



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI DAYA ADSORPSI ORGANOCLAY
TERHADAP FENOL DALAM AIR DAN AIR LIMBAH
DEMULSIFIKASI MINYAK BUMI**

SKRIPSI

**RAHMAN ARIF MARZ
0706263334**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI DAYA ADSORPSI ORGANOCLAY
TERHADAP FENOL DALAM AIR DAN AIR LIMBAH
DEMULSIFIKASI MINYAK BUMI**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**RAHMAN ARIF MARZ
0706263334**

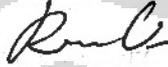
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2012**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Rahman Arif Marz

NPM : 0706263334

Tanda Tangan : 

Tanggal : 9 Januari 2012

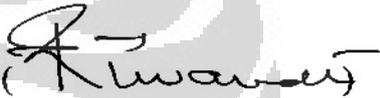
HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Rahman Arif Marz
NPM : 0706263334
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Studi Daya Adsorpsi Organoclay Terhadap Fenol dalam Air dan Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi

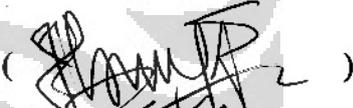
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Riwandi Sihombing

()

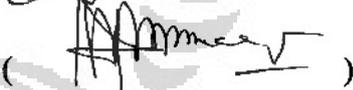
Pembimbing : Dr. Yuni Krisyuningsih. K

()

Penguji : Drs. Riswiyanto, M.Si

()

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si

()

Penguji : Drs. Ismunaryo. M, M. Phil

()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : Januari 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kehadirat Allah SWT yang senantiasa telah memberikan nikmatnya kepada kita semua. Semoga kita terus dapat berada dalam rahmat dan ridho-Nya. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains departemen kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Semoga masa perkuliahan di Universitas Indonesia ini akan menjadi hal termanis untuk tetap dikenang dan dipetik hikmahnya.

Begitu banyak doa dan dukungan yang telah diberikan untuk menyelesaikan skripsi ini, karena itu saya mengucapkan terima kasih kepada :

- (1) Dr. Riwandi Sihombing dan Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi S.Si., M.Sc., selaku dosen Pembimbing Penelitian yang telah sabar menghadapi saya dan menyediakan waktu, tenaga, serta pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini.
- (2) Dr. Ridla Bakri, M. Phil, selaku Ketua Departemen Kimia, dan Pembimbing Akademis, Prof. Dr. Sumi Hudyono PWS, serta Dosen Pengajar di Departemen Kimia yang telah banyak membagi ilmu dan senantiasa membimbing mahasiswa untuk tetap terus belajar dan berkarya.
- (3) Yang Tersayang Papa dan Mama yang selalu menanyakan kabar, memberikan kasih sayangnya dan mendukung setiap hal yang saya lakukan, serta kedua kakak saya Brian Iswara dan Marino Adzani yang selalu menyuruh saya pulang kerumah untuk *refreshing*.
- (4) Reka Nova yang selalu ada untuk saya dalam keadaan susah maupun senang.
- (5) Para sahabatku, Harun Al-Rasyid, Riska Amelia, Galuh, Adi, Petruk, Aye, Kokom, dan Ryan yang selalu mendukung saya.
- (6) Mba Ati, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Ema, Mba Elva, Pak Hedi, Pak Kiri, Pak Amin, Pak Trisno (Babe), Pak Mul, Pak Hadi, Pak Mardji, dan kakak-kakak di

Lab Afiliasi, saya mengucapkan terima kasih telah banyak membantu saya demi terselesaikannya penelitian ini.

- (7) Rekan penelitian lantai 3 yang selalu menghadirkan riang tawa juga kepanikan di setiap kondisi. Ka Rohman, Ka Sonia, Ka Narita, Bu Nurlita, Savitri, Silvi, Rosa, Riri, Rani, Yuliga, Pules, Wahyu, Santi, Hesti, Vivi, Icha, Oci, Umar, Sania, Ocha, Mumu, Dea, dan Dinda, serta Widi Sukmana rekan penelitian yang selalu dipenuhi oleh masalah dalam hidupnya, semangat Widi.
- (8) Rekan penelitian lantai 4 yang selalu bersemangat, Ikor, Sabil, Yogi, Rasti, JE, serta yang sangat tangguh dan tidak terlupakan Hadyan Adli.
- (9) Rekan penelitian lab kering yang sangat kuat dihadapan monitor, Ardila, Adi, Ka Hanum, dan Ka Firman.
- (10) Rekan penelitian di luar fakultas yang jarang berkunjung, Adit, Atur, Tyo, Kezia, Echi, Mita, serta Yomi yang telah baik hati memberi sampel.
- (11) Terima kasih buat Ari, Yomi, Widi, dan Ka Iman atas diskusinya yang sangat berharga.
- (12) Teman-teman ANODA yang sangat spesial, Edo B., Kamal K., Cimot L., Akbar M., Damar S., A Sun Ares., Aul BM., Galih B., Nan DT., Kiba T., Ricardo SD., Ilham M., dan yang lainnya.
- (13) Mantan karyawan kantin DALAS, Bree, Ikin, Ibenk, Danang, Kawel, dan Mbah Damud yang dulu selalu membuat saya tertawa.
- (14) Teman-teman yang bermuka dua yang telah menyadarkan saya bahwa seburuk-buruknya manusia pasti ada baiknya juga.
- (15) Kakak-kakak sarjana yang banyak membantu melalui tulisan skripsi dengan bahan yang sama sebelumnya, Ka Irwansyah, Ka Andy, Ka Danar, Ka Andika, Ka Diana, dan Evi.

Perjuangan panjang ini ialah nikmat tiada tara yang telah diberikan Allah kepada saya. Untuk itu, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu.

Penulis

2012

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Rahman Arif Marz
NPM : 0706263334
Program Studi : S1
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Studi Daya Adsorpsi Organoclay Terhadap Fenol dalam Air dan Air Limbah
Demulsifikasi Minyak Bumi

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Januari 2012
Yang menyatakan



(Rahman Arif Marz)

ABSTRAK

Nama : Rahman Arif Marz
Program Studi : Kimia
Judul : Studi Daya Adsorpsi Organoclay Terhadap Fenol dalam Air dan Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi

Organoclay Tapanuli (OCT) 1 KTK telah disintesis dengan memodifikasi montmorillonit (MMT) dari bentonit alam asal Tapanuli dengan surfaktan ODTMABr (Oktadesil Trimetilammonium Bromida) sebagai agen penginterkalasi, dimana kapasitas tukar kation (KTK) Na-MMT adalah 65 meq/100 gram dan konsentrasi ODTMABr yang ditambahkan adalah 1 KTK. Kemudian produk diuji kemampuan adsorpsinya terhadap fenol dengan variasi konsentrasi (40-200 ppm) sehingga didapat kapasitas adsorpsi optimum 5,35 mg fenol/gram *organoclay*, kapasitas adsorpsi ini meningkat 267,5% dari kapasitas Na-MMT. Waktu optimum OCT 1 KTK untuk mengadsorpsi fenol telah didapat setelah diuji dengan variasi waktu (3-18 jam) yaitu selama 12 jam. Pengaruh adsorpsi fenol terhadap *basal spacing organoclay* diamati dengan XRD *low angle* menunjukkan adanya peningkatan *basal spacing* dari 20,02 Å untuk OCT 1 KTK menjadi 20,53 Å untuk OCT 1 KTK setelah adsorpsi fenol. Kemudian kemampuan adsorpsi OCT 1 KTK diuji pada fenol yang terdapat pada air limbah demulsifikasi minyak bumi. Sebelum proses adsorpsi, sampel di preparasi dengan dilakukan penyaringan untuk mendapatkan fasa air yang bebas minyak dan aspal. Keberadaan dan kadar fenol diamati dengan spektrometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum 269 nm. Data yang diperoleh menunjukkan bahwa OCT 1 KTK lebih efektif dalam menyerap fenol yang berada pada air limbah demulsifikasi minyak bumi dengan waktu pengadukan selama 12 jam dibandingkan dengan 15 jam dan 18 jam, dengan jumlah fenol teradsorpsi 4,46 mg fenol/gram *organoclay*.

