

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembahasan ini terbagi menjadi dua bagian, yaitu pembuatan adsorben dan uji kinerja adsorben tersebut untuk menyisihkan *phenanthrene* dari dalam air.

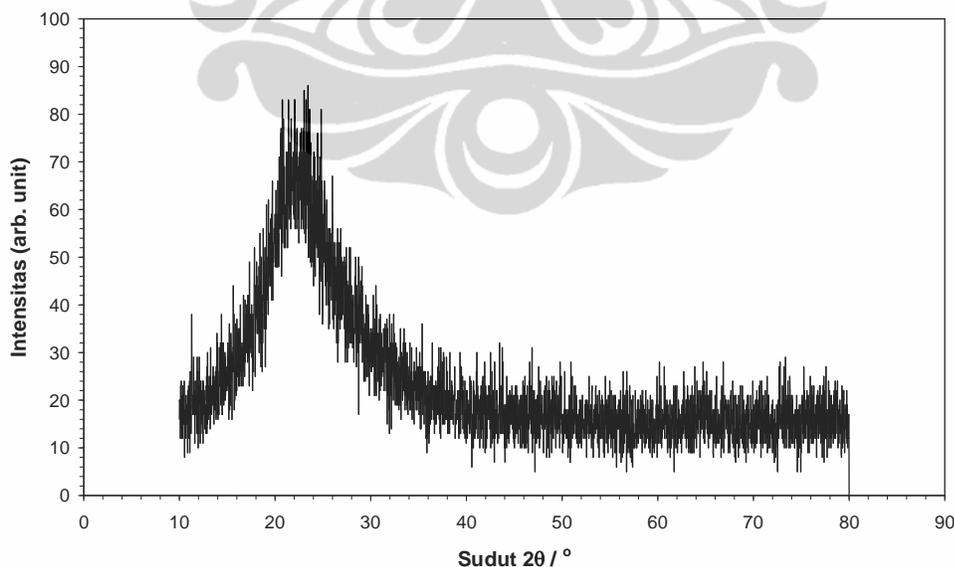
#### 4.1 Pembuatan adsorben

---

Pembuatan adsorben terdiri dari 2 tahap, yaitu tahap pembentukan komposit oksida besi pada silika dan tahap fungsionalisasi komposit tersebut menjadi adsorben untuk menyisihkan *phenanthrene* dari dalam air.

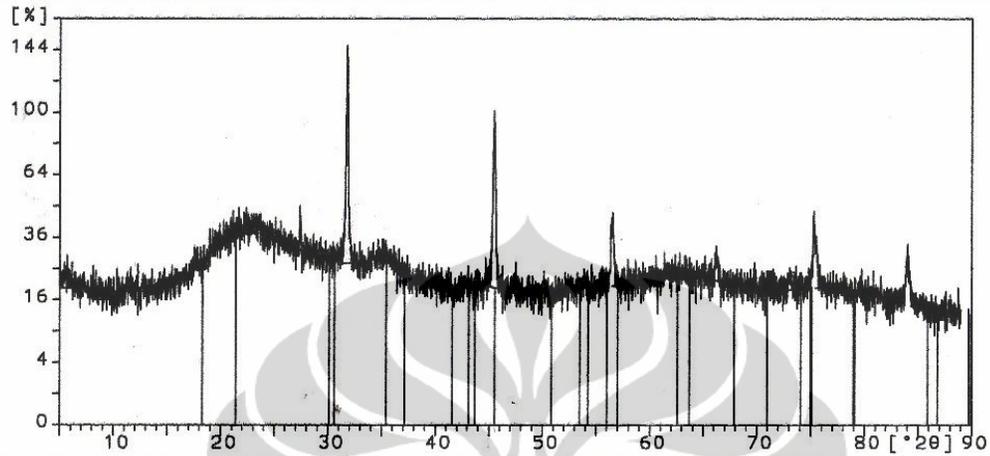
##### 4.1.1 Pembentukan komposit

Hasil analisa XRD memperlihatkan bahwa komposit oksida besi pada silika berhasil dibuat. Pada Gambar 4.1 terlihat profil XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk silika aerosil, sedangkan Gambar 4.2 dan 4.3 merupakan profil XRD bagi komposit dengan rasio Fe/Si 19,41% yang belum dikalsinasi dan setelah kalsinasi.



