

**PENGARUH pH, LAMA OKSIDASI, DAN KONSENTRASI FENOL
MENGUNAKAN KATALIS CoO-ZEOLIT PADA OKSIDASI
FENOL**

SKRIPSI

oleh :

**HAFID MUFARIDONA
0610923030-92**



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

**PENGARUH pH, LAMA OKSIDASI, DAN KONSENTRASI FENOL
MENGUNAKAN KATALIS CoO-ZEOLIT PADA OKSIDASI
FENOL**

SKRIPSI

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

oleh :

**HAFID MUFARIDONA
0610923030-92**



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH pH, LAMA OKSIDASI, DAN KONSENTRASI FENOL
MENGUNAKAN KATALIS CoO-ZEOLIT PADA OKSIDASI
FENOL**

oleh :

**HAFID MUFARIDONA
0610923030-92**

**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 1990203 2 001**

**Darjito, S.Si., M.Si.
NIP. 19700708 199503 1 001**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Hafid Mufaridona
NIM : 0610923030
Jurusan : Kimia

Penulis tugas akhir berjudul :

**PENGARUH pH, LAMA OKSIDASI, DAN KONSENTRASI FENOL
MENGUNAKAN KATALIS CoO-ZEOLIT PADA OKSIDASI
FENOL**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir 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 tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 2011

Yang menyatakan,

Hafid Mufaridona
NIM. 0610923030-92

PENGARUH pH, LAMA OKSIDASI, DAN KONSENTRASI FENOL MENGUNAKAN KATALIS CoO-ZEOLIT PADA OKSIDASI FENOL

ABSTRAK

Fenol merupakan limbah organik yang sangat berbahaya bagi makhluk hidup, sehingga perlu didegradasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH, lama oksidasi, dan konsentrasi fenol menggunakan katalisis CoO-zeolit pada oksidasi fenol, dan mengetahui kondisi optimum teroksidasi dengan variasi pH larutan fenol, lama oksidasi fenol dan konsentrasi larutan fenol. Oksidasi fenol dilakukan pada pH (2, 3, 4, 5, 6, 7), lama oksidasi fenol (30, 50, 70, 90, 110, 130, 150) menit, dan konsentrasi fenol (321, 423, 526, 631, 722) ppm. Preparasi katalis dilakukan dengan merendam 2 g zeolit hasil aktivasi HCL dengan mengimpregnasikan 25 mL larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 0,1M, dengan kecepatan kocok 100 rpm dan temperatur kalsinasi 500 °C. Kadar Co^{2+} dalam zeolit diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Oksidasi larutan fenol dilakukan pada kondisi 0,2 g CoO-zeolit, 250 mL larutan fenol, campuran tersebut dipanaskan hingga 70°C dan dialiri gas O_2 dengan kecepatan alir 200 mL/menit. Hasil penelitian oksidasi fenol menunjukkan bahwa kondisi optimum dicapai pada pH 3, lama oksidasi 110 menit, konsentrasi fenol 600 ppm. Persen fenol teroksidasi yang diperoleh sebesar 73,35% dan persen penurunan COD sebesar 58%.

THE INFLUENCES OF pH, OXIDATION TIME, AND PHENOL CONCENTRATION USING CoO-ZEOLITE CATALYST TO PHENOL OXIDATION

ABSTRACT

Phenol is organic waste which is dangerous to living organism, there for that need degradation. The aims of the research were to determine the influence pH of phenol, phenol oxidation time, and concentration of phenol using CoO-zeolite catalysis in the oxidation of phenol, and to find out the optimum condition of phenol including pH, phenol concentration, and reaction time. Phenol oxidation was carried out at various pH (2, 3, 4, 5, 6, 7), reaction time (30, 50, 70, 90, 110, 130) minutes, and concentration of phenol (321, 423, 526, 631, and 722) ppm. Preparation of the catalyst was done by dipping 2 g acid activated zeolite in 25 mL of 0,1 M $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ solution at shaking rate 100 rpm and temperature of calcination 500°C . The content of Co^{2+} in zeolite was determined by atomic absorption spectrophotometer (AAS). Phenol oxidation was carried out using 0.2 g CoO-zeolite, 250 mL of phenol solution, the mixture was heated until 70°C and oxygen was flowed in the rate of 200 mL/min. The results showed that the optimum condition of penol oxidation occurred at pH 3, duration of oxidation 110 minutes, and concentration of phenol solution 600 ppm yielding in percentage of phenol oxidation 73.35% and COD reduction 58%.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, berkah dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **Pengaruh pH, Lama Oksidasi, Dan Konsentrasi Fenol Menggunakan Katalis CoO-Zeolit Pada Oksidasi Fenol**

Penulisan skripsi ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si. selaku Dosen Pembimbing I dan Darjito S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing II, atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dra. Anna Roosdiana, M. App.Sc., Dr. Ani Mulyasuryani, MS., Dr. Diah Mardiana, MS., Moh. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji.
3. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.
4. Ir. Bambang Poerwadi, M.Si. selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
5. Seluruh staf Laboran Kimia yang telah membantu keperluan penulis untuk menyelesaikan skripsi.
6. Bapak, Ibu, dan saudara - saudaraku yang tercinta yang selalu membantu baik moril maupun materiil.
7. Rekan-rekan kimia 2006 serta rekan-rekan yang lain atas segala bantuan, dukungan dan doa-nya.
8. Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan karena keterbatasan pengetahuan dan pengalaman yang dimiliki. Oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan di masa mendatang. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan semua pihak yang membutuhkan.

Malang, 25 Juli 2011

Penulis



DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Batasan Masalah	3
1.4. Tujuan Penelitian	3
1.5. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Zeolit	4
2.2. Proses Oksidasi Fenol	5
2.3. Katalis	8
2.4. Kobal	10
2.5. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	10
2.6. Spektrofotometri UV-Vis	13
2.7. COD (Chemical Oxygen Demands)	14
2.8. Hipotesis	14
BAB III METODE PENELITIAN	15
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	15
3.2. Bahan dan Alat Penelitian	15
3.2.1. Bahan Penelitian	15
3.2.2. Alat Penelitian	15
3.3. Cara Kerja Penelitian	15
3.3.1. Preparasi Zeolit Alam Turen.....	15
3.3.2. Preparasi Zeolit dengan Aktivasi Asam.....	16
3.3.3. Impregnasi Zeolit dengan Co(II)	16

3.3.4.	Optimasi Oksidasi Fenol dengan Katalis Zeolit	
	CoO.....	16
3.3.4.1.	Optimasi pH Awal Fenol	16
3.3.4.2.	Optimasi Lama Reaksi	17
3.3.4.3.	Optimasi Konsentrasi Fenol	17
3.3.5.	Penentuan Kadar Co(II) dengan Metode	
	Spektrofotometri Serapan Atom	18
3.3.5.1.	Pembuatan Kurva Standar	18
3.3.5.2.	Pengukuran Kadar Co(II)	18
3.3.6.	Penentuan Kadar Fenol Sisa Secara	
	Spektrofotometri UV-Vis	18
3.3.6.1.	Penentuan Panjang Gelombang	
	Maksimum	18
3.3.6.2.	Pembuatan Kurva Baku.....	19
3.3.6.3.	Penentuan Kadar Fenol dengan	
	Spektrofotometri UV-Vis.....	19
3.3.7.	Penentuan Angka COD.....	19
3.4.	Pengolahan Data	20
3.4.1.	Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan	
	Koefisien Korelasi	20
3.4.2.	Penentuan Jumlah Ion Kobal(II) yang	
	Teradsorbsi oleh Zeolit	20
3.4.3.	Perhitungan Kapasitas Adsorpsi Zeolit	20
3.4.4.	Penentuan Persen Fenol Teroksidasi	21
3.4.5.	Penentuan Angka COD	21
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	22
4.1.	Pengaruh pH Larutan Fenol Terhadap Aktivitas Katalitik	
	CoO-Zeolit	22
4.2.	Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Aktivitas Katalitik	
	CoO-Zeolit	24
4.3.	Pengaruh Konsentrasi Fenol Terhadap Daya Katalitik	
	CoO-Zeolit pada Oksidasi Fenol.....	25
4.4.	Analisa COD pada Fenol Hasil Oksidasi	26
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	27
5.1.	Kesimpulan.....	27
5.2.	Saran	27
DAFTAR PUSTAKA		28

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1.	Batuan Zeolit	4
Gambar 2.2.	Kerangka Utama Zeolit	5
Gambar 2.3.	Struktur Fenol (C_6H_5OH)	6
Gambar 2.4.	Pengaruh pH terhadap kereaktifan fenol	6
Gambar 2.5.	Skema Alat Oksidasi Fenol	8
Gambar 2.6.	Grafik Pengaruh Katalis Terhadap Energi	8
Gambar 2.7.	Diagram SSA.....	11
Gambar 2.8.	Kurva Linier antara Serapan dengan Konsentrasi	12
Gambar 2.9.	Diagram Blok Spektrofotometri UV-Vis	13
Gambar 4.1.	Pengaruh pH Larutan Fenol Terhadap Oksidasi Fenol Menggunakan Katalis CoO -zeolit.....	23
Gambar 4.2.	Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Terhadap Oksidasi Fenol Menggunakan Katalis CoO -zeolit	24
Gambar 4.3.	Pengaruh Konsentrasi Fenol Terhadap Terhadap Laju Reaksi Menggunakan Katalis CoO -zeolit.....	25
Gambar L.7.1.	Spektrum Panjang Gelombang Maksimum Fenol.....	55
Gambar L.7.2.	Grafik Kurva Baku Larutan Standar Fenol	56
Gambar L.4.5.	Grafik Reaksi Orde 1.....	60
Gambar L.4.6.	Grafik Pengaruh pH Terhadap Persen Teroksidasi dan Berat $BaCO_3$	61
Gambar L.4.7.	Grafik Pengaruh Konsentrasi Terhadap Persen Teroksidasi dan Berat $BaCO_3$	62

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel L.3.2. Data Konsentrasi Filtrat sisa Impregnasi pada Zeolit 2 gram yang Diukur dengan SSA.....	41
Tabel L.4.1. Persen Fenol Teroksidasi Variasi pH	43
Tabel L.4.2. Persen Fenol Teroksidasi Variasi Lama Pemanasan	44
Tabel L.4.3. Laju Awal Fenol Teroksidasi Variasi Konsentrasi.....	45
Tabel L.4.4. Berat BaCO ₃ pada Variasi pH dan Konsentrasi	46
Tabel L.5.1. Data Absorbansi Fenol Hasil Oksidasi Pengaruh pH...	47
Tabel L.5.2. Analisa Sidik Ragam Satu Arah Pengaruh pH.....	49
Tabel L.5.3. Selisih Rerata antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh pH.....	49
Tabel L.6.1. Data Absorbansi Fenol Hasil Oksidasi Pengaruh Konsentrasi.....	50
Tabel L.6.2. Analisa Sidik Ragam Satu Arah Pengaruh Konsentrasi.....	52
Tabel L.6.3. Selisih Rerata antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh Konsentrasi.....	53
Tabel L.6.4. Selisih Rerata antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh Lama Oksidasi Fenol.....	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.....	32
Lampiran 2.	Skema Kerja Penelitian	33
Lampiran 3.	Penentuan Kadar Co(II) Terimpregnasi pada Zeolit	40
Lampiran 4.	Penentuan Persen Fenol Teroksidasi dan Berat BaCO ₃	43
Lampiran 5.	Uji Statistik Oksidasi Fenol Pengaruh pH	47
Lampiran 6.	Uji Statistik Oksidasi Fenol Pengaruh Konsentrasi.....	50
Lampiran 7.	Penentuan Kadar Fenol Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis	55
Lampiran 8.	Mekanisme Oksidasi Fenol.....	57
Lampiran 9.	Penentuan Angka COD (Chemical Oxygen Demand) .	59
Lampiran 10.	Penentuan Laju Reaksi.....	60
Lampiran 11.	Grafik Pengaruh pH dan Konsentrasi Terhadap Persen Teroksidasi dan Berat BaCO ₃	61
Lampiran 12.	Gambar Rangkaian Alat Oksidasi Fenol	63

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Fenol merupakan limbah perairan yang keberadaannya di lingkungan diharapkan nihil dengan batas maksimum yang diperbolehkan adalah 0,5–1,0 mg/L sedangkan untuk air minum yang diperbolehkan sebesar 0,01 mg/L berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia nomor 907/MENKES/SK/VII/2002 tentang Syarat-syarat dan Pengawasan Kualitas Air (Slamet, *et al.*, 2006). Sementara itu konsentrasi fenol yang dihasilkan dari limbah industri umumnya sangat tinggi yakni antara 280 - 6700 ppm (Evan *et al.*, 1975). Oleh karena itu, diperlukan suatu metode yang efektif dan efisien untuk mengurangi konsentrasi fenol dalam limbah.

Beberapa metode yang banyak digunakan untuk mengatasi limbah fenol antara lain adsorpsi, penanggulangan secara biologi, maupun oksidasi kimia. Akhir-akhir ini banyak dikembangkan metode pendegradasian fenol melalui proses oksidasi kimia. Umumnya proses oksidasi kimia terhadap fenol memerlukan bantuan suatu katalis. Katalis yang digunakan adalah katalis logam bebas. Akan tetapi penggunaan logam bebas dapat menyebabkan katalis mudah mengalami penggumpalan karena adanya pemanasan sehingga luas permukaan efektif logam menjadi menurun. Untuk menghindarkan terjadinya proses penggumpalan maka katalis perlu diimbangkan pada suatu matriks pengemban (Agustine, 1996).

Zeolit umumnya banyak digunakan sebagai pengemban karena memiliki stabilitas termal yang tinggi, memiliki rongga yang memungkinkan terjadinya adsorpsi, mempunyai kemampuan untuk mengikat logam sebagai katalis, dan mempunyai luas permukaan yang besar. Pada penelitian ini zeolit yang digunakan sebagai pengemban adalah zeolit alam Turen Malang. Hal ini dikarenakan zeolit alam Turen kaya akan silika sehingga mempunyai stabilitas termal yang tinggi, bermuatan negatif sehingga memudahkan proses impregnasi (Estiaty, *et al.*, 2003).