Kata Kunci : *organoclay*, *basal spacing*, adsorpsi, waktu optimum.
xiii+50 halaman : 21 gambar; 5 tabel
Daftar Pustaka : 37 (1981-2011)

ABSTRACT

Name : Rahman Arif Marz
Program Study : Chemistry
Title : Study of Adsorption Capability of Organoclay Towards Phenol
in Water and Demulsified Waste Petroleum Water

1 CEC organoclay from Tapanuli (OCT) has been synthesized by modified montmorillonite (MMT) from Tapanuli natural bentonite using ODTMABr (Octadecyltrimethyl Ammonium Bromide) surfactant as an intercalation agent, where the cation exchange capacity (CEC) of Na-MMT was 65 meq/100 gram and the concentration of ODTMABr added is 1 CEC. Then the adsorption capability of the product tested by varying the concentration (40-200 ppm) of phenol with the result of optimum adsorption capacity is 5.35 mg phenol/gram organoclay, the adsorption capacity was increased 267.5% of the capacity of Na-MMT. The optimum time of OCT 1 CEC for the adsorption of phenol was obtained after tested with variation of time (3-18 hours) is for 12 hours. Effect of phenol adsorption on organoclay basal spacing observed with low angle XRD shows an increase in basal spacing of initially 20.02 Å for OCT 1 CEC to 20.53 Å for OCT 1 CEC after adsorption of phenol. Then the adsorption capability of OCT 1 KTK was tested in the waste water from petroleum demulsification product. Before the adsorption process, prepare the sample by filtering the sample to get the free water phase of oil and asphalt. The presence and value of phenols were observed by spectrometry UV / Vis at $\lambda_{max} = 269$ nm. The data obtained shows that the OCT 1 CEC is more effective in absorbing phenol which is at the waste water from petroleum demulsification product with a time stirring for 12 hours compared with 15 hours and 18 hours, with the amount of phenol adsorbed 4.46 mg phenol/ gram organoclay.

Key Words : organoclay, basal spacing, adsorption, optimum time.
xiii+50 pages : 21 pictures; 5 tables
Bibliography : 37 (1981-2011)

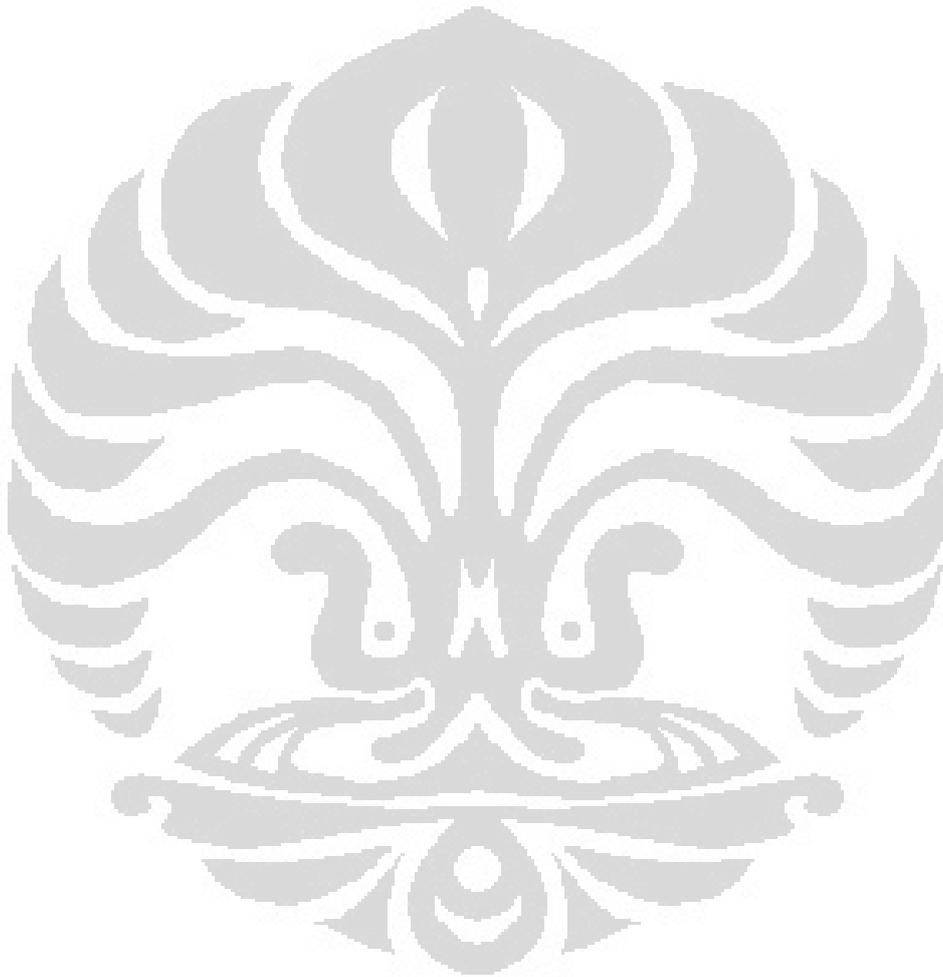
DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Hipotesis.....	3
2. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Lempung.....	4
2.2 Bentonit	7
2.3 Montmorillonit	9
2.4 Surfaktan	10
2.5 Surfaktan Oktasadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr).....	11
2.6 Organoclay	11
2.7 Fenol.....	13
2.8 Karakterisasi.....	14
2.8.1 Difraksi Sinar-X (XRD)	14
2.8.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR).....	15
2.8.3 Spektrometer UV/Visible	15
2.8.4 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)	16
3. METODE PENELITIAN	17
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat Proses	17
3.2.2 Alat Uji.....	17
3.2.3 Bahan-bahan yang digunakan	17
3.3 Prosedur kerja.....	18
3.3.1 Preparasi Bentonit.....	18

3.3.2	Fraksinasi Sedimentasi Bentonit.....	18
3.3.3	Sintesis Na-Montmorillonit	18
3.3.4	Sintesis <i>Organoclay</i>	18
3.3.5	Penentuan Kapasitas <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben Fenol.....	19
3.3.6	Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi Fenol	20
3.3.7	Preparasi Sampel Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi	20
3.3.8	Penentuan Kandungan Fenol pada Limbah Air.....	20
3.3.9	Aplikasi <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben Fenol pada Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi.....	20
3.4	Bagan Kerja.....	21
3.4.1	Preparasi Bentonit.....	21
3.4.2	Sintesis Na-Montmorillonit	21
3.4.3	Sintesis <i>Organoclay</i>	22
3.4.4	Penentuan Kapasitas <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben Fenol.....	22
3.4.5	Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi Fenol	23
3.4.6	Penentuan Kandungan Fenol pada Air Limbah.....	23
3.4.7	Aplikasi <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben Fenol pada Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi.....	23
4.	PEMBAHASAN.....	24
4.1	Preparasi Bentonit	24
4.2	Sintesis Na-Montmorillonit	26
4.3	Sintesis <i>Organoclay</i>	27
4.4	Penentuan Kapasitas <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben Fenol.....	29
4.5	Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi Fenol.....	34
4.6	Aplikasi <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben Fenol pada Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi	36
5.	KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1	Kesimpulan.....	39
5.2	Saran.....	39
	DAFTAR REFERENSI	40
	LAMPIRAN.....	43

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Tabel rasio Si/Al dan Na/Si.....	29
Tabel 4.2 Tabel adsorpsi fenol.....	30
Tabel 4.3 Besar nilai <i>d-spacing</i> F2, Na-MMT, OCT 1 KTK sebelum, dan sesudah adsorpsi fenol.....	33
Tabel 4.4 Tabel adsorpsi fenol terhadap waktu pengadukan.....	35
Tabel 4.5 Kadar fenol terserap.....	38



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Kerangka dasar pembangun lempung	4
Gambar 2.2	Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral	5
Gambar 2.3	Trioktahedral dan Dioktahedral	5
Gambar 2.4	Kaolinite	6
Gambar 2.5	Smektit	6
Gambar 2.6	Ca-bentonit dan Na-bentonit	8
Gambar 2.7	Struktur Montmorillonit	9
Gambar 2.8	Oktadesil Trietilamonium Bromida (ODTMABr)	11
Gambar 2.9	Jenis susunan surfaktan dalam lapisan organoclay	12
Gambar 2.10	Fenol	13
Gambar 2.11	Difraksi sinar-X	14
Gambar 2.12	Komponen FTIR	15
Gambar 4.1	Fraksi satu telah mengendap, fraksi dua masih membentuk suspensi	24
Gambar 4.2	Difraktogram Bentonit, F1, dan F2	25
Gambar 4.3	Skema tahapan pembuatan <i>organoclay</i>	28
Gambar 4.4	Kurva Isoterm Adsorpsi	29
Gambar 4.5	Grafik linieritas isoterm adsorpsi	31
Gambar 4.6	Pola difraktogram F2, Na-MMT, OCT 1 KTK sebelum, dan sesudah adsorpsi fenol	32
Gambar 4.7	FTIR dari OCT 1 KTK	34
Gambar 4.8	Kurva adsorpsi fenol terhadap waktu	35
Gambar 4.9	Kurva fotometrik sampel	37