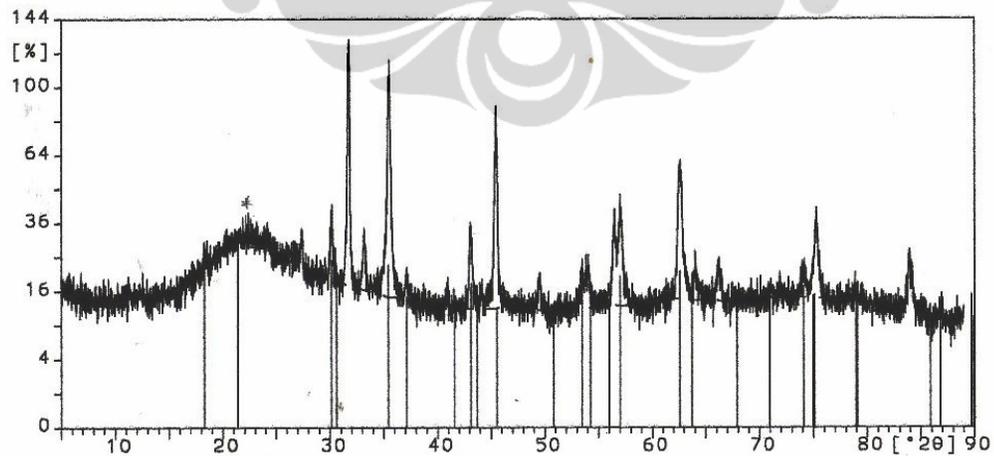
Gambar 4.1 Profil XRD (*X-Ray Diffraction*) Silika Aerosil

Gambar 4.1 menunjukkan struktur silika aerosil yang berbentuk amorf. Pada profil tersebut tidak terdapat puncak-puncak.



Gambar 4.2 Profil XRD (*X-Ray Diffraction*) sebelum proses kalsinasi

Pada Gambar 4.2 di atas terlihat adanya senyawa  $\text{SiO}_2$  yang berbentuk amorf seperti Gambar 4.1. Senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  belum terlihat pada gambar tersebut karena material komposit tersebut belum mengalami proses kalsinasi. Puncak-puncak yang tampak pada Gambar 4.2 diperkirakan representasi dari senyawa Fe yang lain.

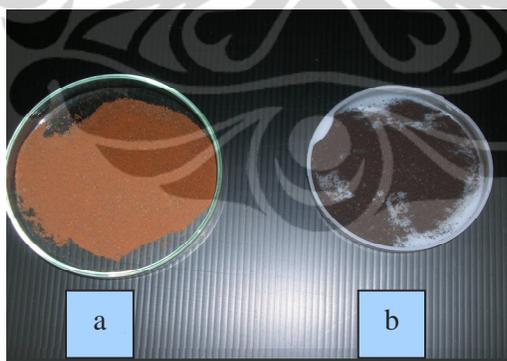


Gambar 4.3 Profil XRD (*X-Ray Diffraction*) setelah proses kalsinasi

Puncak-puncak yang merepresentasikan senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terlihat pada Gambar 4.3, yaitu pada posisi  $2\theta$  sama dengan  $35^\circ$ ,  $45,5^\circ$ ,  $62^\circ$ ,  $57^\circ$ ,  $30^\circ$ . Gambar 4.3 merupakan profil XRD dari material komposit yang telah mengalami proses kalsinasi pada temperatur  $490^\circ\text{C}$  pada kondisi sedikit oksigen (menggunakan aliran gas nitrogen). Profil XRD untuk senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit) pada percobaan yang dilakukan Balakrishnan, dkk memberi puncak-puncak pada posisi  $2\theta$  sama dengan  $35^\circ$ ,  $45,5^\circ$ ,  $62^\circ$ ,  $56^\circ$ ,  $30^\circ$  (Balakrishnan, dkk, 2005).