Degradasi fenol diperlukan suatu katalis untuk mengoksidasi fenol, sehingga proses oksidasi menjadi lebih cepat. Logam yang banyak digunakan untuk mendegradasi fenol adalah logam transisi. Aktivitas logam transisi bentuk oksidanya dalam mengkatalisis fenol

pada proses oksidasi berdasarkan urutan sebagai berikut : $\text{CoO} > \text{NiO} > \text{ZnO}$ (Yurii, *et al.*, 1998).

Fenol merupakan senyawa organik yang dapat dianalisis menggunakan metode COD (*Chemical Oxygen Demand*). COD atau kebutuhan oksigen kimiawi yang dibutuhkan untuk mengoksidasi total zat-zat organik yang terdapat dalam 1 liter sampel air. Semakin besar angka COD dalam suatu lingkungan perairan maka tingkat kematian semakin tinggi karena semakin sulit bagi mahluk air untuk mendapatkan oksigen (Yeliza, 2010).

Suatu proses oksidasi fenol sangat dipengaruhi beberapa faktor yaitu pH fenol, konsentrasi katalis, lama oksidasi fenol, konsentrasi substrat, dan temperatur. Menurut Ukrainczyk (1992), oksidasi fenol juga dipengaruhi oleh pH larutan fenol itu sendiri, pH juga mempengaruhi reaktivitas fenol dan reaktivitas katalisnya. Sedangkan pada penelitian yang pernah dilakukan (Santos, *et al.*, 2005) menggunakan variasi pH larutan fenol yaitu pH 3,5; 6; dan 8 dengan menambahkan katalis tembaga (gas O_2 , tekanan 16 bar, dan pada temperatur 140°C). Semakin lama proses oksidasi berlangsung maka akan semakin banyak senyawa yang dapat teroksidasi. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu kontak antara senyawa yang dioksidasi menyebabkan interaksi antara senyawa dengan oksidator semakin kuat (Syukri, 1999). Berdasarkan penelitian yang dilakukan (Massa, *et al.*, 2004) oksidasi fenol menggunakan $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari lama pemanasan 10 menit hingga 100 menit. Begitu juga konsentrasi awal fenol juga mempengaruhi laju reaksi. Pada penelitian Sulaiman (2011) menggunakan variasi konsentrasi larutan fenol yaitu 200, 300, 400, 500 dan 600 ppm menunjukkan oksidasi fenol juga dipengaruhi konsentrasi awal larutan fenol. Selain itu, konsentrasi reaktan yang semakin besar maka kerapatannya bertambah dan memperbanyak kemungkinan terjadinya tumbukan sehingga akan mempercepat reaksi (Syukri, 1999).

Berdasarkan uraian di atas, untuk meningkatkan jumlah fenol yang teroksidasi maka perlu dilakukan optimasi oksidasi larutan fenol menggunakan katalis CoO -zeolit yang meliputi variasi pH fenol saat oksidasi, lama oksidasi, dan konsentrasi fenol yang dioksidasi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dikemukakan di atas, dapat ditarik rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh dan kondisi optimum oksidasi fenol menggunakan katalis CoO-Zeolit pada variasi pH larutan fenol, lama oksidasi fenol dan konsentrasi larutan fenol?
2. Berapa persen penurunan COD pada fenol teroksidasi?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan rumusan masalah di atas maka batasan masalah penelitian ini adalah:

1. Zeolit yang digunakan merupakan zeolit alam daerah Turen Malang.
2. Impregnasi Co(II) pada zeolit dilakukan selama 3 jam pada konsentrasi Co(II) sebesar 0,1 M

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh dan kondisi optimum pH larutan fenol, lama oksidasi fenol dan konsentrasi larutan fenol terhadap oksidasi fenol menggunakan katalis CoO-zeolit.
2. Mengetahui persen penurunan kadar COD fenol teroksidasi.

1.5. Manfaat Penelitian

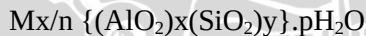
Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang kemampuan katalis CoO-zeolit sebagai katalis untuk mengoksidasi limbah fenol dan mengetahui penurunan COD fenol hasil oksidasi.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

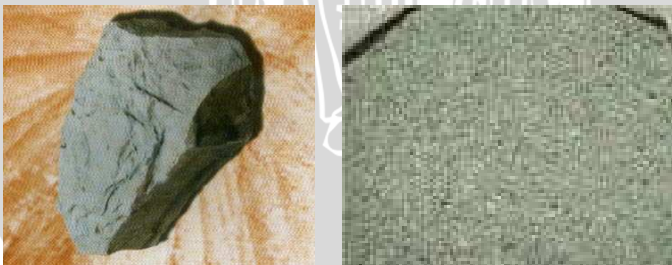
2.1 Zeolit

Kata zeolit berasal dari kata Yunani *zein* yang berarti membus dan *lithos* yang berarti batu. Zeolit merupakan mineral hasil tambang yang bersifat lunak dan mudah kering. Warna dari zeolit adalah putih keabu-abuan, putih kehijau-hijauan, atau putih kekuning-kuningan. Ukuran kristal zeolit kebanyakan tidak lebih dari 10–15 mikron (Mursi Sutarti, 1994)

Zeolit berupa kristal silika alumina yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka aluminosilikat dan air. Zeolit didasarkan atas kemampuannya dapat digunakan sebagai pertukaran ion (*ion exchanger*), adsorpsi (*adsorption*), dan katalisator (*katalist*). Air yang terkandung dalam pori zeolit dapat dilepas dengan pemanasan pada temperatur 300°C sampai dengan 400°C. Dengan pemanasan pada temperatur tersebut air dapat keluar, sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan (Arifin dan Supriatna, 2007). Jumlah air yang terkandung dalam zeolit sesuai dengan banyaknya pori atau volume pori. Untuk menggambarkan hubungan antara komposisi dan struktur zeolit, Eva (2007) menuliskan rumus umum zeolit sebagai berikut:

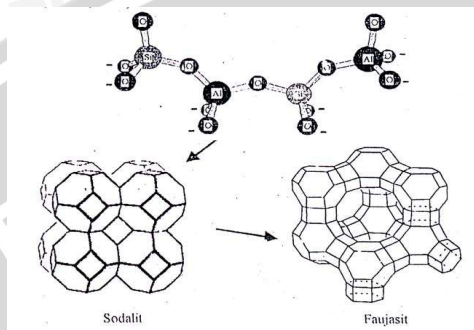


Zeolit yang terdapat di alam khususnya daerah Turen Malang adalah seperti pada gambar 2.1



Gambar 2.1 Batuan Zeolit

Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral $[\text{AlO}_4]$ dan $[\text{SiO}_4]$ yang saling berhubungan melalui atom O seperti gambar 2.2 (Barrer, 1987).



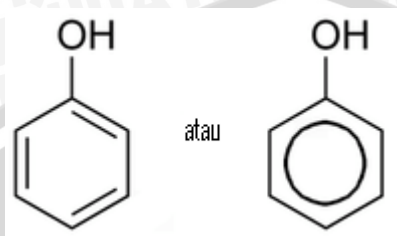
Gambar 2.2 Kerangka Utama Zeolit

Zeolit alam sebagai adsorben harus diaktifkan terlebih dahulu agar jumlah pori-pori yang terbuka lebih banyak dan lebih bersifat asam. Zeolit yang cocok untuk adsorben yaitu apabila diaktifkan akan memberikan rasio Si/Al yang tinggi (10-100). Zeolit dengan rasio Si/Al tinggi bersifat hidrofob dan dapat menyerap molekul-molekul organik. Hanya molekul-molekul yang mempunyai ukuran penampang lintang kritis yang lebih kecil atau sama dengan ukuran rongga zeolitlah yang dapat diadsorpsi dengan zeolit. Agar kapasitas adsorpsi zeolit tidak mengalami penurunan, molekul molekul air harus dikeluarkan dari dalam rongga zeolit, yaitu dengan cara pemanasan hingga temperatur 150°C . Selain itu zeolit biasanya juga digunakan sebagai pengemban katalis, hal ini dikarenakan zeolit mempunyai pori dan daya absorpsi terhadap logam (Kasmadi, 2002).

2.2 Proses Oksidasi Fenol

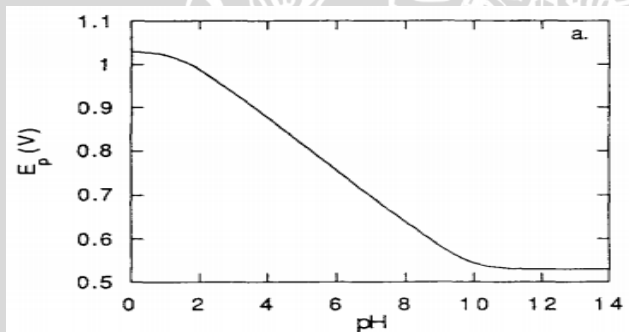
Fenol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) merupakan padatan kristal yang tidak berwarna, memiliki berat jenis $1,07 \text{ g/mL}$, titik lebur $42,5 - 43^{\circ}\text{C}$, titik didih 182°C , titik nyala 774°C . Fenol dapat larut dalam alkohol, air, eter, kloroform dan alkali. Pada konsentrasi yang tinggi fenol jika terkena kulit menyebabkan kulit akan terbakar dan sangat beracun. Fenol merupakan asam yang jauh lebih kuat daripada alkohol karena anion yang dihasilkan distabilkan oleh resonansi, dengan muatan negatifnya

disebar oleh cincin aromatik. pKa fenol adalah 10 (Fessenden dan Fessenden, 1982).



Gambar 2.3 Struktur Fenol (C_6H_5OH)

Fenol bersifat asam yang lebih lemah daripada asam karboksilat dan asam yang lebih kuat daripada alkohol. Ketika fenol bereaksi dengan suatu basa, fenol akan diubah menjadi anion fenoksida, sehingga fenol akan terlarut dalam larutan basa (sebagai garam fenoksida). Larutan natrium hidroksida dan natrium karbonat merupakan basa yang cukup kuat untuk dapat melarutkan hampir semua fenol yang tak larut dalam air, tetapi larutan natrium bikarbonat tidak dapat melarutkan fenol (Asyharstf, 2010).



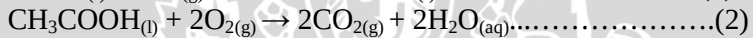
Gambar 2.4 Pengaruh pH Terhadap Kereaktifan Fenol

Menurut Ukrainczyk (1992) Semakin tinggi pHnya maka fenol semakin reaktif hal ini ditunjukkan pada Gambar 2.4 bahwa fenol mengalami penurunan dari pH 1 hingga pH 10 sehingga fenol semakin mudah untuk dioksidasi. Sedangkan berdasarkan penelitian Santos, *et al*, (2005) fenol juga dipengaruhi oleh pH bahwa oksidasi tertinggi yang diperoleh yaitu pH 3,5 dengan variasi pH yaitu 3,5; 6; dan 8.

Fenol juga dipengaruhi lama pemanasan oksidasi, oksidasi fenol menggunakan $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari lama pemanasan 10 menit hingga 100 menit dengan waktu optimum yaitu 90 menit diperoleh persen teroksidasi sebesar 90% (Massa, *et al.*, 2004).

Selain itu oksidasi fenol juga dipengaruhi konsentrasi substrat hal ini dilakukan berdasarkan penelitian (Sulaiman, 2011) oksidasi fenol optimum didapatkan pada konsentrasi 200 ppm pada variasi konsentrasi larutan fenol 200, 300, 400, 500 dan 600. Hal ini membuktikan bahwa konsentrasi fenol yang dioksidasi berpengaruh pada besar fenol yang teroksidasi.

Oksidasi fenol di dalam air diidentifikasi sebagai dibenzofuran, 2-dibenzofuranol. Oksidasi fenol juga membentuk intermediet seperti asam asetat, asam propinoat. yang dioksidasi lebih lanjut untuk CO_2 dan air. Tahapan reaksi dapat digambarkan sebagai berikut (Yermakova, *et al.*, 2005) :



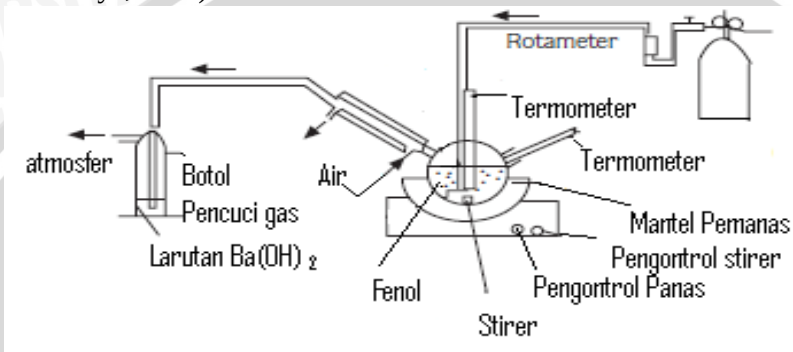
reaksi yang terjadi secara langsung dalam oksidasi fenol menjadi CO_2 adalah:



Reaksi ini relatif cepat pada temperatur dari 650-750 K, sedangkan reaksi (2) terlihat hanya pada $T \geq 800$ K. karena itu, reaksi (2) adalah langkah membatasi proses. Reaksi (3) jauh lebih lambat dibandingkan kedua reaksi (1) dan reaksi (2) hanya membuat kontribusi yang kecil terhadap total transformasi fenol (Yermakova *et al.*, 2005).

Menurut Wu (2001) kinerja katalis terhadap oksidasi fenol dengan menggunakan larutan fenol 1300 ppm pada 150°C dan 200°C . 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.

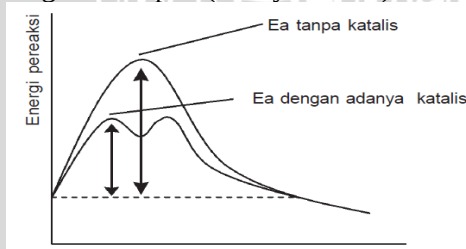
Prinsip kerja alat oksidasi fenol ini dengan mengalirkan gas O_2 tepat pada temperatur $70^\circ C$ ke labu alas bulat leher 3 melalui pipa lunak (selang) yang dilengkapi dengan katup manual, termometer, stirer, adapter dan dipanaskan pada suhu tertentu yang nantinya sebagai proses oksidasi fenol seperti yang disajikan pada gambar 2.5 (Murat Harmankaya, 1995).