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 FTIR Fraksi 2 Bentonit Tapanuli dan FTIR Na-MMT
- Lampiran 2 FTIR OCT 1 KTK dan FTIR OCT 1 KTK setelah adsorpsi fenol
- Lampiran 3 Puncak-puncak yang terdeteksi pada F2, Na-MMT, dan *Organoclay* melalui FTIR
- Lampiran 4 Data SEM Fraksi 2 dan data SEM Na-MMT
- Lampiran 5 Data SEM 1 KTK
- Lampiran 6 Kurva standar variasi konsentrasi fenol (35-100 dan 130-200 ppm)
- Lampiran 7 Kurva standar fenol untuk aplikasi pada limbah dan Tabel adsorpsi fenol pada sampel limbah
- Lampiran 8 Kurva standar fenol untuk penentuan waktu optimum dan perhitungan KTK



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring dengan kebutuhan manusia yang semakin besar, ilmu dan teknologi juga semakin berkembang untuk memenuhi kebutuhan manusia tersebut. Dengan perkembangan teknologi ini maka tidak akan luput dari pembuangan hasil penggunaan bahan-bahan dari hasil produksi oleh industri yang disebut limbah. Limbah ini akan mencemari lingkungan baik di udara, di tanah, bahkan di perairan yang biasa digunakan manusia sebagai sumber kehidupan. Oleh karena itu perlu adanya tindak lanjut untuk pencemaran lingkungan akibat limbah industri dengan cara membuat material baru yang efisien.

Membuat material baru dapat dilakukan dengan menggabungkan dua atau lebih material yang tujuannya untuk mengoptimalkan fungsi dari material-material yang digabungkan tersebut. Mineral tanah liat atau lempung yang juga biasa disebut *clay* sering digunakan dalam bidang kimia anorganik sebagai material utama. Beberapa penelitian telah menyebutkan kelebihan dan cara untuk meningkatkan kemampuan material ini.

Penelitian ini menggunakan material lempung bentonit yang merupakan sumber daya non hayati yang tersebar di Indonesia dengan jumlah yang besar. Penggunaan bentonit dalam dunia industri belakangan ini cenderung meningkat tetapi kemampuannya sebagai adsorben tidak begitu tinggi karena memodifikasi bentonit jarang dilakukan sehingga harga jualnya masih rendah. Modifikasi bentonit adalah salah satu metode untuk meningkatkan daya adsorpsinya. Salah satu cara meningkatkan daya adsorpsinya adalah dengan cara menginterkalasi senyawa organik rantai lurus dan panjang (surfaktan) ke dalam interlayer material bentonit. Tujuannya adalah agar bentonit yang semula bersifat hidrofilik, dengan adanya molekul organik rantai lurus akan memberikan sifat hidrofobik sehingga dapat berinteraksi atau mengadsorp senyawa-senyawa organik yang umumnya bersifat nonpolar.

Dalam studi awal yang telah dilakukan sebelumnya (Irwansyah, 2007), dengan menggunakan bentonit alam asal Tapanuli diketahui bahwa perbedaan

orientasi surfaktan yang tercermin dari perbedaan jarak *basal spacing* antara bentonit alam dan bentonit komersial disebabkan oleh interaksi antara *clay* dengan surfaktan. Studi selanjutnya diketahui bahwa oktadesil trimetilammonium-bentonit (ODTMA-bentonit) memiliki *basal spacing* yang lebih besar dibandingkan dengan heksadesil trimetilammonium-bentonit (HDTMA-bentonit). Pada penelitian tersebut juga diketahui bahwa senyawa organik yang lebih nonpolar akan teradsorpsi lebih besar pada ODTMA-bentonit dibandingkan pada HDTMA-bentonit (Haryani, 2010).

Selanjutnya Oktaviani (2011) melakukan studi tentang kemampuan adsorpsi molekul fenol oleh montmorillonit (MMT), Na-montmorillonit (Na-MMT), dan ODTMA-bentonit (*organoclay*), diketahui bahwa *organoclay* yang terinterkalasi (ODTMA)⁺ memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik dibandingkan dengan montmorillonit (MMT) maupun Na-montmorillonit (Na-MMT). Ada pula dalam studi tersebut membahas tentang kemampuan *organoclay* 1 KTK; 2 KTK; dan 2,5 KTK dimana *organoclay* 1 KTK memiliki *basal spacing* yang lebih besar dan kemampuan adsorpsinya yang paling baik. Namun, dalam studi tersebut belum didapatkan kemampuan optimum *organoclay* 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol. Oleh karena itu, penelitian ini mempelajari kemampuan optimum *organoclay* 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol melalui variasi konsentrasi dan juga akan mempelajari waktu optimum yang dibutuhkan *organoclay* 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol serta mempelajari kemampuan *organoclay* 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol yang berada dalam limbah air hasil demulsifikasi minyak. Selanjutnya *organoclay* 1 KTK dari Tapanuli dapat disingkat menjadi OCT (*organoclay* Tapanuli) 1 KTK.

1.2 Perumusan Masalah

1. Belum ditetapkannya kemampuan OCT dalam mengadsorpsi fenol.
2. Belum ditentukannya waktu optimum yang dibutuhkan OCT dalam mengadsorpsi fenol.
3. Belum diketahuinya kemampuan adsorpsi OCT dalam mengadsorpsi fenol yang berada dalam limbah air yang mengandung minyak hasil demulsifier.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Mengetahui kemampuan optimum OCT dalam mengadsorpsi fenol melalui variasi konsentrasi.
2. Mengetahui waktu optimum untuk proses adsorpsi fenol oleh OCT melalui variasi waktu.
3. Mempelajari karakter OCT sebelum dan sesudah mengadsorpsi fenol dengan FTIR dan XRD.
4. Melakukan uji aplikasi kemampuan OCT dalam mengadsorpsi fenol yang berada dalam limbah air yang mengandung minyak hasil demulsifier.

1.4 Hipotesa

1. Kemampuan adsorpsi fenol oleh OCT lebih baik dibandingkan Na-MMT karena OCT telah memiliki sifat hidrofilik.
2. Dengan memvariasikan konsentrasi larutan fenol, akan didapat kapasitas optimum OCT.
3. Dengan memvariasikan waktu pengadukan, dapat mengoptimalkan waktu dan jumlah fenol yang teradsorpsi pada OCT.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

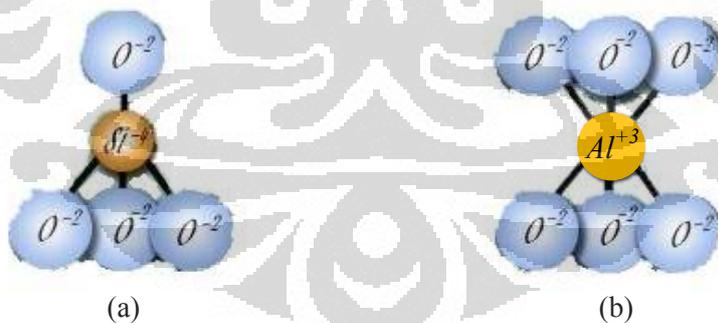
2.1 Lempung

Tanah lempung, yang merupakan mineral hasil dari pelapukan batu-batuan silika oleh asam karbonat dan sebagian oleh aktivitas panas bumi ini sangat mudah ditemukan diberbagai tempat. Lempung dikenal sebagai *silica* atau *silicate clay* dalam kosa kata ilmiah karena kandungannya sebagian besar adalah silika. Kandungan *silicate clay* ini mempunyai komposisi tertentu tergantung dari tempat ditemukannya *silicate clay* tersebut.

