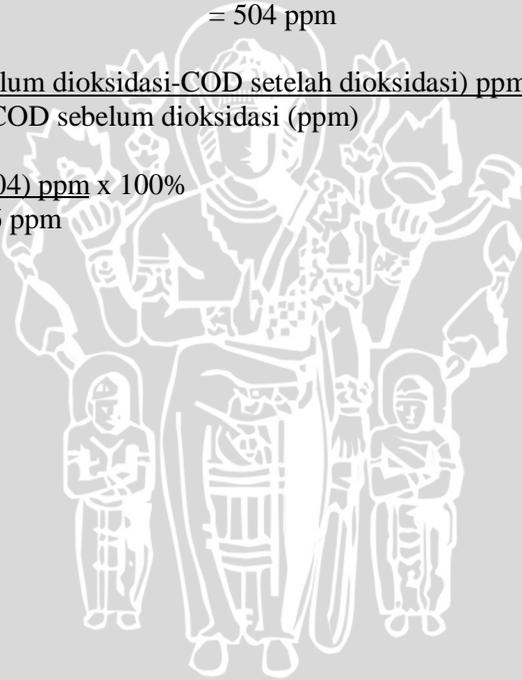
$$\text{ppm COD} = (\text{Blanko} - \text{Sampel}) \text{ mL} \times N \times \frac{8000}{V}$$

$$\begin{aligned} \text{ppm COD sebelum dioksidasi} &= (25,3 - 9,6) \text{ mL} \times 0,25 \text{ M} \times \frac{8000}{25 \text{ mL}} \\ &= 1256 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ppm COD setelah dioksidasi} &= (25,3 - 19) \text{ mL} \times 0,25 \text{ M} \times \frac{8000}{25 \text{ mL}} \\ &= 504 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\% \text{COD} = \frac{(\text{COD sebelum dioksidasi} - \text{COD setelah dioksidasi}) \text{ ppm}}{\text{COD sebelum dioksidasi (ppm)}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} &= \frac{(1256 - 504) \text{ ppm}}{1256 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 60\% \end{aligned}$$



Lampiran 9. Gambar Rangkaian Alat Oksidasi Fenol



1

2

4

5

6

3

7

8

Keterangan:

- 1 = Penampung Hasil Oksidasi
- 2 = Kondensor
- 3 = Mantel Pemanas
- 4 = Labu Alas Bulat berisi Fenol dan Katalis
- 5 = Termometer
- 6 = Selang Gas Oksigen
- 7 = *Flowmeter*
- 8 = Tabung Gas Oksigen

Lampiran 10. Gambar Sampel pada Analisa Kadar Fenol dengan Metode COD



Blanko



Fenol setelah dioksidasi



Fenol sebelum dioksidasi