Gambar 2.5 Skema Alat Oksidasi Fenol

2.3 Katalis

Katalis merupakan suatu bahan kimia yang dapat 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. Fungsi katalis adalah memperbesar kecepatan reaksinya (mempercepat reaksi) dengan jalan memperkecil energi aktivasi suatu reaksi dan dibentuknya tahap-tahap reaksi yang baru. Dengan menurunnya energi aktivasi maka pada suhu yang sama reaksi dapat berlangsung lebih cepat (Hidayat, 2008).



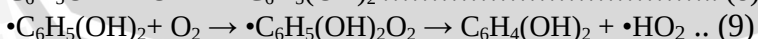
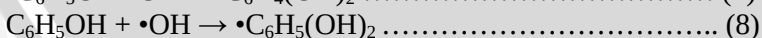
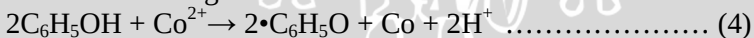
Gambar 2.6 Grafik pengaruh katalis terhadap energi aktivasi

Berdasarkan fasanya, material katalis dapat digolongkan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen ialah katalis yang mempunyai fasa sama dengan fasa campuran reaksinya, sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang berbeda fasa dengan campuran reaksinya (Kalangit, 1995).

Katalis heterogen merupakan material yang sangat dibutuhkan oleh industri karena di samping fungsi utamanya untuk meningkatkan laju reaksi, katalis jenis ini memiliki berbagai keunggulan dibanding dengan katalis homogen, antara lain efisiensinya yang tinggi, kemudahan untuk digunakan dalam berbagai media, kemudahan pemisahan katalis dari campuran reaksi, dan penggunaan ulang katalis. Sebagian besar katalis heterogen dalam bentuk oksida logam transisi. Satu hal yang menentukan sifat kimia dan fisika logam transisi adalah tidak penuhnya elektron pada orbital d. Logam ini menggunakan kekosongan orbital d untuk membentuk ikatan kompleks logam-ligan. Logam transisi mempunyai beberapa tingkat oksidasi. Pada orbital d elektron mudah ditambahkan dan dilepaskan (Setyawan, 2001).

Oksida logam yang terimpregnasi pada pendukung berpori adalah salah satu cara paling efektif untuk menghilangkan NO_x dengan metode reduksi selektif katalitik. Pada penelitian tersebut oksida logam dibuat dengan metode impregnasi logam nitrat pada suatu padatan pendukung yang diikuti dengan proses kalsinasi untuk mendekomposisi nitrat menjadi oksida. Aktivitas katalitik pada oksida logam dapat optimal dengan menggunakan suatu pendukung yang dapat meningkatkan stabilitas oksida logam dan memperluas permukaan fasa aktif katalis dengan terjadinya dispersi oksida logam pada permukaan pendukungnya. Pada umumnya pendukung terbuat dari keramik atau paduan logam. Pendukung yang telah banyak digunakan adalah Al₂O₃ (Rosyidah, 1998).

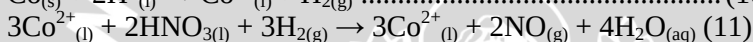
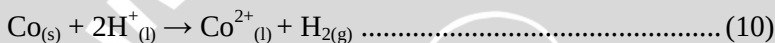
Mekanisme reaksi oksidasi fenol dengan katalis CoO-zeolit dapat dituliskan sebagai berikut:



Katalis heterogen yang digunakan pada penelitian ini adalah kobal yang diimbaskan pada suatu matriks yaitu zeolit yang diaktivasi asam terlebih dahulu, perlakuan asam terhadap zeolit akan dapat secara langsung menukar kation dengan proton (Rahman, 2009).

2.4 Kobal

Kobal biasanya digunakan dalam bentuk *alloy*. Alnico merupakan *alloy* magnetik yang terkenal dan kobalt juga digunakan untuk membuat baja nirkarat serta dalam *alloy* berkekuatan tinggi yang tahan oksidasi pada suhu tinggi. Kobal mudah larut dalam asam-asam mineral encer. Pelarutan dalam asam nitrat disertai dengan pembentukan nitrogen oksida, reaksi yang terjadi adalah (Vogel, 1990):



Dalam pelarut air, kobal secara normal terdapat sebagai ion kobal (II). Senyawa-senyawa kobal (II) yang tidak terhidrat berwarna biru.

Kobal dalam bentuk oksidanya merupakan logam transisi yang melimpah di alam dan relatif lebih murah dibandingkan dengan logam sehingga sering digunakan sebagai katalis, karena oksida logam transisi memiliki orbital d pada ion logamnya yang terisi sebagian. Adanya orbital d yang masih kekurangan elektron dari reaktan tersebut dapat menangkap elektron dari reaktan dan membentuk ikatan yang kuat. Katalis kobal dengan pendukung alumina merupakan bahan yang penting dalam bidang katalis heterogen untuk proses hidrogenasi dan pembakaran. Interaksi logam pendukung mempengaruhi sifat dari permukaan, dan juga reaktifitas dari katalis itu sendiri. Pada penelitian sebelumnya katalis Co/Al₂O₃ dibuat dengan metode impregnasi pada suatu larutan kobal dari garamnya menggunakan pendukung Al₂O₃. Alumina digunakan sebagai media pendispersi, dan sebelumnya dilakukan pemanasan pada temperatur 300-500°C (Jansson, *et al*, 2000).

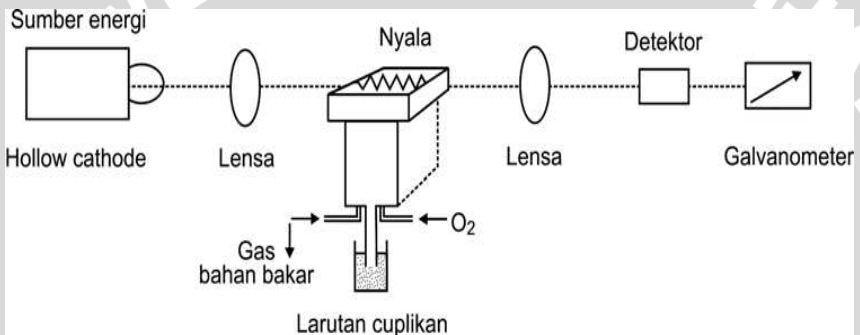
Kemampuan kobal oksida dalam mengkatalisis fenol adalah sebagai berikut : CoO > NiO > ZnO (Yurii, *et al.*, 1998).

2.5 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah suatu metode atau cara analisis secara kuantitatif menggunakan instrumen

spektrofotometer serapan atom. Alat spektrofotometer serapan atom berprinsip pada penyerapan cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu tergantung pada sifat-sifat unsumnya. Penyerapan tersebut menyebabkan tereksitasinya atom ke tingkat energi yang lebih tinggi.

Prinsip kerja metode ini mirip dengan metode fotometri nyala tetapi sumber energinya berupa lampu katode berlubang (hollow cathode lamp) sedang nyala pembakar berguna untuk mengaktifkan atom-atom logam sebelum menyerap energi. Karena itu, dengan metode ini hampir semua atom logam yang terdaftar dalam sistem periodik dapat ditentukan konsentrasinya (Khopkar, 2002).



Gambar 2.7 Diagram SSA

Untuk menentukan kadar unsur maka hukum Lambert-Beer dapat digunakan dengan meninjau hubungan antara konsentrasi dan absorbansi jika sumbernya adalah monokromatis dengan rumus pada persamaan (Khopkar, 2002):

$$A = \frac{\log I_0}{\log I_t} = a b C$$

Dengan : A = absorbansi

I_0 = intensitas sinar datang

I_t = intensitas sinar yang ditransmisikan

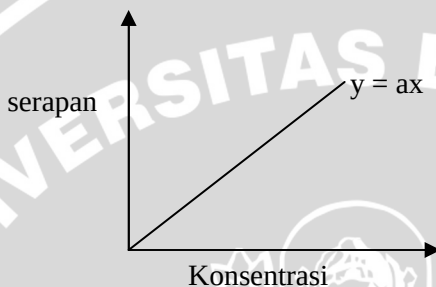
a = absorpsivitas ($\text{Lg}^{-1}\text{cm}^{-1}$)

b = tebal kuvet (cm)

C = konsentrasi (ppm, ppb) atom-atom logam yang dianalisis

Kurva standar dapat diperoleh dengan cara membuat kurva hubungan antara serapan dengan larutan standar. Selanjutnya sampel

yang akan dianalisis juga diukur pada panjang gelombang yang sama. Dengan menginterpolasikan serapan larutan sampel pada kuva standar maka konsentrasi larutan sampel dapat diketahui. Hal ini dapat dinyatakan dalam persamaan hubungan antara konsentrasi dengan serapan seperti pada gambar 2.8 (Ewing, 1985):



Gambar 2.8 Kurva Linier antara Serapan dengan Konsentrasi

Penentuan besarnya ppm dari sampel dapat diperoleh dari perhitungan berdasarkan data absorbansi dan grafik yang diperoleh, dengan rumus pada persamaan berikut (Day dan Underwood, 1996):

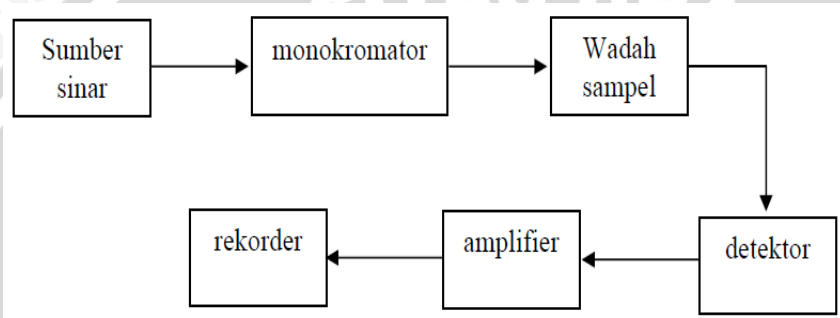
$$\text{ppm sampel} = \frac{A_{\text{sampel}}}{A} \cdot a, \quad a = \frac{\sum xy}{\sum x^2}$$

Sedangkan data grafik diperoleh dengan membuat hubungan antara x dan y dari suatu larutan standar, dimana x = konsentrasi (ppm) dan y = absorbansi (Day dan Underwood, 1996). Kondisi Unsur Co untuk analisis AAS adalah menyerap pada $\lambda = 324,7 \text{ nm}$, sensitifitas $0,04 \mu\text{g/ml}$ dan menggunakan tipe nyala udara asetilen (Khopkar, 2002).

Cuplikan yang diukur dalam SSA adalah berupa larutan, biasanya air sebagai pelarutnya. Larutan cuplikan tersebut mengalir ke dalam ruang pengkabutan, karena terisap oleh aliran gas bahan bakar dan oksigen yang cepat. Berbeda dengan spektroskopi sinar tampak, metode ini tidak mempedulikan warna larutan, sedangkan larutan cuplikan diatomisasi dahulu (Sumar, 1994).

2.6 Spektrofotometer UV-Vis

Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut menimbulkan peristiwa penyerapan energi radiasi elektromagnetik, dimana serapan ini bersifat karakteristik atau spesifik untuk setiap molekul tergantung pada struktur elektronik molekul tersebut (aspek kualitatif) (Pescok, 1976). Diagram blok spektrofotometri UV_Vis dapat dilihat pada Gambar 2.9



Gambar 2.9 Diagram Blok Spektrofotometri UV-Vis

Ketika sinar radiasi dengan intensitas I_0 dilewatkan melalui sampel yang tebalnya b (cm) dengan konsentrasi c (molar) maka sebagian radiasi akan diserap dan sebagian akan diteruskan sehingga intensitas radiasi akan berkurang menjadi I . Serapan dari radiasi ini mengikuti hukum Lambert-Beer yang dapat dituliskan sebagai berikut (Ewing, 1985):

$$\log I_0 / I = abc \text{ atau } A = abc$$

Dimana :

A = serapan

I_0 = intensitas radiasi sinar masuk

I = intensitas radiasi sinar keluar

a = nilai absorpsivitas

b = tebal kuvet

c = konsentrasi zat

Persamaan diatas menunjukkan hubungan linier antara serapan dan konsentrasi. Apabila harga a dan b tetap, maka hubungan antara

serapan dan konsentrasi dapat dinyatakan seperti pada Gambar 2.9 (Ewing, 1985)

Kurva standar dapat diperoleh dengan cara membuat kurva hubungan antara serapan dengan larutan standar. Selanjutnya sampel yang akan dianalisis juga diukur pada panjang gelombang yang sama. Dengan menginterpolasikan serapan larutan sampel pada kurva standar maka konsentrasi larutan sampel dapat diketahui (Kennedy, 1990).

2.7 COD (*Chemical Oxygen Demand*)

Angka COD (*Chemical Oxygen Demand*) atau Kebutuhan Oksigen Kimiawi adalah jumlah O_2 (mg) yang dibutuhkan untuk mengoksidasi total zat-zat organik yang terdapat dalam 1 liter sampel air ($mg\ O_2$), dimana sebagai pengoksidasinya adalah $K_2Cr_2O_7$ digunakan sebagai sumber oksigennya. 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 (Yeliza, 2010).

Hasil analisis COD menunjukkan kandungan senyawa organik secara kimiawi yang terdapat dalam limbah.

2.8 Hipotesis

pH fenol, lama oksidasi fenol dan konsentrasi fenol sangat mempengaruhi kemampuan CoO-Zeolit untuk mengoksidasi fenol secara optimum sehingga dapat diketahui penurunan COD fenol.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Fisik, dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang selama tiga bulan mulai bulan Oktober 2010 sampai dengan bulan Januari 2011.

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: $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (pa), HCl pekat (37 %, $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$) (pa), H_2SO_4 pekat (97%) (pa), $\text{Ba}(\text{OH})_2$ (pa), AgNO_3 (pa), NaOH (pa), fenol, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1N, FAS 0,05 M, aquades, dan gas O_2 .