Lempung merupakan bagian dari kelas mineral silikat pilosilikat, dimana struktur dasarnya adalah $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$. Lempung tersusun dari dua kerangka dasar pembangun (Gambar 2.1), yaitu:

1. Tetrahedral Silikon-Oksigen ($\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$).
2. Oktahedral Aluminium.

Lapisan terluar pada permukaan luar maupun pada interlayer pada bentonit merupakan rangkaian dari tetrahedral silikon-oksigen, dimana akan memberikan muatan negatif pada permukaan luar maupun interlayer bentonit.



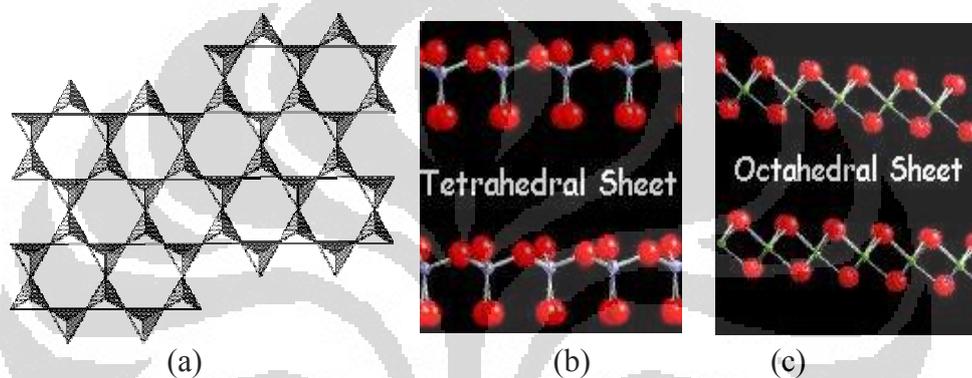
Gambar 2.1 Kerangka Dasar Pembangun Lempung.

a) tetrahedral silikon-oksigen dan b) oktahedral alumunium.

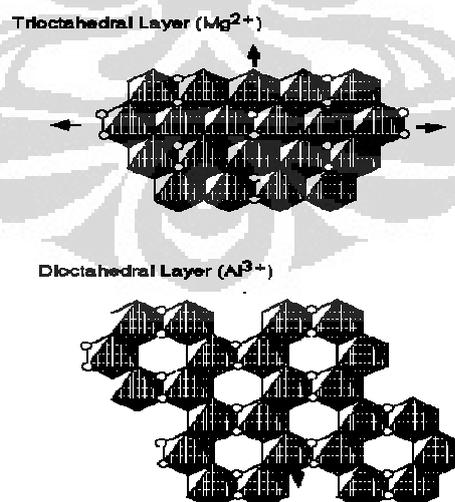
[Sumber: <http://www.eytonsearth.org/clay-chemistry.php> 29 November 2011]

Lapisan tetrahedral dibentuk dari tetrahedral silikon-oksigen yang berikatan melalui tiga dari empat atom oksigen sebagai jembatan, sehingga akan terbentuk lubang-lubang heksagonal (Gambar 2.2a). Sisa satu atom oksigen yang

tersisa akan mengarah keatas atau kebawah (Gambar 2.2b). Sedangkan pada lapisan oktahedral, tersusun oleh oktahedral yang membagi ujung-ujung oksigen dan hidroksil dengan Al, Mg, Fe^{2+} , Fe^{3+} yang disebut sebagai kation terkoordinasi. Oktahedral ini juga dapat tersusun heksagonal sehingga disebut lapisan Gibbsite (Gibbsite sheet) (Gambar 2.2c). Lapisan oktahedral dapat disusun oleh $(Fe,Mg)O_6$ atau AlO_6 sehingga terdapat dua jenis lapisan oktahedral, yaitu dioktahedral dan trioktahedral (Gambar 2.3).



Gambar 2.2 Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral

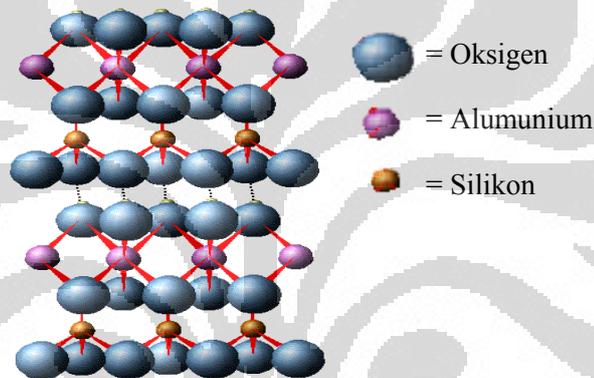


Gambar 2.3 Trioktahedral dan Dioktahedral

Berdasarkan perbedaan perbandingan komponen lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral yang menyusunnya, lempung dikelompokkan sebagai:

a. Lempung 1:1

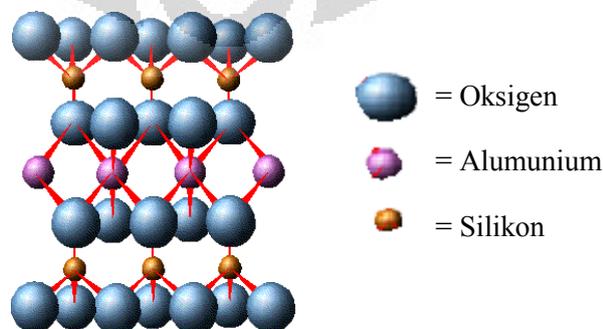
Tersusun oleh satu lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral. Struktur ini terjadi karena Si tetrahedral bergabung dengan bagian oktahedral melalui ion apikal oksigen. Akibatnya muatan pada ion oksigen ini diseimbangkan melalui ikatan dengan satu ion Si dan dua ion Al (Gambar 2.4). Kelompok lempung ini tidak dapat mengembang dan tidak dapat mengadsorpsi air maupun nutrisi. Contoh lempung 1:1 ini adalah kaolinite.



Gambar 2.4 Kaolinite

b. Lempung 2:1

Tersusun oleh dua lapisan tetrahedral yang mengapit satu lapisan oktahedral. Smektit termasuk ke dalam kelompok ini (Gambar 2.5).



Gambar 2.5 Smektit

Istilah smektit digunakan untuk menjelaskan kelompok pilosilikat 2:1 yang mampu mengembang dan mempunyai muatan *layer* permanen akibat adanya substitusi isomorfis pada lapisan oktahedral Al (terutama oleh spesi bermuatan rendah seperti Mg^{2+} , Fe^{2+} , atau Mn^{2+}) maupun pada lapisan tetrahedral Si (terutama oleh spesi Al^{3+} atau Fe^{3+}). Kation penyeimbang sangat dibutuhkan karena pada proses substitusi ini mengakibatkan total muatan negatif pada struktur lempung. Lapisan *interlayer* lempung terhidrasi, akibatnya kation dapat bergerak bebas masuk atau keluar lapisan sehingga kation penyeimbang akan berada pada *interlayer* tersebut. Keberadaan kation yang bebas masuk dan keluar pada daerah *interlayer* ini yang menyebabkan adanya kapasitas tukar kation.

2.2 Bentonit

Bentonit adalah sebuah nama lempung tertentu yang ditemukan di Fort Benton, Wyoming bagian timur. Bentonit merupakan nama dagang dari salah satu jenis lempung 2:1 dengan kerangka penyusunnya sesuai dengan kelompok pilosilikat 2:1. Fragmen lainnya pada bentonit umumnya merupakan mineral-mineral pengotor seperti kuarsa, kristobalit, feldspar, dan mineral-mineral lempung lain, tergantung keadaan lingkungannya (geologis). Menurut kamus geologi, bentonit adalah endapan karang yang dibentuk dari perubahan tempat dari abu vulkanis.