Untuk komposit dengan rasio Fe/Si 9,98% dan 8,56%, pada profil XRD kedua adsorben tersebut terlihat puncak-puncak pada posisi  $2\theta$  sama dengan  $31,9^\circ$  dan  $45,5^\circ$ . Kedua puncak tersebut diperkirakan merupakan representasi dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pula, meskipun terjadi sedikit pergeseran dari  $30^\circ$  ke  $31,9^\circ$ . Puncak-puncak lainnya tidak tampak kemungkinan karena jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang lebih sedikit. Sementara untuk adsorben yang telah difungsionalisasi dengan senyawa silan, terlihat tambahan puncak pada  $10,5^\circ$ , selain puncak pada  $31,9^\circ$  dan  $45,5^\circ$ . Puncak baru ini lebih merepresentasikan silika. Gambar ketiga profil XRD tersebut dapat dilihat pada lampiran 2.

Hasil komposit oksida besi pada silika yang telah dibuat dapat dilihat pada Gambar 4.4 berikut ini.

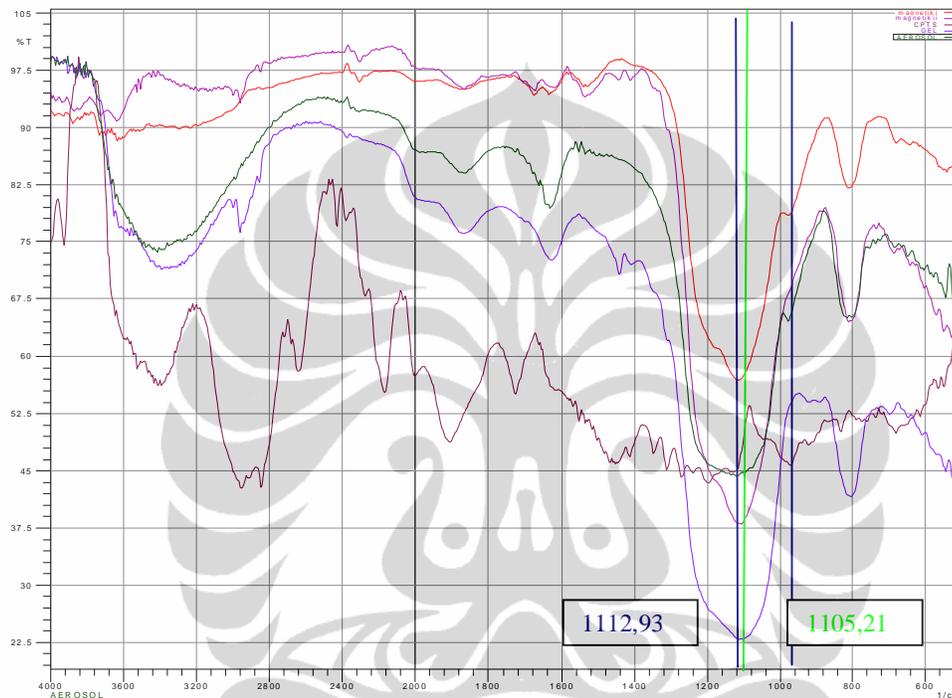


Gambar 4.4 Komposit oksida besi pada silika yang tidak dikalsinasi (a) komposit oksida besi pada silika yang telah dikalsinasi (b)

Pada Gambar 4.4 terlihat bahwa komposit yang telah dikalsinasi berwarna hitam, warna ini adalah warna yang dimiliki oleh senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hal ini sesuai dengan hasil uji XRD pada Gambar 4.3 yang menunjukkan telah terbentuknya senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

#### 4.1.2 Fungsionalisasi komposit

Fungsionalisasi komposit dilakukan dengan mereaksikan material komposit dengan senyawa *3-chloropropyltrimethoxysilane*. Hasil proses fungsionalisasi material komposit dapat dilihat pada hasil analisa FT-IR yang terlihat pada Gambar 4.5 berikut ini.



Gambar 4.5 Spektrum FT-IR yang merepresentasikan proses fungsionalisasi material komposit

Ket : hijau = silika aerosil  
 ungu tua = silika aerosil yang direaksikan dengan senyawa silan  
 coklat = senyawa silan  
 merah = material komposit sebelum direaksikan dengan senyawa silan  
 ungu muda = material komposit setelah bereaksi dengan senyawa silan

Sebelum proses fungsionalisasi, spektra material komposit (berwarna merah) memiliki puncak pada bilangan gelombang 1112,93 dan 975,98  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak pada bilangan gelombang 975,98 sama dengan puncak yang dimiliki oleh silika aerosil (hijau), daerah bilangan gelombang ini menunjukkan gugus silanol (Si-OH) pada silika. Percobaan yang dilakukan oleh Pruthitkul dan Liewchirakorn menunjukkan gugus silanol pada TEOS berada pada bilangan gelombang 952  $\text{cm}^{-1}$  (Pruthitkul dan Liewchirakorn, 2008). Bilangan gelombang 1112,93 mendekati

puncak yang dimiliki oleh silika aerosil pula, yaitu 1116,78. Pergeseran puncak pada material komposit diperkirakan karena adanya senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Kehadiran Fe pada sistem Fe dan Si akan menggeser puncak material yang mengandung sistem tersebut (Van De Leest dan Roozeboom, 2008).