3.2.2 Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan berukuran 120 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 Orion 420, 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 Mettler Toledo AL 204, spektrofotometer UV Shimadzu UV 1601.

3.3 Cara Kerja Penelitian

3.3.1 Preparasi zeolit alam Turen

Preparasi zeolit alam Turen pada penelitian ini mengacu pada penelitian Masrifah (2007). Batuan zeolit dihancurkan dengan mortar 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 digunakan untuk penelitian selanjutnya. Zeolit hasil pengayakan dicuci dengan aquades, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam, selanjutnya ditimbang.

3.3.2 Preparasi zeolit dengan aktivasi asam

Zeolit hasil preparasi awal ditimbang sebanyak 2 gram, direndam dalam 25 mL HCl 0,4 M dalam erlenmeyer dan dikocok dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam. Sampel hasil perendaman disaring kemudian 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.

3.3.3 Impregnasi zeolit dengan Co(II) (Rahman, 2009)

Zeolit pada sub bab (3.3.2) diambil 2 gram dan dicampur dengan larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada konsentrasi optimum hasil penelitian Rahman (2009) yaitu konsentrasi 0,1 M sebanyak 25 mL dalam erlenmeyer 50 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 Co(II) 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. Zeolit terimpregnasi yang diperoleh digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.3.4 Optimasi oksidasi fenol dengan Katalis zeolit CoO

3.3.4.1 Optimasi pH awal fenol pada oksidasi fenol

Oksidasi fenol dengan katalis zeolit-CoO dilakukan dengan memasukkan larutan fenol 300 ppm sebanyak 75 mL kedalam labu alas bulat 250 mL dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 kemudian ditambahkan 0,5 g katalis hasil impregnasi pada sub bab (3.3.3). Labu alas bulat yang berisi campuran fenol dengan katalis zeolit-CoO ditambahkan batu didih dengan kondensor yang dialiri dengan air dingin dan dihubungkan dengan termometer serta dengan pipa aliran gas O_2 . Kondensor dihubungkan dengan erlenmeyer 250 mL yang berisi larutan $\text{Ba}(\text{OH})_2$ dengan pipa selang sampai pipa tercelup dalam larutan $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Setelah pemanasan mencapai 70°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°C .

Larutan hasil oksidasi dibiarkan sampai dingin dan disaring, filtrat ditambahkan dengan aquades hingga tanda batas kedalam labu alas bulat 250 mL kemudian dipipet 10 mL, ditentukan pH-nya pada pH 3 dan diencerkan dalam labu 100 mL kemudian ditentukan dengan metode Spektrofotometri UV-VIS. pH optimum reaksi ditentukan berdasarkan jumlah fenol teroksidasi yang paling banyak.

3.3.4.2 Optimasi lama reaksi terhadap oksidasi fenol

Oksidasi fenol dengan katalis zeolit-CoO dilakukan dengan memasukkan larutan fenol 300 ppm sebanyak 250 mL dalam labu alas bulat pada pH optimum yaitu pH 3, kemudian ditambahkan 0,5 g katalis hasil impregnasi. Labu alas bulat yang berisi campuran fenol dengan katalis zeolit-CoO yang ditambahkan batu didih dengan kondensor 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 $Ba(OH)_2$ dengan pipa selang sampai pipa tercelup dalam $Ba(OH)_2$. 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 150 menit dari suhu $90^\circ C$. Setiap selang waktu 30 menit larutan fenol hasil oksidasi diambil 5 mL dan disaring kemudian ditentukan pHnya, pH larutan diatur pada pH 3 kemudian konsentrasi fenol ditentukan dengan metode Spektrofotometri UV-VIS.

3.3.4.3 Optimasi konsentrasi fenol terhadap oksidasi fenol

Oksidasi fenol dengan katalis zeolit-CoO dilakukan dengan memasukkan larutan fenol 300, 400, 500, 600, 700 ppm sebanyak 250 mL dalam labu alas bulat pada pH dan lama optimum yaitu pH 3 dan lama 110 menit, kemudian ditambahkan 0,5 g katalis hasil impregnasi. Labu alas bulat yang berisi dengan campuran fenol dengan katalis zeolit-CoO yang ditambahkan batu didih dengan kondensor yang dialiri dengan air dingin dan dihubungkan dengan termometer serta dengan pipa aliran gas O_2 dengan kecepatan alir gas O_2 adalah 200 mL/menit. Kondensor dihubungkan dengan erlenmeyer yang berisi larutan $Ba(OH)_2$ dengan pipa selang sampai pipa tercelup dalam $Ba(OH)_2$. Setelah pemanasan mencapai $70^\circ C$ gas O_2 dialirkan dengan kecepatan alir 200 mL/menit dalam fenol dengan pipa yang tercelup dalam fenol. Lama reaksi dilakukan sesuai hasil 3.3.4.2 saat suhu $90^\circ C$. Larutan hasil

oksidasi dibiarkan hingga dingin dan disaring, filtrat ditambahkan dengan aquades hingga tanda batas kedalam labu alas bulat 250 mL kemudian dipipet 10 mL, ditentukan pHnya pada pH 3 dan diencerkan dalam labu 100 mL kemudian ditentukan dengan metode Spektrofotometri UV-VIS.

3.3.5 Penentuan kadar Co(II) dengan metode spektrofotometri serapan atom

3.3.5.1 Pembuatan kurva standar

Pada penentuan kurva baku digunakan larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ dengan berbagai konsentrasi Co(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 Co 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. Kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi Co sebagai sumbu x dan serapannya sebagai sumbu y.

3.3.5.2 Pengukuran kadar Co(II)

Penentuan kadar logam Co sisa dalam katalis zeolit-CoO dilakukan dengan cara larutan sisa dari hasil impregnasi dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 1 L, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas. Kandungan logam dianalisis dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

3.3.6 Penentuan kadar fenol sisa secara spektrofotometri UV-Vis

3.3.6.1 Penentuan panjang gelombang maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum fenol dilakukan dengan memipet sebanyak 10 mL filtrat kemudian ditambahkan dengan aquades lalu diatur pHnya dengan penambahan larutan HCl 0,1 M hingga pH 3. Larutan tersebut 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 maksimum yaitu 271,5 nm.

3.3.6.2 Pembuatan kurva baku

Larutan fenol pH 3 dengan konsentrasi 5, 10, 20, 30, 40 ppm diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. 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.

3.3.6.3 Penentuan kadar fenol dengan spektrofotometri UV-Vis

Penentuan kadar fenol untuk semua larutan sampel dilakukan dengan cara filtrat sebanyak 10 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 100 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.

3.3.7 Penentuan angka COD (*Chemical Oxygen Demand*)

Penentuan Angka COD dilakukan dengan cara diambil 20 mL sample fenol dengan pipet volum, kemudian dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL, selanjutnya ditambahkan 10 mL larutan Baku $K_2Cr_2O_7$ 0,1N, kemudian ditambahkan lagi 30 mL larutan H_2SO_4 pekat 97%, selanjutnya Erlenmeyer dikocok hingga larutan homogen. Kemudian erlenmeyer diletakkan diatas pemanas, kondensor dipasang di atas erlenmeyer yang sudah dialiri dengan air pendingin, selanjutnya pemanas dinyalakan dan refluks dilakukan selama 2 jam. Setelah 2 jam alat pemanas dimatikan dan didinginkan hingga suhu ruang. Tambahkan indikator ferroin 2-3 tetes dikocok hingga tercampur. Kemudian dilakukan titrasi dengan larutan baku ferro amonium sulfat 0,05 M sampai terjadi perubahan warna dari hijau biru menjadi coklat kemerahan. Volume larutan ferro ammonium sulfat (FAS) yang digunakan kemudian dicatat. Untuk aquades sebagai blanko dilakukan seperti percobaan diatas.

3.4 Pengolahan Data

3.4.1 Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi

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

$$y = a.x$$

keterangan : y = absorbansi

x = konsentrasi

Nilai a dihitung dengan persamaan :

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

Sedangkan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan :

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

3.4.2 Penentuan jumlah ion kobal(II) yang teradsorpsi oleh zeolit

Jumlah ion kobal(II) yang teradsorpsi zeolit dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ adsorpsi} = \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\%$$

keterangan : C_o = konsentrasi Co(II) sebelum adsorpsi (mg/L)

C_s = konsentrasi Co(II) sesudah adsorpsi (mg/L)

3.4.3 Perhitungan jumlah adsorpsi zeolit

Untuk menghitung kapasitas adsorpsi zeolit dalam mengadsorpsi Co(II) dilakukan perhitungan sebagai berikut :

$$\text{Co(II) adsorpsi} = \frac{(C_o - C_s) \times \text{total larutan (mmol/g)}}{W \text{ zeolit}}$$

keterangan: C_o = konsentrasi Co(II) sebelum adsorpsi (mg/L)

C_s = konsentrasi Co(II) sesudah adsorpsi (mg/L)

V = volume total larutan (L)

W = berat zeolit (g)

BE = berat ekuivalen Co

3.4.4 Penentuan persen fenol teroksidasi

Jumlah fenol yang teroksidasi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ oksidasi} = \frac{C_o(\text{awal}) - C_s}{C_o(\text{awal})} \times 100\%$$

Keterangan : C_o awal = konsentrasi fenol awal

C_s = konsentrasi fenol sisa

3.4.5 Penentuan angka COD dan persen COD

$$\text{COD (ppm O}_2\text{)} = \frac{(A-B) \times M \times 8000 \times \text{fp}}{V \text{ Contoh Uji}}$$

Keterangan :

A = Volume Larutan FAS yang dibutuhkan untuk blanko

B = Volume Larutan FAS yang dibutuhkan untuk contoh uji

M = Molaritas Larutan FAS

fp = faktor Pengenceran

$$\text{XCOD}(\%) = \frac{[\text{COD}]_{\text{sebelum}} - [\text{COD}]_{\text{sesudah}}}{[\text{COD}]_{\text{sebelum}}} \times 100\%$$

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Zeolit yang digunakan pada penelitian ini adalah zeolit alam Turen yang diaktivasi asam terlebih dahulu, fungsi aktivasi asam ini untuk melarutkan pengotor-pengotor yang larut terhadap asam dan mengubah dari zeolit-Na menjadi zeolit-H sehingga penukaran ion Co^{2+} dengan ion H^+ pada proses impregnasi yang terdapat dalam zeolit akan lebih mudah. Selain hal tersebut, aktivasi asam dapat memberikan luas permukaan semakin meningkat pada zeolit karena pori-pori zeolit terbuka (Estiaty, 2003). Pada proses impregnasi Co^{2+} akan terikat pada zeolit sehingga memberikan sisi aktif dalam mengoksidasi fenol. Zeolit yang diimpregnasi Co^{2+} kemudian dikalsinasi pada suhu 500°C dan mengalami dekomposisi termal membentuk CoO -Zeolit. Reaksi dekomposisi termal dari $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ adalah (Rosyidah, 1998).

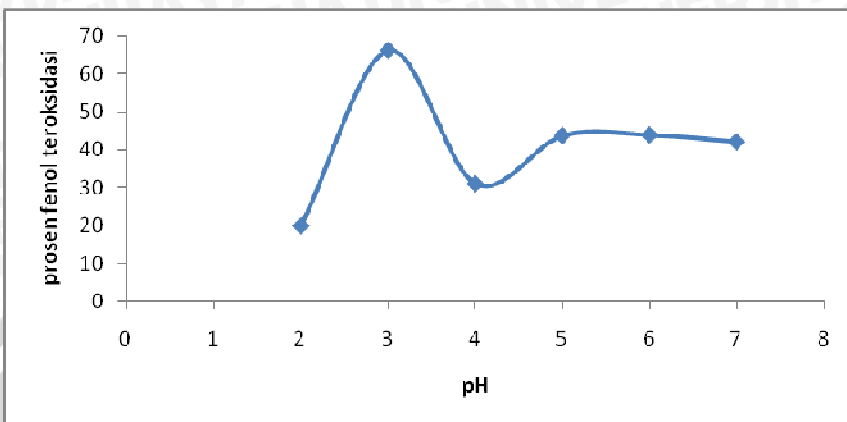


Pengukuran kadar $\text{Co}(\text{II})$ yang terimpregnasi pada zeolit dilakukan secara kuantitatif menggunakan metode spektrofotometri serapan atom. Pada penelitian ini diperoleh kadar $\text{Co}(\text{II})$ yang terimpregnasi sebesar 1,23 mmol/g zeolit .

Penambahan katalis CoO -zeolit menjadikan lebih bersifat asam lewis sehingga oksigen dan fenol yang bersifat basa lewis akan lebih mudah masuk pada zeolit hal ini menyebabkan fenol dan oksigen akan lebih reaktif.

4.1 Pengaruh pH Larutan Fenol Terhadap Oksidasi Fenol Menggunakan Katalis CoO -zeolit

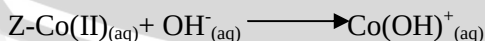
Penelitian ini telah dipelajari tentang pengaruh pH terhadap aktivitas katalitik CoO -Zeolit untuk menentukan kondisi optimum pada oksidasi fenol. Pengaruh pH pada penelitian ini dilakukan pada variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 hasil penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan tabel (L.4.1).



Gambar 4.1 Pengaruh pH Larutan Fenol Terhadap Oksidasi Fenol Menggunakan Katalis CoO-zeolit

Berdasarkan data pada Gambar 4.1 dan uji BNT pada taraf 5% (Tabel L.5.1) pada setiap variasi diperoleh bahwa $F_{hitung} = 15,48 > F_{tabel}(5\%) = 4,39$. Pada pH 3 berbeda nyata dengan pH 2, 4, 5, 6, 7 sedangkan pada pH 4, 5, 6, dan 7 tidak berbeda nyata sehingga pH optimum yang diperoleh pada pH 3.