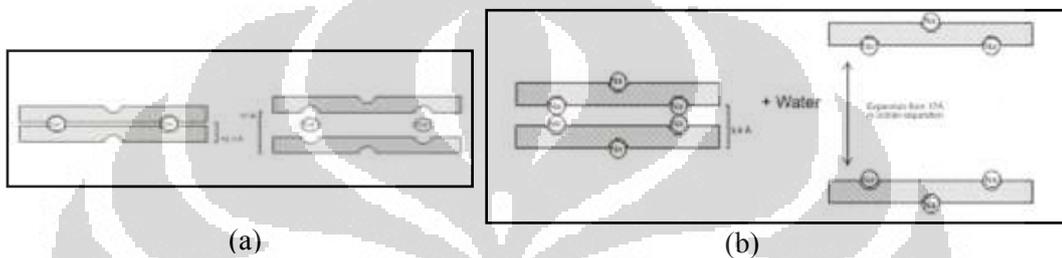
Berdasarkan tipenya, bentonite dibagi menjadi dua, yaitu:

a. Na-bentonit – *Swelling bentonite*

Na bentonit memiliki daya mengembang hingga delapan kali apabila dicampurkan ke dalam air, dan tetap terdispersi beberapa waktu di dalam air. Dalam keadaan kering berwarna putih atau cream, pada keadaan basah dan terkena sinar matahari akan berwarna mengkilap. Perbandingan soda dan kapur tinggi, suspensi koloidal mempunyai pH: 8,5-9,8, tidak dapat diaktifkan, posisi pertukaran diduduki oleh ion-ion sodium (Na^+). Bentonit jenis natrium banyak digunakan sebagai pencampur pembuatan cat, perekat pasir cetak dalam industri pengecoran dan sebagainya.

b. Ca-bentonit – *Non swelling bentonite*

Tipe bentonit ini kurang mengembang apabila dicelupkan ke dalam air, namun tetap terdispersi di dalam air, tetapi secara alami atau setelah diaktifkan mempunyai sifat menghisap yang baik. Perbandingan kandungan Na dan Ca rendah, suspensi koloidal memiliki pH: 4-7. Posisi pertukaran ion lebih banyak diduduki oleh ion-ion kalsium dan magnesium. Dalam keadaan kering bersifat rapid slaking, berwarna abu-abu, biru, kuning, merah dan coklat. Penggunaan bentonit dalam proses pemurnian minyak goreng perlu aktivasi terlebih dahulu.

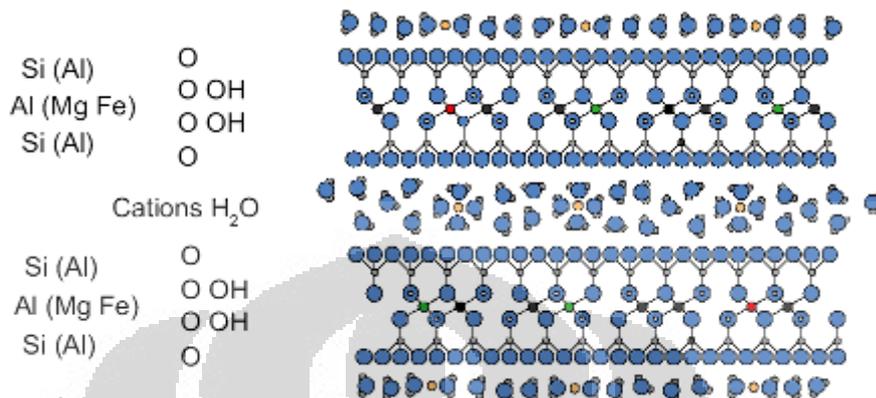


Gambar 2.6 a) Ca-bentonit dan b) Na-bentonit

Sifat bentonit sangat tergantung pada dominasi pertukaran ion. Bentonit dapat digunakan untuk penghilangan ion Pb, Cd, Cu, dan Zn dari suatu larutan. Kemampuan bentonit dalam mengadsorpsi logam berat ini juga memungkinkan untuk menjadikan interkalasi terhadap bentonit. Untuk meningkatkan kemampuan daya serap dan daya tukar ionnya, bentonit harus diaktifasi terlebih dahulu dengan pemanasan dan modifikasi dengan asam agar porositas, luas permukaan, dan keasamannya meningkat.

Bentonit mengandung komponen montmorillonit yang besar. Montmorillonit ini yang juga berperan terhadap kemampuan pertukaran ion pada bentonit. Bentonit asal Tapanuli telah diuji dan ditemukan bahwa bentonit ini mengandung komponen montmorillonit yang cukup besar, sehingga bentonit ini kemudian digunakan untuk berbagai hal untuk pengembangan manfaat dari mineral ini.

2.3 Montmorillonit



Gambar 2.7 Struktur Montmorillonit

[Sumber: <http://www.fysast.uu.se/molcond/content/bentonite-and-kaolinite> 29 November 2011]

Montmorillonit merupakan anggota kelompok mineral lempung.

Umumnya montmorillonit membentuk kristal mikroskopik atau setidaknya kristal *micaceous* berlapis sangat kecil. Kandungan air dalam montmorillonit sangat bervariasi dan ketika mengadsorpsi air, montmorillonit cenderung mengembang sampai beberapa kali volume awal. Sifat ini membuat montmorillonit menjadi mineral yang bermanfaat untuk berbagai tujuan, seperti : pembersih dan penjernih larutan gula, penyerap ion-ion logam dan penjernih air minum.

Sebagai spesi mineral, montmorillonit tidak mendapat banyak perhatian karena sampel montmorillonit murni bersifat massive, pucat dan sangat tidak menarik. Kation-kation yang dipertukarkan dalam struktur kristal montmorillonit kebanyakan adalah Na^+ dan Ca^{2+} , namun terdapat kation lain sebagai pengotor seperti K^+ , Mg^{2+} , Li^+ , Rb^+ , dan Cs^+ .

Secara alami struktur montmorillonit mengalami proses substitusi isomorfis, dimana posisi Al^{3+} digantikan oleh Mg^{2+} dan Fe^{2+} sedangkan Si^{4+} digantikan Al^{3+} dan Fe^{3+} . Sebagai konsekuensinya terdapat netto muatan negatif pada permukaan dan harus dinetralkan oleh kation-kation seperti seperti Na^+ , K^+ , Ca^+ dan lain-lain yang terserap di permukaan lembaran montmorillonit, kation ini disebut kation *interlayer (exchangeable cations)*.

Komponen montmorillonit ini lebih diutamakan dibandingkan bentonit dalam penelitian ini, karena bentonit masih memiliki mineral pengotor yang memiliki sifat beragam. Oleh karena itu bentonit akan difraksinasi untuk mendapatkan montmorillonit murni. Pemilihan metode fraksinasi dibandingkan dengan purifikasi ini didasari studi yang dilakukan Irwansyah (2007) yang menyatakan bahwa, perlakuan kimia yang diberikan terhadap bentonit akan mengurangi kandungan montmorillonit dan merusak struktur bentonit.

2.4 Surfaktan

Surfaktan atau zat aktif permukaan merupakan molekul organik yang memiliki bagian atau gugus liofilik (suka pelarut) dan gugus liofobik (tidak suka pelarut). Jika pelarutnya adalah air, maka kedua gugus tersebut berturut-turut disebut hidrofilik dan hidrofobik.

Pada umumnya surfaktan dilambangkan dengan model kepala dan ekor. Bagian kepala melambangkan bagian hidrofilik, sedangkan bagian ekor melambangkan bagian hidrofobik. Bagian hidrofilik merupakan gugus polar, sedangkan gugus hidrofobik merupakan rantai hidrokarbon alkil atau alkilaril (gugus nonpolar).

Berdasarkan gugus hidrofilik yang dimiliki, surfaktan digolongkan menjadi:

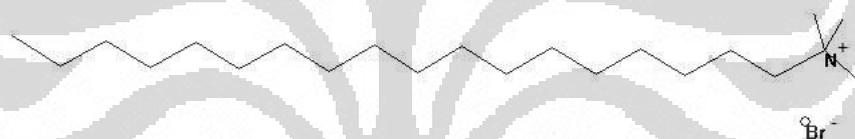
- a. Surfaktan anionik, yaitu surfaktan yang gugus aktifnya bermuatan negatif.
Contohnya: Na-stearat, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO}^-\text{Na}^+$
- b. Surfaktan kationik, yaitu surfaktan yang gugus aktifnya bermuatan positif.
Contohnya: Dodesiltrimetil ammonium bromida.
- c. Surfaktan non ionik, yaitu surfaktan yang gugus aktifnya tidak bermuatan (tidak terdisosiasi dalam larutan). Contohnya: polistilen laurel eter, $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_8\text{H}$.
- d. Surfaktan amfoter (*zwitter ion*), yaitu surfaktan yang gugus hidrofiliknya dapat terionisasi membawa muatan positif atau negatif bergantung pada pH larutan. Contohnya: Dodesil betain, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NHCH}_2\text{COOH}$.

Panjang ekor (jumlah atom C) dan konformasi surfaktan akan mempengaruhi besar perubahan *basal spacing* pada *organoclay* yang akan disintesis.