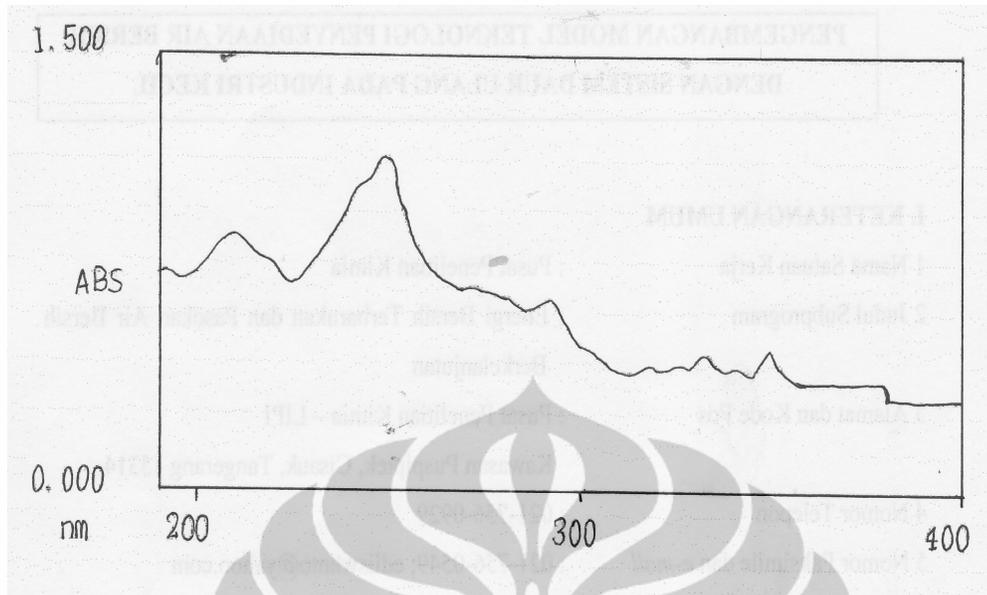
Setelah proses fungsionalisasi, spektra material komposit (ungu muda) memiliki puncak pada bilangan gelombang 1105,21 dan 569,00, sedangkan puncak pada bilangan gelombang 975,98 hilang. Hilangnya puncak pada 975,98 merepresentasikan bereaksinya gugus silanol (Si-OH) dengan senyawa silan untuk membentuk gugus siloksan (Si-O-Si). Puncak pada bilangan gelombang 569,00 merepresentasikan adanya rentangan simetris siloksan (Si-O-Si) (Pruthikul dan Liewchirakorn, 2008), sedangkan puncak pada bilangan gelombang 1105,21 menunjukkan rentangan asimetris siloksan (Smith, 1999). Fenomena hilangnya puncak pada bilangan gelombang 975,98 terjadi pula pada silika aerosil yang direaksikan dengan senyawa silan (ungu tua). Puncak lain yang dimiliki silika aerosil setelah bereaksi dengan senyawa silan adalah pada bilangan gelombang 1112,93. Perbedaan antara puncak pada material komposit (1105,21) dan silika aerosil (1112,93) diperkirakan karena adanya ikatan Fe-O-Si yang terbentuk, selain Si-O-Si. Ikatan Fe-O-Si berasal dari reaksi antara  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan senyawa silan. Ikatan ini memiliki puncak pada daerah bilangan gelombang 1100-1040 dan bersifat hidrofobik (Durdureanu-Angheluta, dkk, 2008).

Fenomena yang serupa terjadi pada komposit yang mempunyai rasio Fe/Si 9,98% dan 8,56%, tetapi dengan kecenderungan puncak-puncak bergeser ke arah kanan (nilai bilangan gelombang yang lebih kecil). Spektra FTIR tersebut dapat dilihat pada lampiran 3.