Berdasarkan percobaan (Ukraincyk, 1992) bahwa kereaktifan fenol akan semakin meningkat seiring meningkatnya pH hingga pH 10, sedangkan kereaktifan katalis semakin menurun seiring meningkatnya pH. Pada pH 2, persen teroksidasi paling kecil, hal ini dikarenakan pada pH yang lebih rendah fenol kurang reaktif sehingga fenol tidak mudah untuk dioksidasi. Namun Pada pH 3 mempunyai persen teroksidasi yang paling tinggi, hal ini dikarenakan pada pH 3 kereaktifan fenol meningkat dibanding pada pH 2 sehingga fenol lebih mudah untuk dioksidasi, dan katalis CoO-zeolit belum mengalami hidrolisis. Pada pH 4, 5, 6, dan 7 persen teroksidasi mengalami penurunan, hal ini dikarenakan oksida logam transisi memiliki orbital d pada ion logamnya yang terisi sebagian (Jansson, *et al*, 2000), sehingga dimungkinkan katalis CoO-zeolit mulai mengalami hidrolisis membentuk Co(OH)^+ . Hidrolisis ini menyebabkan kereaktifan Co(II) untuk mengkatalisis fenol menjadi menurun.



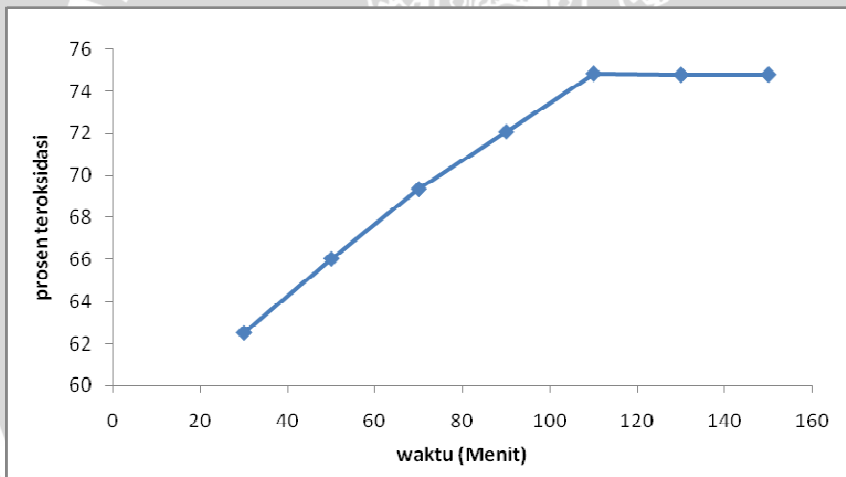
Proses oksidasi fenol ini akan diperoleh endapan berupa BaCO_3 , reaksi terbentuknya BaCO_3 adalah sebagai berikut:



Semakin besar persen fenol teroksidasi maka semakin besar endapan BaCO_3 yang diperoleh hal ini dapat dilihat hubungan antara persen teroksidasi dengan berat BaCO_3 (Gambar L.4.6)

4.2 Pengaruh Lama Oksidasi Terhadap Oksidasi Fenol menggunakan katalis CoO-Zeolit

Penelitian ini mempelajari tentang pengaruh lama pemanasan oksidasi fenol yang mempengaruhi daya oksidasi fenol dimana semakin lama oksidasi fenol maka fenol yang teroksidasi semakin besar. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.2.



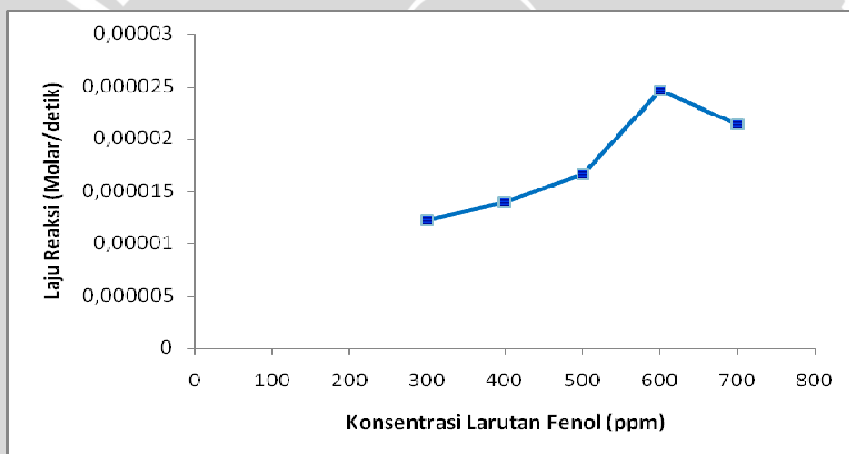
Gambar 4.2 Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Oksidasi Fenol Menggunakan Katalis CoO-zeolit

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa pada menit 30, 50, 70, 90 hingga menit 110 mengalami peningkatan hal ini dikarenakan bertambahnya waktu maka persen fenol yang teroksidasi juga semakin meningkat (Tabel L.4.2). Semakin lama oksidasi fenol maka interaksi antara reaktan-reaktan dengan katalis semakin besar, hal ini dikarenakan tumbukan yang terjadi semakin besar sehingga produk yang dihasilkan

juga akan semakin banyak. Gambar 4.2 menunjukkan bahwa pada waktu 110 menit mengalami kesetimbangan, hal ini kesetimbangan yang terjadi disebabkan kemampuan katalis CoO-zeolit untuk mengkatalisis fenol sudah mencapai batas maksimal sehingga produk yang dihasilkan mencapai optimalnya.

4.3 Pengaruh Konsentrasi Larutan Fenol Terhadap Laju Reaksi menggunakan Katalis CoO-Zeolit pada Oksidasi Fenol

Variasi konsentrasi pada penelitian ini dilakukan pada konsentrasi 300, 400, 500, 600 dan 700 ppm. Hal ini untuk mengetahui pengaruh konsentrasi fenol terhadap kemampuan daya katalitik CoO-Zeolit seperti pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pengaruh Konsentrasi Fenol Terhadap Laju Reaksi Menggunakan Katalis CoO-zeolit

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi fenol awal maka laju reaksi juga semakin meningkat hal ini dikarenakan fenol yang berinteraksi dengan katalis dan reaktan semakin besar. Pada konsentrasi fenol 300, 400, 500 dan 600 ppm mengalami kenaikan laju reaksi seiring peningkatan konsentrasi awal fenol hal ini dikarenakan banyaknya jumlah fenol yang berinteraksi dengan katalis dan O_2 sehingga fenol yang teroksidasi juga semakin besar. Oksidasi optimum diperoleh pada konsentrasi 600 ppm dengan persen teroksidasi sebesar

73,35% dengan laju reaksi $2,46 \times 10^{-5}$ Molar/detik (Tabel L.6.1). Sedangkan pada konsentrasi 700 ppm fenol yang teroksidasi mengalami penurunan, Ini disebabkan daya katalisis CoO-zeolit tidak sebanding dengan jumlah fenol yang ada atau juga dimungkinkan kompetisi antara intermediet hasil oksidasi dengan fenol yang akan dioksidasi. Berdasarkan uji F yang telah dilakukan bahwa $F_{hitung} = 407,848 > F_{tabel} (5\%) = 5,19$ sehingga konsentrasi fenol berpengaruh pada jumlah fenol yang teroksidasi, kemudian dilakukan uji BNT pada taraf 5% diketahui setiap variasi konsentrasi fenol berbeda nyata (Tabel L.6.3) .

4.4 Analisis COD pada Fenol Hasil Oksidasi

COD (*Chemical Oxygen Demand*) merupakan analisis senyawa organik dalam 1 liter sampel air, dimana senyawa organik yang belum teroksidasi sempurna dapat dianalisis kebutuhan O_2 dalam sampel tersebut. Semakin banyak O_2 yang dibutuhkan dalam 1 liter sampel air maka semakin banyak senyawa organik dalam 1 liter sampel air. Pada penelitian ini dilakukan analisis COD untuk larutan fenol dengan pH 3, lama pemanasan 110 menit dengan konsentrasi 600 ppm. Hasil analisa didapatkan bahwa jumlah COD sebelum dioksidasi sebesar 1360 ppm O_2 dan setelah dioksidasi sebesar 560 ppm O_2 sehingga diperoleh persen penurunan COD sebesar 58%. Berdasarkan analisis COD ini diperoleh bahwa fenol setelah dioksidasi mengalami penurunan. Persen penurunan COD lebih kecil daripada persen fenol teroksidasi yaitu 73,35%, hal ini dikarenakan masih ada intermediet yang belum teroksidasi sempurna menjadi CO_2 . Intermediet disini antara lain benzoquinon, asam oksalat, asam asetat, asam malonat, asam format dan asam maleat.

BAB V

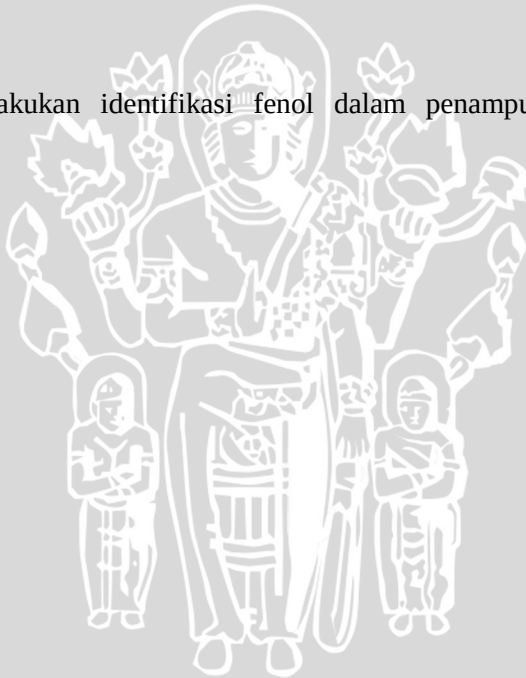
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan bahwa pH larutan fenol, lama pemanasan dan konsentrasi fenol mempengaruhi kemampuan katalis CoO-zeolit dalam proses oksidasi fenol. Oksidasi fenol optimum pada pH fenol 3, lama oksidasi 110 menit, konsentrasi fenol 600 ppm diperoleh persen fenol teroksidasi sebesar 73,35%.
2. Berdasarkan uji COD yang telah dilakukan bahwa persen penurunan COD sebesar 58%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan identifikasi fenol dalam penampung hasil oksidasi.



DAFTAR PUSTAKA

- Agustine, L.R., 1996, **Heterogeneous Catalysis for Synthetic Chemistry**, Marcel Dekker, Inc., New York, pp 153-182.
- Anderson, J.R. and M. Boudart, 1981, **Catalysis Science and Technology**, First Edition, Springer Verlag, Berlin.
- Arifin, M., dan S. Supriatna, 2007. **Bahan Galian Industri, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral limbah industri**, Bandung.
- Asharstf, 2010, **Alkohol dan Fenol : Uji Reaksi Kimia**, online (<http://asyharstf08.wordpress.com/2010/02/26/alkohol-dan-fenol-uji-reaksi-kimia/>), diakses tanggal 31 Maret 2010.
- Barrer, R.M., 1982. **Hydrothermal Chemistry of Zeolite**, Academic Press, London.
- Barrer, R.M., 1987. **Zeolites and Clay Minerals as Sorbents and Molecular Sieves**, Academic Press, London.
- Day, R.A. dan A.L Underwood, 1996, **Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi Kelima**, Alih Bahasa Oleh A.H Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- 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 2 April 2011.
- Eva, S.P., 2007, **Zeolit Sebagai Mineral Serba Guna**, (Online) http://www.chemistry.org/artikel_kimia/kimia_material/zeolit_sebagai_mineral_serba_guna, diakses 9 Agustus 2010.
- Evan, H.C., R.P. McDonnell dan J.T. McNulty., 1975, **Removal and Recovery of Phenols from Industrial Waste Effluents with Amberlite XAD Polymeric Adsorbents**, Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev., 1975, 14 (2), pp 113–118.
- Ewing, G.W., 1985, **Instrumental Method of Chemical Analysis, 4th Ed**, Mc Graw Hill Co, New Yorkpp 44

- Fessenden dan Fessenden, 1982, **Kimia Organik**, PT. Erlangga Mahameru, Jakarta.
- Harmankaya, M., 1995, **Catalytic Oxidation of Phenol in Aqueous Solution. Journal of Engineering and Environmental Sciences**, Department of Chemical Engineering, Ege University, Bornova, Turki, pp 9 – 15.
- Hidayat, A., 2008, Katalis, <http://arhidayat.staff.uui.ac.id/katalis>, diakses 8 Maret 2011.
- Jansson, J., M. Skoglundh, E. Fridell, and P. Thomahlen, 2000, **A Mechanistic Study of Low Temperature CO Oxydation Over Cobalt Oxide**, University of Technology, Sweden.
- Kalangit, H., 1995, **Pembuatan dan Karakterisasi Nikel-Zeolit Sebagai Katalis dalam Proses Oksidasi n-Pentana**, Tesis S-2 Pascasarjana UGM, Yogyakarta.
- Kasmadi, I.S., 2002. **Kajian Sifat Adsorpsi Zeolit terhadap Zat Warna Sintesis dan Optimasinya**. Semarang: UNNES.
- Kennedy, J.H., 1984, **Analytical Chemistry: Principles**, Saunders College Publishing, Santa Barbara.
- Khopkar, S.M., 2002, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, Alih Bahasa : A. Saptorahardjo, Universitas Indonesia- Press, Jakarta, hal. 201-204, 237-240.
- Masrifah, L., 2007, **Studi Pengaruh Penambahan Zeolit Alam dalam Proses Pengomposan Terhadap Kadar Nitrogen dalam Kompos**, skripsi, Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, Malang.
- 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.
- Mursi S., 1994, **Zeolit : Tinjauan Literatur**, Jakarta.
- Pescok, R., Shield, L. D., Cairns, T. and Mc William, I. G. 1976, **Modern Methods of Chemical Analysis**. 2nd edition. John Wiley & Sons Inc. New York. p 147.