2.5 Surfaktan Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMABr)

Octadecyl Trimethyl Ammonium Bromide atau dikenal dengan ODTMA-Br adalah salah satu surfaktan kationik yang sudah biasa digunakan untuk modifikasi bentonit. Berwarna putih, larut dalam alkohol dan air panas, dan dapat melunakkan, mensterilisasi, dan mengemulsi. Surfaktan ini adalah suatu garam amina kuartener, yakni 1-Oktadekanaminium, N,N,N-trimetil-,bromida (1:1). Molekul ini memiliki rumus $C_{21}H_{46}NBr$ dengan berat molekul 392,52 g/mol dan formula garam molekul $[C_{18}H_{37}N(CH_3)_3]^+Br^-$.

Gugus amina kuartener dari ODTMA-Br ini yang nantinya akan menggantikan kation-kation yang berada di dalam interlayer bentonit.



Gambar 2.8 Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMABr)
[Sumber: Martini, Kus Sri, 2009]

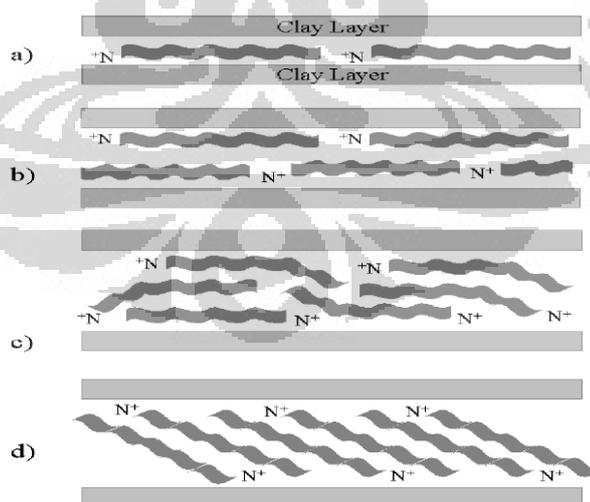
Berdasarkan studi yang dilakukan Haryani (2010) sebelumnya, kemampuan adsorpsi dan *basal spacing* menggunakan surfaktan ODTMA sebagai agen penginterkalasi lebih baik dibandingkan dengan surfaktan HDTMA. Hal ini juga dijelaskan Frost *et al* (2007) bahwa *basal spacing* ODTMA-Montmorillonit lebih besar dibandingkan HDTMA-Montmorillonit.

2.6 Organoclay

Organoclay umumnya dibuat dengan memodifikasi bentonit dengan suatu senyawa organik yang memiliki amina kuartener, suatu tipe surfaktan yang mengandung atom nitrogen. Ujung nitrogen amina kuartener (bagian hidrofilik) bermuatan positif, sehingga dapat melakukan pertukaran kation dengan natrium atau kalsium yang terletak pada interlayer montmorillonit.

Organoclay digunakan secara luas sebagai prekursor nanokomposit, adsorbent polutan organik dan material elektrik. Kombinasi sifat hidrofilik surfaktan dan struktur lapisan layer silikat mengakibatkan sifat psikokimia yang khas. Pada saat interkalasi surfaktan, interlayer mineral lempung akan mengalami ekspansi seperti yang terlihat pada data XRD. Sejumlah studi menunjukkan bahwa d-spacing organoclay tergantung pada panjang rantai alkil dan rapatannya pengemasan surfaktan dalam galeri mineral lempung. Hendrik Heinz dkk, menyatakan bahwa gugus kepala (*head group*) molekul organik yang menginterkalasi montmorillonit turut mempengaruhi dinamika dan penyusunan rantai pada ruang antar lapisan. Pada proses tersebut terjadi interaksi organik-anorganik. Gugus R-NH_3^+ membentuk ikatan hidrogen dengan oksigen silikat dengan jarak rata-rata 150 pm, sementara gugus amina kuartener, $\text{R-N(CH}_3)_3^+$ tidak membentuk ikatan hidrogen dan sebagai implikasinya $\text{R-N(CH}_3)_3^+$ memiliki mobilitas yang tinggi dibandingkan R-NH_3^+ .

Studi mengenai perilaku termal dan perubahan jarak ruang antar lapisan organoclay juga telah dilakukan oleh Yunfei Xi dkk (Yunfei Xi *et al*, 2004). Pada konsentrasi 0,4 KTK penyusunan surfaktan oktadesil trimetilammonium bromida merupakan bentuk *monolayer* sementara pada konsentrasi 0,8 KTK dibentuk *lateral-bilayer*.



Gambar 2.9 Jenis susunan surfaktan dalam lapisan organoclay.

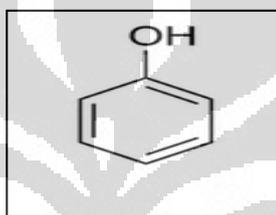
- a) lateral satu lapis (monolayer); b) lateral dua lapis (bilayer);
 c) paraffin satu lapis (monolayer) dan d) paraffin dua lapis (bilayer)

[Sumber: Yunfei Xi, PhD Thesis (2006)]

Bentonit yang terinterkalasi amina kuartener bersifat organofilik, akibatnya memiliki daya serap yang relatif tinggi terhadap polutan organik nonionik dibandingkan bentonit alam dan lempung lainnya.

2.7 Fenol

Fenol merupakan senyawa dengan rumus kimia C_6H_5OH dan memiliki struktur gugus cincin fenil yang berikatan dengan hidroksil. Fenol memiliki kelarutan terbatas dalam air, yakni 8,3 gram/100 mL. Mempunyai massa molar 94,11 g/mol. Mempunyai titik didih $181,9\text{ }^\circ\text{C}$ dan titik lebur $40,9\text{ }^\circ\text{C}$.



Gambar 2.10 Fenol

[Sumber: <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/PH/phenol.html> 18 Mei 2011]

Fenol berupa zat kristal tak berwarna yang memiliki bau khas, memiliki sifat yang cenderung asam, yang artinya dapat melepaskan ion H^+ dari gugus hidroksilnya. Pengeluaran ion tersebut menjadikan anion fenoksida $C_6H_5O^-$ dapat dilarutkan dalam air. Dibandingkan dengan alkohol alifatik lainnya, fenol bersifat lebih asam. Akibat dari interaksi orbital antara pasangan oksigen dan sistem aromatik yang mendelokalisasi beban negatif melalui cincin tersebut dan menstabilkan anionnya.

Fenol merupakan senyawa yang bersifat toksik dan sangat berbahaya untuk kesehatan karena dapat mengiritasi kulit, mata, dan sistem pernapasan. Senyawa fenol dan senyawa fenolik lainnya terdapat dalam minyak bumi. Dalam proses produksi bahan bakar, senyawa-senyawa tersebut akan dipisahkan dengan dilarutkan dalam air dan akan menjadi limbah. Limbah ini akan sangat berbahaya bila mencemari lingkungan dan perairan.

Studi tentang adsorpsi senyawa fenol telah banyak dilakukan, Dentel *et al* (1995) dan Jiang *et al* (2002) telah melakukan adsorpsi senyawa fenol dan

derivatnya. Haryani (2010) telah melakukan studi adsorpsi senyawa fenol, katekol, dan belzaldehid menggunakan ODTMA dan HDTMA bentonit. Oktaviani (2011) melakukan studi lanjutan tentang adsorpsi fenol pada montmorillonit, Na-Montmorillonit, dan ODTMA-Montmorillonit.