## 4.2 Uji kinerja

---

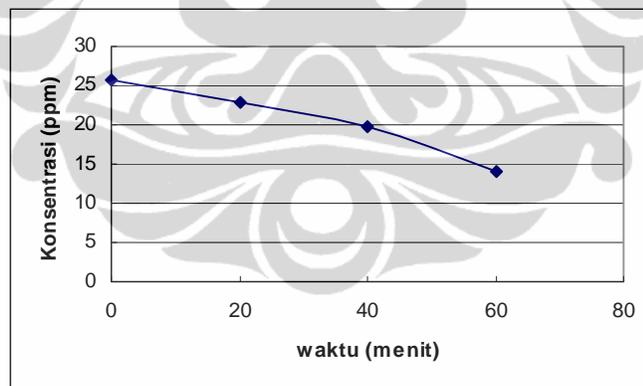
Uji kinerja adsorben dilakukan terhadap senyawa target *phenanthrene*. Konsentrasi *phenanthrene* dalam air dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV pada panjang gelombang 250 nm. Gambar 4.6 menunjukkan spektrum *phenanthrene* pada panjang gelombang 200-400 nm.



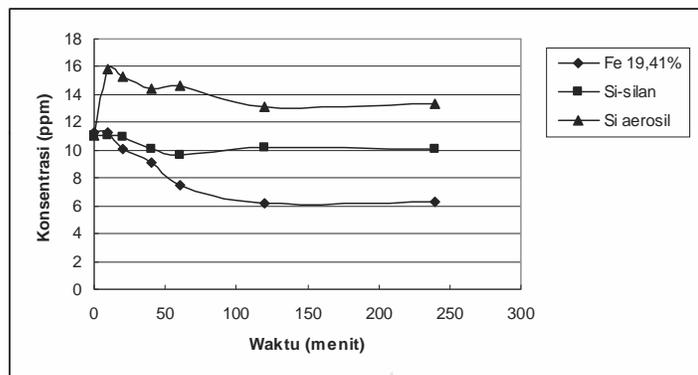
Gambar 4.6 Spektrum *phenanthrene* pada daerah 200-400 nm

#### **4.2.1 Pengaruh konsentrasi awal *phenanthrene* dan konsentrasi Fe**

Uji penyisihan *phenanthrene* dalam air dengan konsentrasi awal 25 ppm dan 12 ppm dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan 4.8 berikut ini.



Gambar 4.7 Profil perubahan konsentrasi *phenanthrene* dalam air untuk konsentrasi awal 25 ppm dengan menggunakan adsorben Fe/Si 19,41%



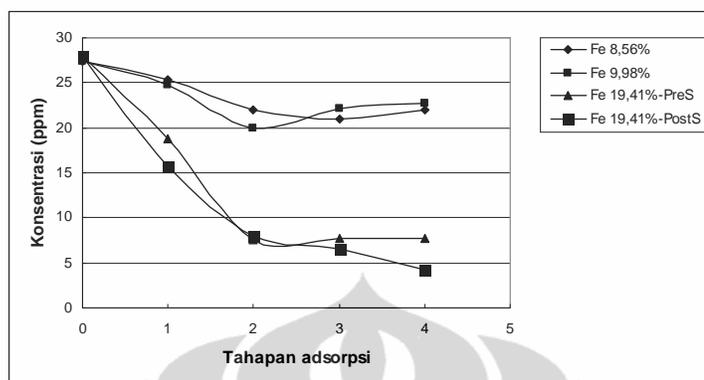
Gambar 4.8 Profil perubahan konsentrasi *phenanthrene* dalam air untuk konsentrasi awal 12 ppm

Penyisihan *phenanthrene* dalam air dengan konsentrasi awal 25 ppm memberikan efisiensi penyisihan sebesar 45,6 %, sedangkan konsentrasi awal 12 ppm memberikan efisiensi penyisihan sebesar 33,6% oleh adsorben 20%. Efisiensi penyisihan sebesar 12% diberikan oleh silika yang direaksikan dengan silan. Sedangkan penyisihan *phenanthrene* oleh silika aerosil menunjukkan peningkatan konsentrasi *phenanthrene* dalam air. Hal ini terjadi diperkirakan karena silika menyerap air, sehingga terjadi peningkatan konsentrasi *phenanthrene*. Konsentrasi awal *phenanthrene* yang semakin kecil memberikan efisiensi penyisihan yang semakin kecil pula. Hal ini menunjukkan peran konsentrasi awal sebagai *driving force* bagi proses penyisihan *phenanthrene*. Rendahnya efisiensi penyisihan oleh silika yang direaksikan dengan silan memperlihatkan pengaruh kehadiran senyawa  $Fe_3O_4$  yang signifikan terhadap proses adsorpsi *phenanthrene*.