- Rahman, A.A., 2009, **Studi Pengaruh Kadar Co(II) Terimpregnasi Dalam Katalis Zeolit Co(II) Terhadap Oksidasi Fenol**, UB , Malang.
- Rosyidah, Afifah. (1998) **Pengaruh Komposisi Katalis Campuran CuO, NiO dan Cr₂O₃ terhadap Optimasi Oksidasi Karbon Monoksida**, Tesis Master yang Tidak Dipublikasikan, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Santos, A., P. Yuston, A. Quintanilla, and F. Garcia, 2005, **Influence of pH on the wet Oxidation of Phenol with Copper Catalyst**, Journal vol. 33.
- 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.
- Sariman, 1998, **Persiapan Pengolahan dan Penggunaan Zeolit Alam Berdasarkan Sifat yang Dimilikinya**, Makalah Teknik, N0.1 Th 7. hal 10-18.
- Satterfield, C.N., 1980, **Heterogeneous Catalysis In Practice**, McGraw Hill Book Co., New York. 68-83.
- Setyawan, D. dan P. Handoko, 2001, **Preparasi Katalis Cr/Zeolit Melalui Modifikasi Zeolit Alam**, Jurnal Ilmu Dasar, Vol.3 No 1, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Jember, Jember, hal 15-23.
- Sulaiman M. A., 2011, **Degradasi Fenol Menggunakan Katalis Cu(II)-Biomassa *Azolla microphylla*-Silikat**, UB, Malang.
- Sumar H., 1994. **Kimia Analitik Instrumen**. Semarang; IKIP Semarang Press.
- 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, 1990, **Textbook of Quantitative Inorganic Analysis**. Fourth Edition. Longman House. Burnt Mill. Harlow, England.
- Wu, Q., X. Hu, P. L. Yue, X. S. Zhao, G. Q. Lu, 2001, **Copper/MCM-41 as Catalyst for The Wet Oxidation of Phenol**, Department of Chemical Engineering, Hongkong University, Hongkong.
- Yeliza, R., **Analisis Kandungan Aluminium (Al), Sulfida, Bod, Cod, Total Padatan Tersuspensi (Tss) dan Ph dari Air Sungai Kapal Keruk di Desa Karang Anyer Kec. Secanggang Kab. Langkat**, Universitas Sumatra Utara, Medan.
- Yermakova, A., Mikenin, P.E., and 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.
- Yurii, I., Matatov, M., and Moshe, S., 1998, **Catalytic Abatement of Water Pollutants**, Chemical Engineering Department, Technion-Israel Institute of Technology, Haifa 32000, Israel.

L. LAMPIRAN

Lampiran 1. Preparasi Larutan

L.1.1 Perhitungan Molaritas Larutan HCl pekat 37%

Massa jenis HCl pekat = 1,1900 g/mL

Kadar HCl pekat = 37 %

Mr HCl = 36,461 gram/mol

Konsentrasi HCl pekat adalah:

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

L.1.2 Perhitungan Massa $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 0,1 M

Mol $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = M x V

$$= 0,1 \text{ M} \times 0,25 \text{ L}$$

$$= 0,025 \text{ mol}$$

Massa $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = mol x BM

$$= 0,05 \text{ mol} \times 291,04 \text{ gr/mol}$$

$$= 7,276 \text{ gram}$$

L.1.2 Perhitungan Massa Co(II)

BA Co(II) = 59 g/mol

BM $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 291,04 g/mol

$$\text{Berat Co(II)} = \frac{BACo}{BMCo(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} \times \text{berat } Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$$

$$\text{Berat Co(II)} = \frac{59}{291,04} \times 7,276 \text{ gram}$$

$$\text{Berat Co(II)} = 1,475 \text{ gram}$$

$$\text{Berat Co(II)} = \frac{1,475 \times 1000}{0,25 \text{ L}} = 5900 \text{ ppm}$$

L.1.3 Perhitungan Massa AgNO_3 0,1 M

$$\begin{aligned}\text{Mol AgNO}_3 &= M \times V \\ &= 0,1 \text{ M} \times 0,01 \text{ mL} \\ &= 0,001 \text{ mol} \\ \text{Massa AgNO}_3 &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,001 \text{ mol} \times 169,88 \text{ gr/mol} \\ &= 0,1699 \text{ gram}\end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned}\text{Mol Ba(OH)}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} &= 0,05 \text{ M} \times 1 \text{ L} \\ &= 0,05 \text{ mol} \\ \text{Massa Ba(OH)}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,05 \text{ mol} \times 315,48 \text{ g/mol} \\ &= 15,774 \text{ gram}\end{aligned}$$

L.1.5 Perhitungan Massa $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1 N

$$M = \frac{N}{\text{EkuivalenK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$$

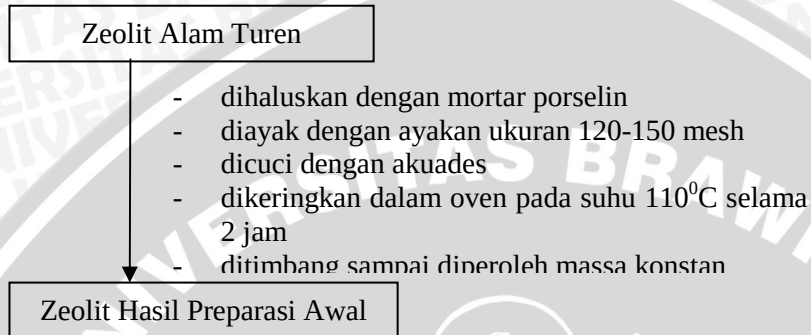
$$M = \frac{0,1 \text{ N}}{6} = 0,017 \text{ M}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 &= 0,017 \text{ M} \times 0,5 \text{ L} \\ &= 0,0085 \text{ mol}\end{aligned}$$

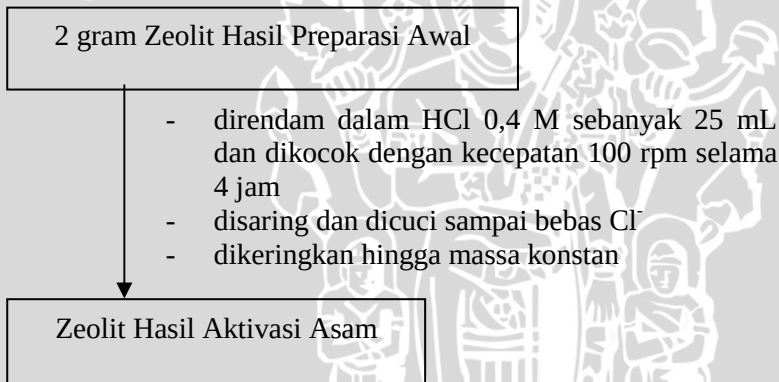
$$\begin{aligned}\text{Massa K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 &= \text{mol} \times \text{Mr K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \\ &= 0,025 \times 294 \\ &= 2,49 \text{ gram}\end{aligned}$$

Lampiran 2 Skema Kerja

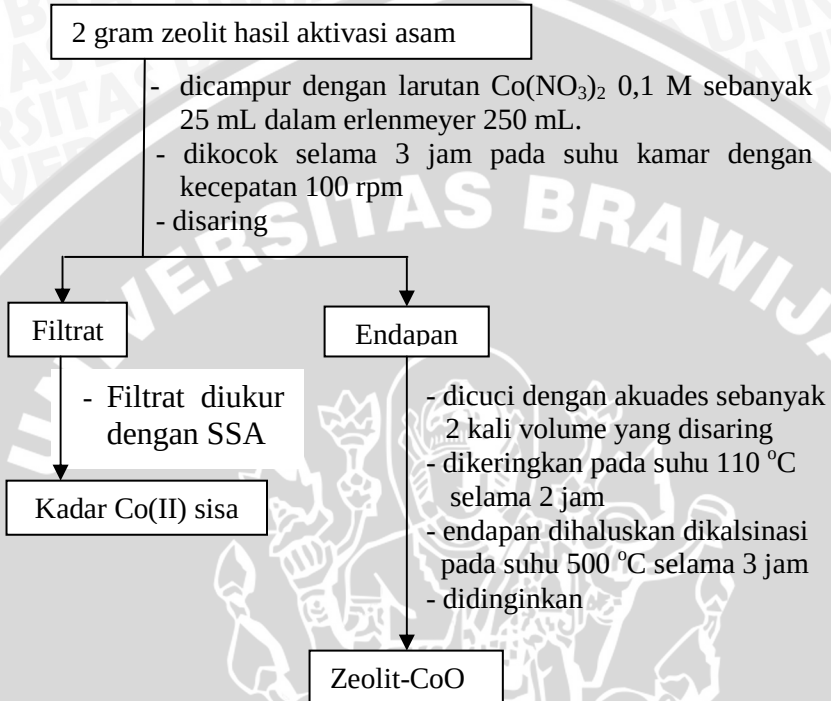
L.2.1 Preparasi Zeolit Alam Turen



L.2.2 Preparasi Zeolit Dengan Aktivasi Asam



L.2.3 Impregnasi Zeolit Dengan Co(II) (Rahman, 2009).



L.2.4 Optimasi Oksidasi Fenol dengan Katalis Zeolit CoO

L.2.4.1 Pengaruh pH Awal Fenol pada Oksidasi Fenol

250 mL fenol 300 ppm dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7

- dimasukkan dalam labu alas bulat
- ditambahkan 0,5 gram katalis CoO-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
- fenol hasil oksidasi diambil 10 mL
- dibiarkan dingin dan disaring

Endapan

Filtrat

- diatur pH 3 dan ditentukan absorbansinya

Data

L.2.4.2 Pengaruh Lama Reaksi Terhadap Oksidasi Fenol

250 mL fenol 300 ppm (pH optimum)

- dimasukkan dalam labu alas bulat
- ditambahkan 0,5 gram katalis CoO-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 150 menit (30, 50, 70, 90, 110, 130 dan 150 menit)
- fenol hasil oksidasi diambil 5 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 300, 400, 500, 600, 700 ppm (pH optimum)

- dimasukkan dalam labu alas bulat leher 3
- ditambahkan 0,5 gram katalis CoO -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

Endapan

Filtrat

- diatur pH 3 dan ditentukan absorbansinya

Data

L.2.6 Penentuan Kadar Fenol Sisa Secara Spektrofotometri UV

L.2.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan fenol 300 ppm

- dipipet 10 mL
- diatur pH 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-VIS

Panjang gelombang maksimum



L.2.6.2 Pembuatan Kurva Baku

10 mL Larutan fenol pH 3 berbagai konsentrasi 5; 10; 20; 30; 40

- 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-VIS

10 ml filtrat hasil oksidasi fenol

- ditambahkan akuades
- diatur pHnya hingga menjadi pH 3
- dituangkan dalam labu ukur 100 ml
- ditanda bataskan dengan larutan pH 3 sampai tanda batas
- diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-VIS

Data

Lampiran 3 Penentuan Kadar Co(II) Terimpregnasi pada Zeolit

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

[Co] awal (ppm)	[Co ²⁺] sisa ppm	Co ²⁺ Terikat mg	Co ²⁺ terikat mg/g zeolit	Co ²⁺ terikat mmol/g zeolit	Rerata mmol/g zeolit
5900	106,06	144,848	72,424	1,227	1,230
	94,405	145,137	72,567	1,223	

$$\begin{aligned}
 [\text{Co(II)}] \text{ terikat (ppm)} &= [\text{Co(II)}]_{\text{awal}} - [\text{Co(II)}]_{\text{sisa}} \\
 &= 5900 - 106,06 \\
 &= 5793,94 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Co(II) terikat (mg)} &= [\text{Co(II) terikat (mg/mL)}] \times \frac{25}{1000} \\
 &= 5793,94 \times 0,025 = 144,848 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Co(II) terikat (mg/g zeolit)} &= \frac{\text{Co(II) terikat (mg)}}{2 \text{ g zeolit}} \\
 &= \frac{144,848 \text{ mg}}{2 \text{ g zeolit}} \\
 &= 72,424 \text{ mg/g zeolit}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Co(II) terikat (mmol/g zeolit)} &= \frac{\text{Co(II) terikat (mg / g)}}{BACo(II)} \\
 &= \frac{72,424}{59} \\
 &= 1,227 \text{ mmol/g zeolit}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Co(II) terikat dalam 0,2 g} &= 0,2 \text{ g} \times 1,227 \text{ mmol/g zeolit} \\
 &= 0,2454 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

Nomor : 579-1 S/LKA MLG/XII/2010

Halaman 2 dari 2

Page 2 of 2

Kode Contoh Uji
Sample Code

Ext. K226-K227/PC/XII/2010/226-227

Metode Pengambilan Contoh Uji
Sampling Method

: -

Tempat Analisa
Place of Analysis

: Laboratorium Kualitas Air PJT 1 Malang

Tanggal Analisa
Testing Date(s)

: 21 Desember - 31 Desember 2010

HASIL ANALISA

Result of Analysis

No	Parameter	Satuan	Hasil	Metode Analisa	Keterangan
<i>Sampel D</i>					
1	Kobalt	mg/L	21,212	APHA. 3111 B-2005	Hasil merupakan Pengenceran 5 kali
<i>Sampel E1</i>					
1	Kobalt	mg/L	18,881	APHA. 3111 B-2005	Hasil merupakan Pengenceran 5 kali



Sertifikat atau laporan ini hanya berlaku pada contoh uji di atas dan dilarang memperbanyak dan atau mempublikasikan isi sertifikat ini tanpa izin dari Laboratorium Kualitas Air Perum Jasa Tirta 1

Sertifikat atau laporan ini sah bila dibubuhi cap oleh Laboratorium Kualitas Air Perum Jasa Tirta 1

This Certificate or report is valid just for sample mentioned above and shall not be reproduced and or published without any approval from Water Quality Laboratory of Jasta Tirta 1 Public Corporation

This Certificate or report is valid after being stamped by Water Quality Laboratory of Jasta Tirta 1 Public Corporation

Lampiran 4. Penentuan persen Fenol Teroksidasi, dan Berat BaCO₃

Tabel L.4.1 Persen Fenol Teroksidasi yang dihasilkan pada Oksidasi Fenol dengan Variasi pH

pH	Rerata	A1	A2	C1	Pengenceran	Cs(ppm)	Co(ppm)	Teroksidasi(ppm)	%
2	0,2234	0,2014	0,2455	12,84	20	256,84	321,26	64,42	20,05
3	0,1889	0,1726	0,2053	10,85	10	108,59	321,26	212,67	66,19
4	0,3852	0,4026	0,3679	22,14	10	221,41	321,26	99,85	31,08
5	0,3143	0,3259	0,3028	18,06	10	180,67	321,26	140,60	43,76
6	0,3133	0,3127	0,314	18,01	10	180,08	321,26	141,17	43,95
7	0,3233	0,3278	0,3189	18,58	10	185,83	321,26	135,43	42,15

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

T (menit)	A1	A2	A3	Fp	C1	C2	C3	C rerata	Cs(ppm)	Co(ppm)	Teroksidasi (ppm)	%
30	0,2036	0,2124	0,2122	10	11,701	12,207	12,195	12,034	120,34	321,264	200,919	62,54
50	0,187	0,1907	0,1917	10	10,747	10,96	11,01	10,908	109,08	321,264	212,183	66,04
70	0,1707	0,1713	0,1719	10	9,810	9,844	9,879	9,844	98,44	321,264	222,816	69,35
90	0,1534	0,1575	0,1574	10	8,816	9,051	9,046	8,971	89,71	321,264	231,551	72,07
110	0,1533	0,1345	0,1343	10	8,810	7,729	7,718	8,086	80,86	321,264	240,402	74,83
130	0,1535	0,1347	0,1348	10	8,821	7,741	7,747	8,103	81,03	321,264	240,229	74,77
150	0,1537	0,1346	0,1345	10	8,833	7,735	7,729	8,099	80,99	321,264	240,268	74,78

Tabel L.4.3 Laju Reaksi Fenol Teroksidasi Variasi Konsentrasi

C (ppm)	rata2 A	A1	A2	C1	fp	Cs (ppm)	Co (ppm)	Teroksidasi(ppm)	Laju Reaksi (Molar/detik)	%
300	0,159	0,1527	0,1656	9,1466	10	91,465	321,264	229,798	$1,22 \times 10^{-5}$	71,52
400	0,28	0,2769	0,2839	16,115	10	161,149	423,448	262,298	$1,39 \times 10^{-5}$	61,94
500	0,373	0,3587	0,3872	21,434	10	214,339	526,667	312,327	$1,66 \times 10^{-5}$	59,30
600	0,293	0,2827	0,3024	16,813	10	168,132	631,034	462,902	$2,46 \times 10^{-5}$	73,35
700	0,559	0,5479	0,5693	32,103	10	321,034	722,644	401,609	$2,13 \times 10^{-5}$	55,57

Tabel L.4.4 Berat BaCO₃ yang Dihasilkan pada Oksidasi Fenol dengan Variasi pH dan Konsentrasi

Perlakuan		Berat BaCO ₃ yang diperoleh (mg)				mmol BaCO ₃	mmol Fenol
		1	2	Total	Rerata		
pH	2	50	40	90	45	0,228	0,171
	3	100	90	190	95	0,482	0,565
	4	60	50	110	55	0,279	0,265
	5	80	75	155	77,5	0,393	0,373
	6	85	70	155	77,5	0,393	0,375
	7	60	50	110	55	0,279	0,360
Konsentrasi (ppm)	321	121	105	226	113	0,573	0,611
	423	92	86	178	89	0,451	0,697
	526	84	77	161	80,5	0,408	0,830
	631	187	196	383	191,5	0,972	1,231
	722	55	68	123	61,5	0,312	1,068

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		
2	27,942	12,164	40,107	20,053
3	69,123	63,273	132,397	66,198
4	27,978	34,186	62,164	31,082
5	41,699	45,831	87,531	43,765
6	44,060	43,828	87,889	43,944
7	41,359	42,951	84,311	42,155
		Σ	494,4	247,200

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

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor koreksi (FK)} &= \frac{(Total\ ulangan)^2}{jumlah\ seluruh\ observasi} \\
 &= \frac{494,4^2}{12} \\
 &= 20369.344
 \end{aligned}$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. Jumlah Kuadrat Total (JKT)

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^p X_{ij}^2 - FK \\
 &= [(27,942)^2 + + (42,951)^2] - 20369.344 \\
 &= 2549,668
 \end{aligned}$$

b. Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^n \left(\sum_{j=1}^p X_{ij} \right)^2}{3} - FK$$

$$= \frac{(40,107^2 + \dots + 84,311^2)}{2} - 20369.344$$

$$= 2378,983$$

c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$(JKG) = JK \text{ Total} - JK \text{ Perlakuan}$$

$$= 2549,668 - 2378.983$$

$$= 170,684$$

3. Analisa Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$(KTP) = \frac{JK \text{ Perlakuan}}{DB \text{ Perlakuan}}$$

$$= \frac{2378,98}{5}$$

$$= 475,796$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$(KTG) = \frac{JK \text{ Galat}}{DB \text{ Galat}}$$

$$= \frac{170,684}{6}$$

$$= 28,447$$

c. Menghitung nilai F

$$F_{\text{Hitung}} = \frac{KT \text{ Perlakuan}}{KT \text{ Galat}}$$

$$= \frac{475,796}{28,447}$$

$$= 16,725$$

$F_{\text{Tabel}} (f_1, f_2) = (5, 6)$ pada taraf nyata 5 % = 13.051

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

Sumber Keragaman	Db	JK	KT	F	F
				Hitung	Tabel
Perlakuan	5	2378,983	475,796	16,725	13,051
Galat	6	170,684	28,447		
Total	11	2549,668	504,243		

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

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

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

$$BNT_{(0,05)} = t_{(0,05/2,dbG)} \sqrt{\frac{2KTG}{n}} = 2,447 \times \sqrt{\frac{2 \times 28,447}{2}} = 13,051$$

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

pH		2	3	4	5	6	7
fenol awal			66,20	31,08	43,76	43,94	42,15
		0	*46,14	11,02	23,71	23,89	22,10
3	66,20		0	*35,11	*22,43	*22,25	*24,04
4	31,08			0	12,68	12,86	11,07
5	43,76				0	0,179	1,61
6	43,94					0	1,788
7	42,15						0

(*) = berbeda nyata pada taraf 5%
BNT 5% = 13,051

Lampiran 6. Uji Statistik Oksidasi Fenol Pengaruh Konsentrasi

Tabel L.6.1 Data Absorbansi Fenol Hasil Oksidasi Pengaruh Konsentrasi

C	Laju reaksi (Molar/detik)		Total laju reaksi	Total kuadrat laju reaksi	Rerata Laju reaksi
	v1	v2			
300	$1,2 \times 10^{-5}$	$1,24 \times 10^{-5}$	$2,44 \times 10^{-5}$	$5,97 \times 10^{-10}$	$1,22 \times 10^{-5}$
400	$1,38 \times 10^{-5}$	$1,40 \times 10^{-5}$	$2,79 \times 10^{-5}$	$7,78 \times 10^{-10}$	$1,39 \times 10^{-5}$
500	$1,61 \times 10^{-5}$	$1,70 \times 10^{-5}$	$3,32 \times 10^{-5}$	$1,10 \times 10^{-9}$	$1,66 \times 10^{-5}$
600	$2,43 \times 10^{-5}$	$2,49 \times 10^{-5}$	$4,92 \times 10^{-5}$	$2,42 \times 10^{-9}$	$2,46 \times 10^{-5}$
700	$2,18 \times 10^{-5}$	$2,16 \times 10^{-5}$	$4,35 \times 10^{-5}$	$1,89 \times 10^{-9}$	$2,17 \times 10^{-5}$
		Σ	$1,78 \times 10^{-4}$	$3,09 \times 10^{-9}$	$8,91 \times 10^{-5}$

Untuk melihat ada tidaknya pengaruh konsentrasi awal fenol pada katalis CoO-Zeolit terhadap kemampuan mendegradasi fenol, maka dilakukan uji statistik menggunakan uji F dengan langkah – langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor koreksi (FK)} &= \frac{(\text{Total ulangan})^2}{\text{jumlah seluruh observasi}} \\
 &= \frac{1,78 \times 10^{-4}}{10} \\
 &= 3,18 \times 10^{-9}
 \end{aligned}$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. Jumlah Kuadrat Total (JKT)

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^p X_{ij}^2 - FK \\
 &= [(1,2 \times 10^{-5})^2 + \dots + (2,16 \times 10^{-5})^2] - 3,18 \times 10^{-9} \\
 &= 2,197 \times 10^{-10}
 \end{aligned}$$

b. Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)

$$\begin{aligned}
 JKP &= \frac{\sum_{i=1}^n \left(\sum_{j=1}^p X_{ij} \right)^2}{3} - FK \\
 &= \frac{((5,97 \times 10^{-10})^2 + \dots + (1,89 \times 10^{-9})^2)}{2} - 3,18 \times 10^{-9} \\
 &= 2,191 \times 10^{-10}
 \end{aligned}$$

c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$\begin{aligned}
 (JKG) &= JK \text{ Total} - JK \text{ Perlakuan} \\
 &= 2,197 \times 10^{-10} - 2,191 \times 10^{-10} \\
 &= 6,71 \times 10^{-13}
 \end{aligned}$$

3. Analisa Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$\begin{aligned}
 (KTP) &= \frac{JK_{Perlakuan}}{DB_{Perlakuan}} \\
 &= \frac{2,191 \times 10^{-10}}{4} \\
 &= 5,47 \times 10^{-11}
 \end{aligned}$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$\begin{aligned}
 (KTG) &= \frac{JK_{Galat}}{DB_{Galat}} \\
 &= \frac{6,71 \times 10^{-13}}{5} \\
 &= 1,34 \times 10^{-13}
 \end{aligned}$$

c. Menghitung nilai F

$$\begin{aligned}
 F_{\text{Hitung}} &= \frac{KTP_{Perlakuan}}{KTG_{Galat}} \\
 &= \frac{5,477 \times 10^{-11}}{1,34 \times 10^{-13}} \\
 &= 407,848
 \end{aligned}$$

$F_{\text{Tabel}} (f_1, f_2) = (4, 5)$ pada taraf nyata 5 % = 5,19

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

Sumber Keragaman	Db	JK	KT	F	F
				Hitung	Tabel
Perlakuan	4	$2,19 \times 10^{-10}$	$5,47 \times 10^{-11}$	407,848	5,19
Galat	5	$6,71 \times 10^{-13}$	$1,34 \times 10^{-13}$		
Total	9	$2,20 \times 10^{-10}$	$5,49 \times 10^{-11}$		

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

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

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

$$\begin{aligned} \text{BNT}_{(0,05)} &= t_{(0,05/2, \text{dbG})} \sqrt{\frac{2KTG}{n}} = 2,571 \times \sqrt{\frac{2 \times (1,34 \times 10^{-13})}{2}} \\ &= 9,42 \times 10^{-7} \end{aligned}$$

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

C		300	400	500	600	700
	Laju Reaksi	$1,22 \times 10^{-5}$	$1,39 \times 10^{-5}$	$1,66 \times 10^{-5}$	$2,46 \times 10^{-5}$	$2,17 \times 10^{-5}$
300	$1,22 \times 10^{-5}$	0	* $1,72 \times 10^{-6}$	* $4,39 \times 10^{-6}$	* $1,23 \times 10^{-5}$	* $9,53 \times 10^{-6}$
400	$1,39 \times 10^{-5}$		0	* $2,66 \times 10^{-6}$	* $1,07 \times 10^{-5}$	* $7,81 \times 10^{-6}$
500	$1,66 \times 10^{-5}$			0	* $8,01 \times 10^{-6}$	* $5,14 \times 10^{-6}$
600	$2,46 \times 10^{-5}$				0	* $2,86 \times 10^{-6}$
700	$2,17 \times 10^{-5}$					0

(*) = berbeda nyata pada taraf 5%

BNT 5% = $9,42 \times 10^{-7}$

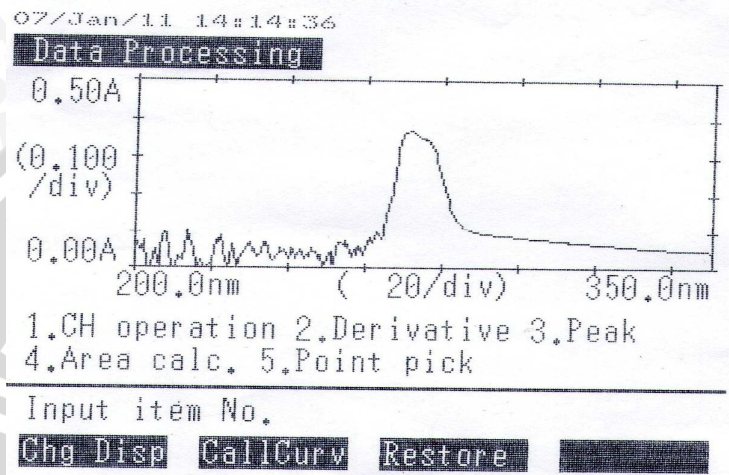
Tabel L.6.4. Selisih Rerata antar Perlakuan Oksidasi Fenol Pengaruh lama Oksidasi

t		30	50	70	90	110	130	150
	Persen	62,54	66,04	69,35	72,07	74,83	74,77	74,78
30	62,54	0	*3,506	*6,815	*9,534	*12,289	*12,236	*12,248
50	66,04		0	*3,309	*6,0286	*8,783	*8,729	*8,741
70	69,35			0	*2,7191	*5,474	*5,420	*5,432
90	72,07				0	*2,754	*2,701	*2,713
110	74,83					0	0,053	0,041
130	74,77						0	0,011
150	74,78							0

(*) = berbeda nyata pada taraf 5%
 BNT 5% = 2,59

Lampiran 7. Penentuan Kadar Fenol yang Teroksidasi oleh Katalis CoO-Zeolit dengan Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

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 271,5 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 Rerata
0	0	0	0
5	0,1077	0,1115	0,1096
10	0,1943	0,1889	0,1916
20	0,3427	0,3411	0,3419
30	0,4987	0,4991	0,4989
40	0,7101	0,7039	0,707

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	5	0,1096	25	0,012012	0,548
3	10	0,1916	100	0,036711	1,916
4	20	0,3419	400	0,116896	6,838
5	30	0,4989	900	0,248901	14,967
6	40	0,707	1600	0,499849	28,28
			3025	0,914369	52,549