Efisiensi sebesar 45,6% yang diperoleh masih relatif rendah apabila dibandingkan dengan efisiensi penyisihan yang diberikan oleh adsorben IOB (*inorgano-organo-bentonite*) yang mampu menghasilkan efisiensi sebesar 99% dengan konsentrasi awal 30 ppm *phenanthrene* (Ma dan Zhu, 2006). Hal ini terjadi kemungkinan karena adanya unsur organik, yaitu surfaktan CTMAB (*cetyltrimethylammoniumbromide*) dalam komposisi IOB.

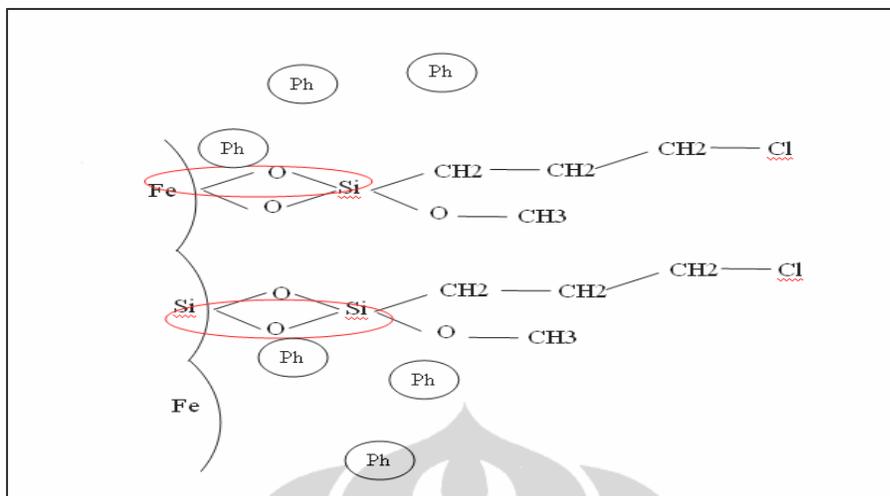
Pengaruh konsentrasi Fe terhadap proses penyisihan *phenanthrene* dilakukan dengan menggunakan adsorben yang memiliki rasio Fe/Si 8,56%,

9,98%, dan 19,41% secara bertingkat. Profil penurunan konsentrasi *phenanthrene* selama proses adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 4.9 di bawah ini.



Gambar 4.9 Profil perubahan konsentrasi *phenanthrene* dalam air pada konsentrasi awal 28 ppm

Gambar 4.9 memperlihatkan bahwa adsorben dengan konsentrasi Fe sebesar 19,41% mampu mengadsorpsi *phenanthrene* paling banyak. Efisiensi penyisihan yang diberikan adalah 85,12% setelah melalui 4 tahap proses adsorpsi dengan waktu kontak masing-masing 1 jam. Setelah konsentrasi *phenanthrene* mencapai 8 ppm, maka proses adsorpsi menjadi kurang efisien. Hal ini menunjukkan bahwa adsorben tersebut menjadi kurang aktif pada konsentrasi rendah. Peningkatan konsentrasi Fe dalam adsorben yang diikuti oleh peningkatan jumlah *phenanthrene* yang teradsorpsi oleh adsorben tersebut menunjukkan bahwa ikatan Fe-O-Si berpengaruh besar terhadap kemampuan adsorpsi adsorben. Peningkatan konsentrasi Fe memberikan kemungkinan terbentuknya ikatan Fe-O-Si yang lebih banyak pada permukaan adsorben, sehingga hidrofobisitas adsorben meningkat. *Phenanthrene* yang bersifat hidrofobik pun cenderung lebih mendekati diri ke adsorben dengan hidrofobisitas yang lebih tinggi. Kemungkinan mekanisme adsorpsi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.10 di bawah ini.