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

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

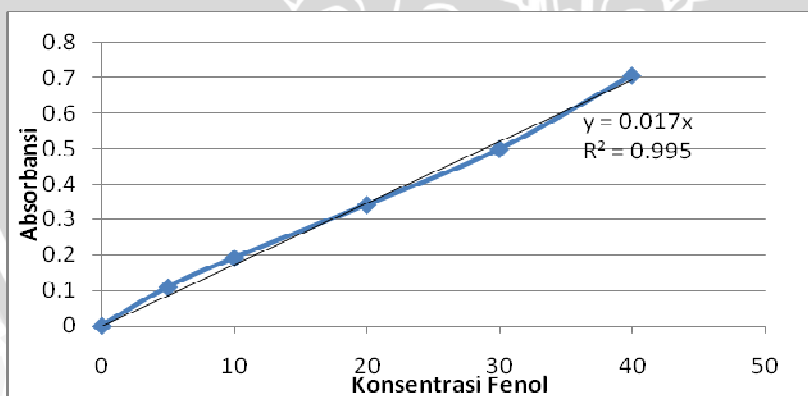
$$a = \frac{52,549}{3025}$$

$$a = 0,0173$$

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

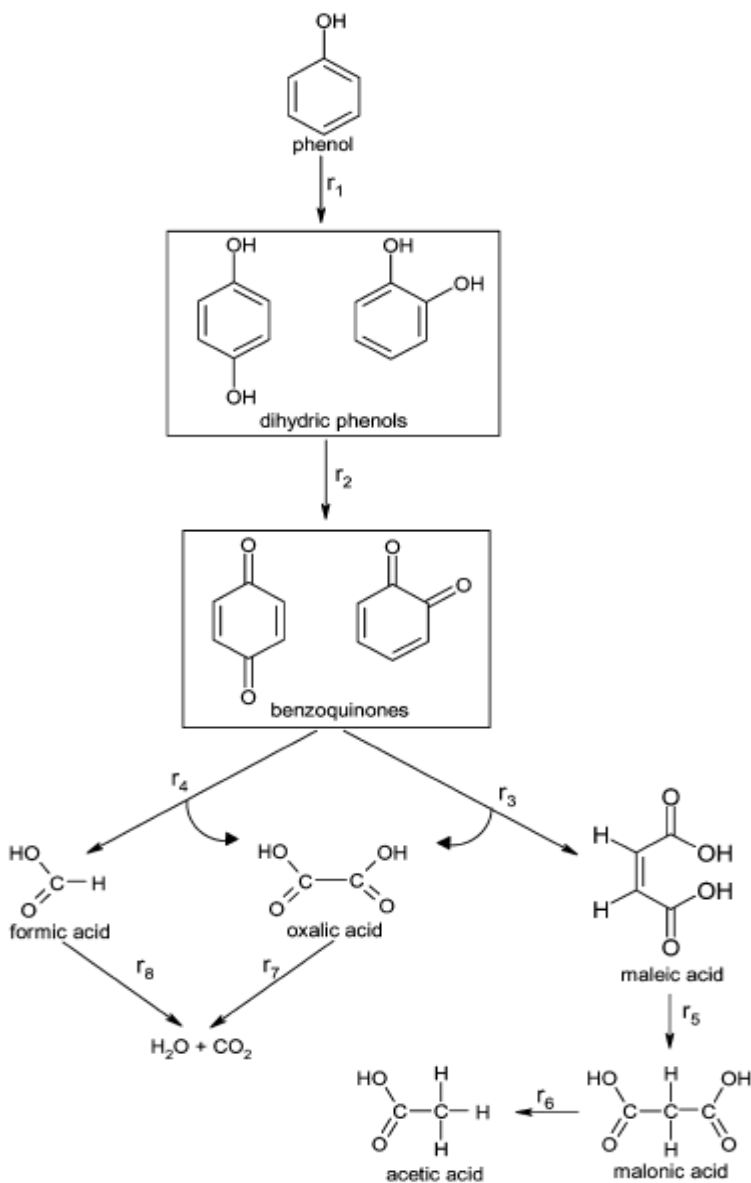
$$R^2 = \frac{52,549}{\sqrt{(3025)(0,914369)}}$$

$$R^2 = 0,995$$



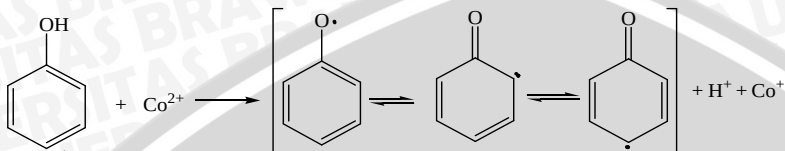
Gambar L.7.2 Grafik Kurva Baku Larutan Standar Fenol

Lampiran 8. Mekanisme Oksidasi Fenol

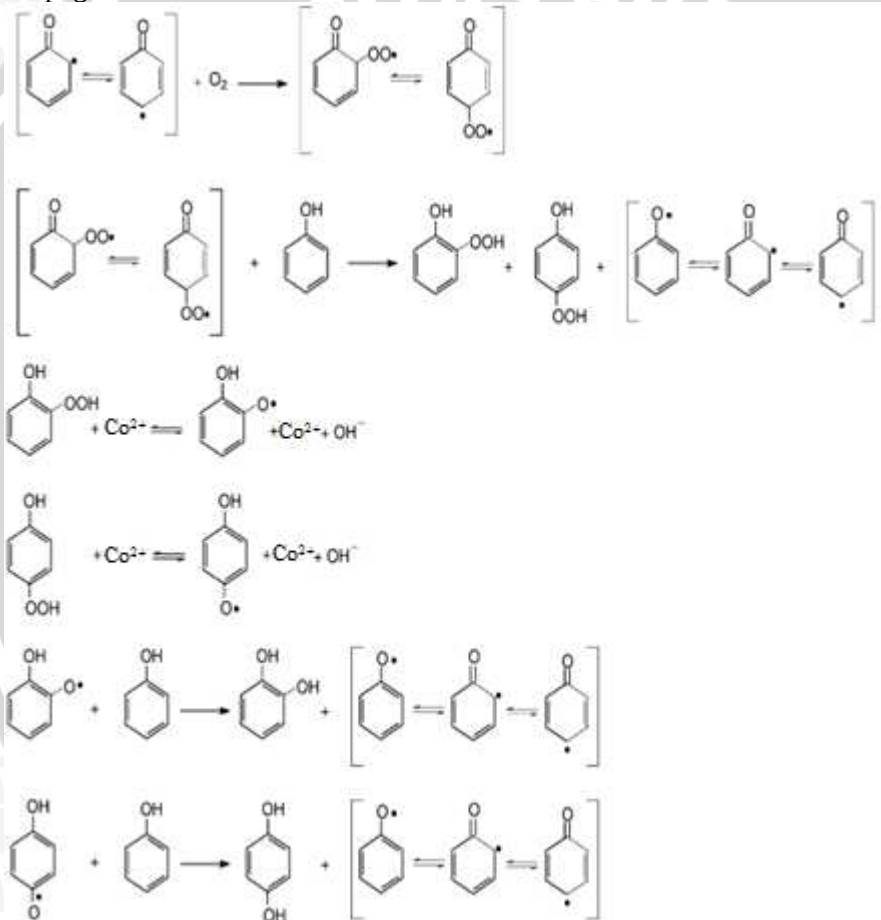


Lampiran 8. Mekanisme Oksidasi Fenol dengan Katalis Co^{2+}

Inisiasi



Propagasi



Lampiran 9. Penentuan Angka COD (Chemical Oxygen Demand)

Larutan FAS (ferro ammonium sulfat)

0,05 M atau 9,8 gram ferro ammonium sulfat ditambah 10 mL H_2SO_4 pekat diencerkan dijadikan 500 mL

Perhitungan :

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

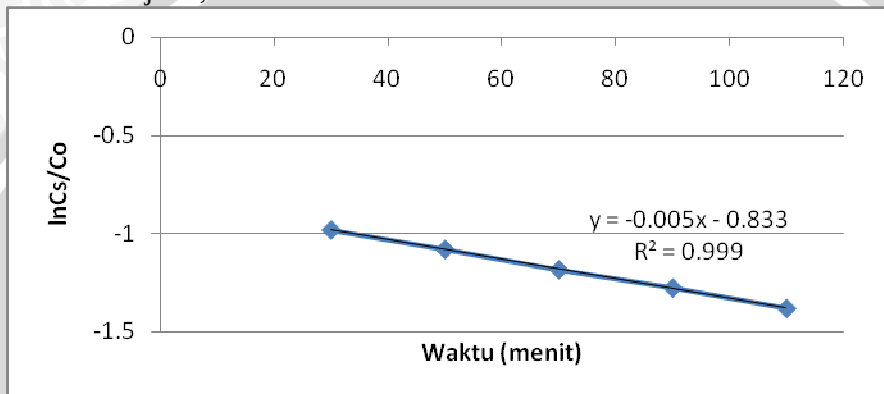
$$\begin{aligned} \text{ppm COD sebelum dioksidasi} &= (17,6 - 10,8) \text{ mL} \times 0,05 \text{ M} \times \frac{8000}{20 \text{ mL}} \times 10 \\ &= 1360 \text{ ppm O}_2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ppm COD setelah dioksidasi} &= (17,6 - 14,8) \text{ mL} \times 0,05 \text{ M} \times \frac{8000}{20 \text{ mL}} \times 10 \\ &= 560 \text{ ppm O}_2 \end{aligned}$$



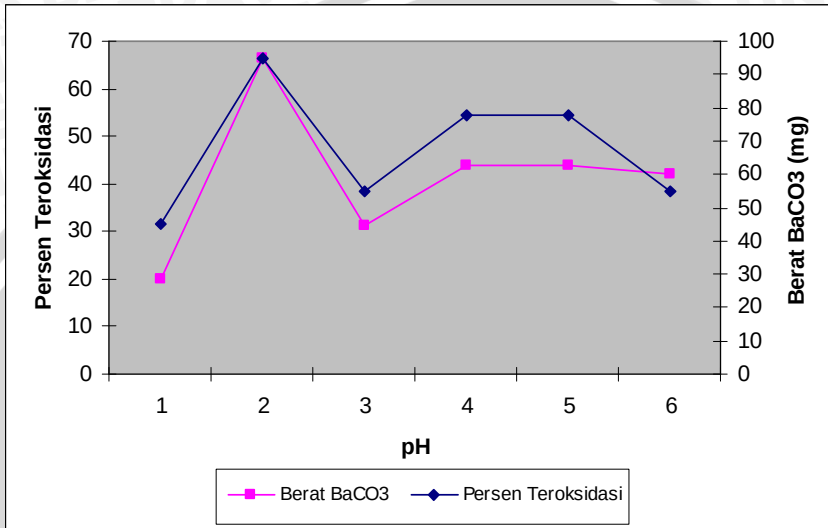
Lampiran 10. Penentuan Laju Reaksi

Reaksi oksidasi fenol dengan katalis CoO-zeolit merupakan reaksi berorde satu terhadap fenol dilihat dari nilai R^2 yang mendekati 1 ditunjukkan pada Gambar L.4.5. Selama waktu 110 menit diperoleh konstanta laju $-0,005 \text{ menit}^{-1}$



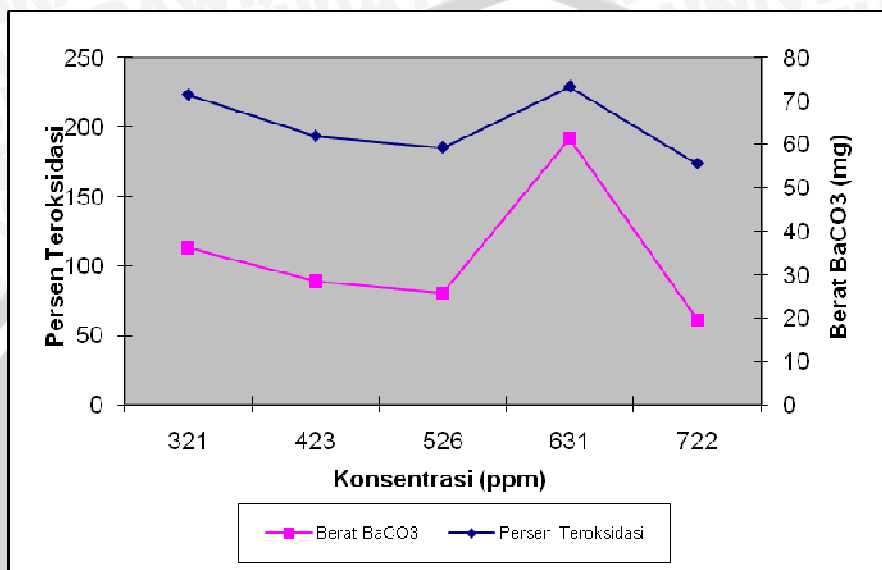
Gambar L.4.5 Grafik Reaksi Orde 1

Lampiran 11. Grafik Pengaruh pH dan konsentrasi Terhadap Persen Teroksidasi dan Berat BaCO₃



Gambar L.4.6 Grafik Pengaruh pH Terhadap Persen Teroksidasi dan Berat BaCO₃

pH	Persen Teroksdasi	Berat BaCO ₃ (mg)
2	20,05	45
3	66,19	95
4	31,08	55
5	43,76	77.5
6	43,94	77.5
7	42,15	55



Gambar L.4.7 Grafik Pengaruh Konsentrasi Terhadap Persen Teroksidasi dan Berat BaCO₃

Konsentrasi	Persen Teroksidasi	Berat BaCO ₃ (mg)
321	71,52	113
423	61,94	89
526	59,30	80,5
631	73,35	191,5
722	55,57	61,5
321	71,52	113

Lampiran 12. Gambar Rangkaian Alat Oksidasi Fenol



1

2

3

4

5

6

7

8

Keterangan:

- 1 = Penampung Hasil Oksidasi
- 2 = Kondensor
- 3 = Pipa Siku (adapter)
- 4 = Mantel Pemanas
- 5 = Labu Alas Bulat Leher 3 yang berisi fenol dan katalis
- 6 = Termometer
- 7 = Selang Gas Oksigen
- 8 = *flowmeter*