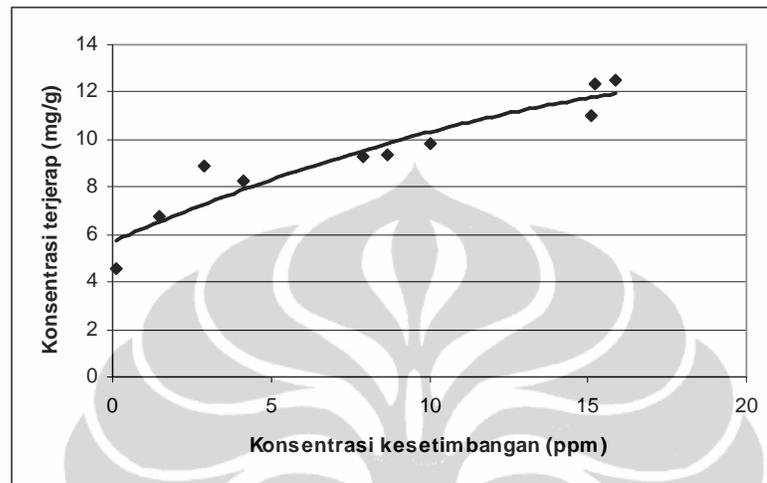
Gambar 4.10 Mekanisme adsorpsi *phenanthrene* oleh adsorben yang terbuat dari komposit oksida besi pada silika

Pada Gambar 4.10 terlihat bahwa senyawa silan dapat bereaksi dengan silika membentuk ikatan Si-O-Si (dikelilingi warna merah), dan bereaksi pula dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  membentuk ikatan Fe-O-Si (dikelilingi warna merah). Kedua ikatan tersebut bersifat hidrofobik dan menjadi tempat melekatnya *phenanthrene* (Ph) pada adsorben. Mekanisme ini terjadi karena elektronegativitas Fe dan Si hampir sama, yaitu 1,9 untuk Si dan 1,83 untuk Fe, sehingga senyawa silan memiliki kecenderungan yang hampir sama untuk bereaksi dengan silika maupun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Luas permukaan partikel masing-masing adsorben adalah  $116,43 \text{ m}^2/\text{g}$ ,  $91,87 \text{ m}^2/\text{g}$ , dan  $74,68 \text{ m}^2/\text{g}$  untuk rasio Fe/Si 19,41%, 9,98%, dan 8,56%, sedangkan ukuran volume pori masing-masing adsorben adalah  $80,713 \times 10^{-3} \text{ cc/g}$ ,  $63,815 \times 10^{-3} \text{ cc/g}$ , dan  $51,910 \times 10^{-3} \text{ cc/g}$  dengan diameter pori rata-rata sebesar  $15 \text{ \AA}$ . Diameter pori-pori adsorben sebesar  $15 \text{ \AA}$  menunjukkan bahwa adsorpsi terjadi pada permukaan eksternal adsorben karena ukuran molekul *phenanthrene* adalah mendekati  $20 \text{ \AA}$  (Wang, *et al.*, 2001). Semakin besar luas permukaan adsorben, maka akan semakin banyak jumlah *phenanthrene* yang teradsorpsi karena jumlah sisi aktif yang semakin banyak. Luas permukaan adsorben sebelum fungsionalisasi lebih kecil, misalnya pada adsorben dengan rasio Fe/Si 19,41% adalah  $80,66 \text{ m}^2/\text{g}$ .

#### 4.2.2 Uji adsorpsi isotherm

Kurva adsorpsi isotherm proses penyisihan *phenanthrene* dalam air dapat dilihat pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Kurva adsorpsi isotherm untuk adsorben Fe 19,41%

Gambar 4.11 diatas memperlihatkan bahwa data-data yang diperoleh mengikuti model persamaan Langmuir. Hasil konstanta Langmuir yang diperoleh adalah 0,92; sedangkan kapasitas penyerapan maksimum yang diperoleh adalah 11,53 mg *phenanthrene*/g adsorben. Kapasitas adsorpsi maksimum ini masih di bawah nilai kapasitas adsorpsi maksimum yang dimiliki oleh IOB, yaitu sekitar 29 mg *phenanthrene*/g adsorben (diolah dari data penelitian Ma dan Zhu, 2006).