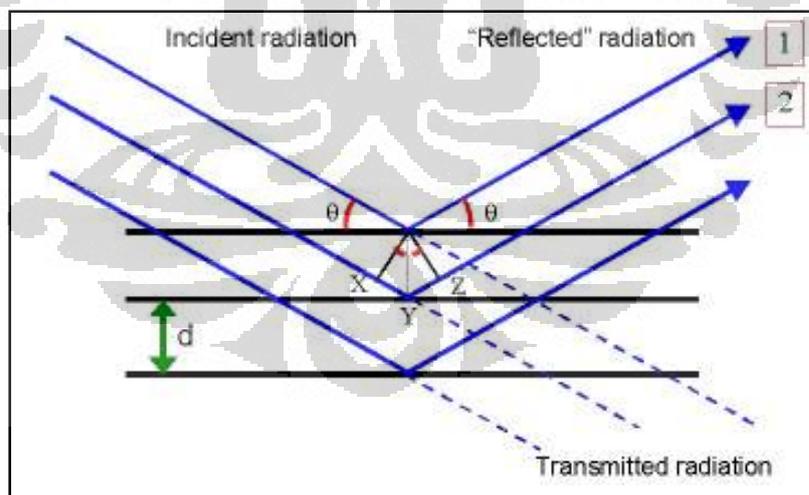
2.8 Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan berbagai instrumen dan metode sesuai dengan kebutuhan data yang ingin didapatkan. Berikut alat uji karakterisasi yang digunakan:

2.8.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Untuk menentukan jarak antar bidang pada *organoclay* digunakan karakterisasi menggunakan XRD. Pola difraktogram yang tampil merupakan sidik jari yang dapat dikenali sehingga untuk data yang diinginkan dapat dilihat dari pola difraktometer, serta untuk mendapatkan nilai *d-spacing* dapat digunakan data sudut 2 theta (2θ) melalui hukum Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n = 1, 2, 3, \dots$$

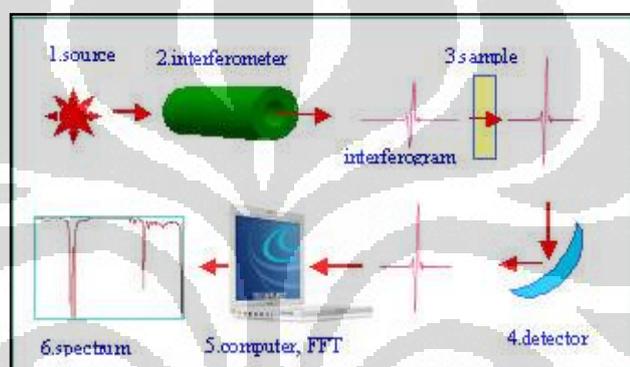


Gambar 2.11 Difraksi sinar X

[Sumber: <http://www.abdn.ac.uk/~che241/cdiff/indexx.htm> 6 November 2011]

2.8.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)

Instrumen FTIR menggunakan sumber radiasi dalam kisaran inframerah (bilangan gelombang = $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$). Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokan (*bending*) ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul. Tiap molekul memiliki ikatan yang berbeda-beda sehingga energi vibrasinya juga beragam. Informasi penting dari karakterisasi menggunakan FTIR ini adalah untuk menentukan keberadaan suatu molekul, dalam penelitian ini bertujuan untuk melihat keberadaan molekul fenol pada organoclay yang telah mengadsorpsi fenol.



Gambar 2.12 Komponen FTIR

[Sumber: <http://www.nuance.northwestern.edu/KeckII/Instruments/FT-IR/index.html>

6 November 2011]

2.8.3 Spektrometri UV/ Visibel

Salah satu cara untuk memperoleh informasi tentang konsentrasi suatu senyawa dalam sampel adalah dengan menggunakan instrumen spektrometri UV-Vis. Dengan instrumen ini juga dapat memperoleh informasi berupa puncak pada panjang gelombang tertentu, dimana dengan panjang gelombang tersebut kita dapat menentukan suatu senyawa yang ada pada suatu sampel.

Dalam penelitian ini, spektrometri UV-Vis sangat berperan dalam mendapatkan informasi konsentrasi larutan fenol serta dalam menentukan kandungan fenol pada sampel yang akan diuji. Dalam menentukan konsentrasi suatu senyawa, informasi yang diberikan adalah berupa nilai absorbansi. Ketika molekul sampel disinari cahaya yang memiliki energi yang sesuai, terjadi kemungkinan transisi elektronik antara molekul. Beberapa sinarnya akan

terabsorb dan ada yang diteruskan. Sinar yang tidak diserap akan terdeteksi pada alat dan menghasilkan spektrum dengan absorbansi spesifik pada setiap panjang gelombang tertentu.

2.8.4 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

SEM sangat berguna untuk mendapatkan gambaran umum morfologi suatu material. Perbedaan kontras warna yang terdeteksi mewakili topografi permukaan dan komposisi elemen yang berbeda. Untuk teknik analisis EDS digunakan setelah analisis dengan SEM. EDS berguna untuk karakterisasi secara kimia suatu specimen dalam konteks mikroanalisis. Alat ini dapat menghasilkan data analisis kualitatif dan semi kuantitatif. SEM-EDS memungkinkan kita mengidentifikasi fasa dan kimiawi pada material yang tidak diketahui. Determinasi intra dan interfasa distribusi elemen dengan pemetaan sinar-X. Dapat mendeterminasi kristal yang cacat atau rusak, propagasi arah kerusakan kristal serta mengetahui kontaminan (rtiintl.com 2011).

BAB 3

METODELOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia yang dimulai dari bulan Agustus 2011 sampai dengan Januari 2012.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Proses

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain gelas beker 100 mL, 250 mL, 500 mL, dan 1000 mL, labu ukur 10 mL, 25 mL, 250 mL, dan 1000 mL, pipet volumetri, pipet tetes, botol coklat, batang pengaduk, spatula, botol semprot, bulb, mortar, neraca analitik, oven, termometer, sentrifuge, sonikator, ayakan mesh, kertas saring, corong, dan *magnetic stirrer*.

3.2.2 Alat Uji

Alat uji yang digunakan untuk analisa dan karekterisasi adalah SEM-EDS, spektrometri UV-Vis, spektrofotometer FT-IR, dan Difraksi sinar-X (XRD).

3.2.3 Bahan

- Bentonit Alam Tapanuli
- Akuades
- NaCl
- AgNO₃
- Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMA-Br)
- Fenol
- Limbah air hasil demulsifikasi minyak bumi yang mengandung fenol

3.3 Prosedur kerja

3.3.1 Preparasi Bentonit

Bentonit alam asal Tapanuli digerus, kemudian serbuk bentonit dipanaskan di dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam. Pemanasan dengan oven bisa dilakukan kurang atau lebih dari 2 jam.

3.3.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Sebanyak 100 gram bentonit dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan 2 liter akuades. Campuran tersebut diaduk dengan stirrer selama 30 menit kemudian didiamkan selama 5 menit. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi. Endapan ini disebut sebagai fraksi satu (F1). Suspensi sisa didiamkan kembali selama 2 jam. Endapan yang didapat ialah fraksi dua (F2). Fraksi dua kemudian dikeringkan pada suhu ruang lalu dipindahkan ke dalam oven pada suhu 105°C . F1 dan F2 dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDS, dan FTIR.

3.3.3 Sintesis Na-Montmorillonit

Sebanyak 20 gram fraksi dua disuspensikan ke dalam larutan NaCl 1 M dengan perbandingan 1 gram : 30 mL. Pengadukan suspensi dilakukan dengan stirrer selama 6 jam, kemudian didekantasi lalu suspensikan lagi dengan 600 mL larutan NaCl 1M dan di stirrer selama 6 jam. Dekantasi campuran dan ambil endapannya. Endapan dicuci dengan akuades beberapa kali. Filtrat diuji dengan menambahkan AgNO_3 1 M beberapa mL sampai yakin tidak terbentuk endapan putih AgCl. Kemudian endapan dikeringkan dalam oven pada suhu $110\text{-}120^{\circ}\text{C}$. Endapan digerus dan diayak hingga berukuran 200 mesh lalu dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDS, dan FTIR.

3.3.4 Sintesis *Organoclay*

Melarutkan ODTMA-Br sebanyak 1,2856 gram ke dalam 30 mL akuades untuk pembuatan 1 KTK *organoclay*. Sebanyak 5 gram Na-Montmorillonit didispersikan dalam 100 mL akuades dan dilakukan pengadukan selama 10 jam. ODTMA-Br yang sudah siap ditambahkan ke dalam suspensi secara perlahan-

lahan pada suhu suspensi 60⁰C. Campuran diultrasonik pada suhu 60⁰C selama 30 menit. Suspensi didekantasi, endapan dicuci beberapa kali dengan akuades sampai tidak ada bromida yang tersisa (tidak ada endapan putih AgBr). Sentrifugasi campuran tersebut, ambil padatannya lalu oven dengan suhu 60⁰C selama 3 jam. Padatan (*organoclay* 1 KTK) yang didapat dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

Karakterisasi dengan XRD dilakukan di PT. Indocement Tunggal Prakarsa, Citereup. Pengambilan data difraktogram dimulai dari $2\theta = 2^{\circ}-6^{\circ}$, agar didapatkan data untuk perhitungan *basal spacing*.

Karakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) dilakukan di Laboratorium Affiliasi Departemen Kimia, Universitas Indonesia. *Organoclay* dicampurkan dengan KBr dengan perbandingan 1:5 (*organoclay*:KBr), kemudian digerus hingga halus dan pencampuran merata. KBr berperan sebagai blanko sekaligus pelarut. Pengambilan data dilakukan dengan 45 kali *scanning* pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.3.5 Penentuan Kapasitas *Organoclay* sebagai Adsorben Fenol

Sebanyak 0,1 gram *organoclay* 1 KTK didispersikan ke dalam masing-masing 10 mL larutan fenol 40, 60, 80, 100, 160, 180, dan 200 ppm. Setiap campuran diaduk dengan stirrer selama 18 jam. Kemudian sentrifugasi campuran selama 5 menit dengan kecepatan 8000 rpm. Ambil filtratnya lalu dikarakterisasi dengan spektrometri UV-Vis. Untuk mengetahui larutan yang diuji, digunakan larutan standar fenol 180, 170, 160, 150, 140, 130, 100, 90, 80, 70, 60, 50, 40, dan 35 ppm. Padatan di keringkan dan digerus sampai membentuk serbuk lalu dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

Karakterisasi dengan spektrometri UV-Vis dilakukan di Laboratorium Affiliasi Departemen Kimia, Universitas Indonesia. Masing-masing standar di *scanning* menggunakan metode “Spectrum” untuk mendapatkan panjang gelombang maksimum fenol dengan akuades sebagai *baseline*. Kemudian menggunakan panjang gelombang maksimum fenol pada metode “Photometric” untuk mendapatkan nilai absorbansi standar dan larutan fenol yang telah diadsorpsi (filtrat) oleh *organoclay* dengan akuades sebagai blanko.

3.3.6 Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi Fenol

Sebanyak 0,1 gram *organolcay* 1 KTK didispersikan ke dalam 10 mL larutan fenol masing-masing dengan variasi waktu pengadukan campuran selama 18 jam, 12 jam, 9 jam, 6 jam, dan 3 jam. Kemudian sentrifugasi campuran selama 5 menit dengan kecepatan 8000 rpm. Filtrat diambil lalu dikarakterisasi dengan spektrometri UV-Vis.

3.3.7 Preparasi Sampel Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi

Sampel diambil dari limbah buangan PT. Pertamina berupa air yang mengandung fenol dari hasil demulsifikasi minyak bumi, sampel masih mengandung minyak dan aspal yang berada di permukaan sampel. Sampel disaring dengan kertas saring lalu disimpan dalam botol.

3.3.8 Penentuan Kandungan Fenol Pada Air Limbah

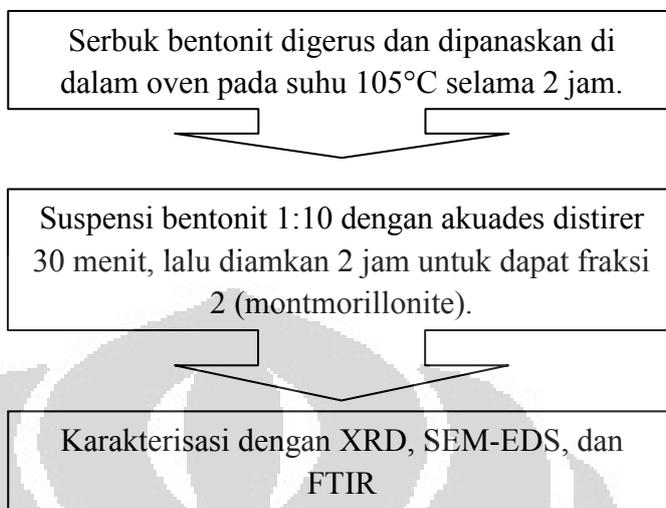
Keberadaan fenol pada sampel diuji menggunakan spektrometri UV-Vis. Kehomogenan kandungan fenol pada sampel diuji dengan cara mengambil 3 bagian pada sampel yaitu permukaan sampel, dasar sampel, dan antara permukaan dan dasar sampel. Selanjutnya ketiga bagian tersebut dikarakterisasi dengan spektrometri UV-Vis menggunakan metode "Spectrum" dengan panjang gelombang 900-200 nm.

3.3.9 Aplikasi *Organoclay* sebagai Adsorben Fenol pada Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi

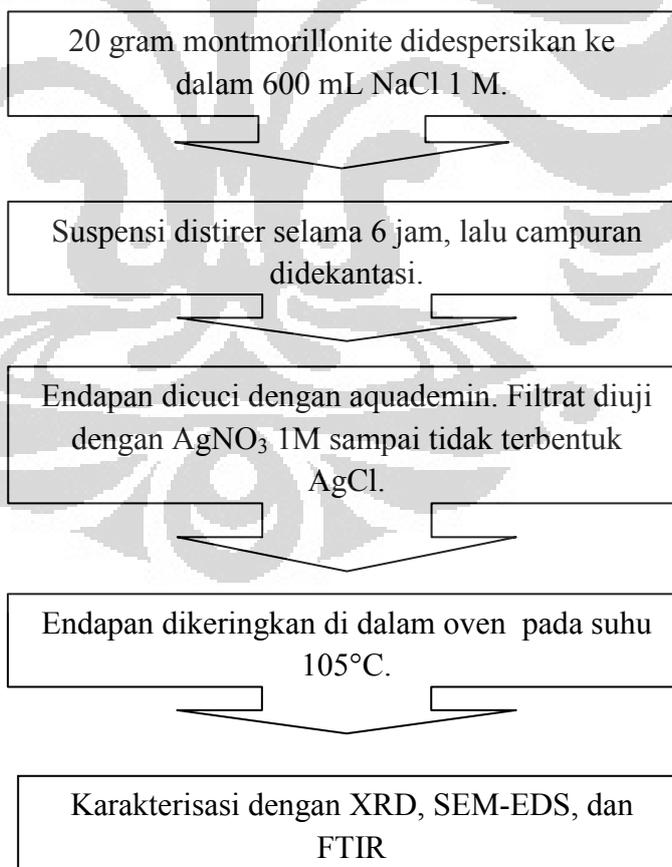
Sebanyak 0,1 gram *organolcay* 1 KTK masing-masing didispersikan ke dalam 10 mL sampel dengan variasi waktu pengadukan 12 jam, 15 jam, dan 18 jam. Selanjutnya campuran disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 8000 rpm. Filtrat diambil lalu dikarakterisasi dengan spektrometri UV-Vis. Karakterisasi dengan spektrometri UV-Vis sama seperti karakterisasi saat penentuan kapasitas adsorpsi fenol.

3.4 Bagan Kerja

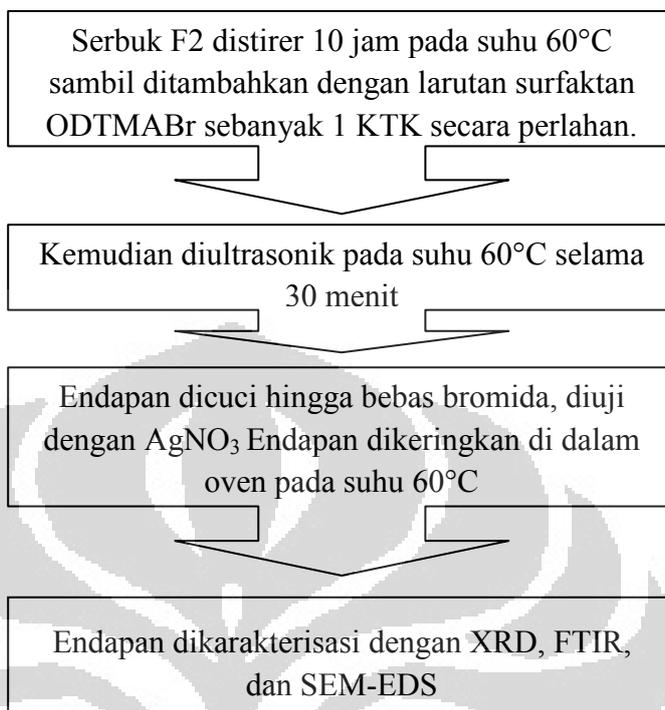
3.4.1 Preparasi Bentonit



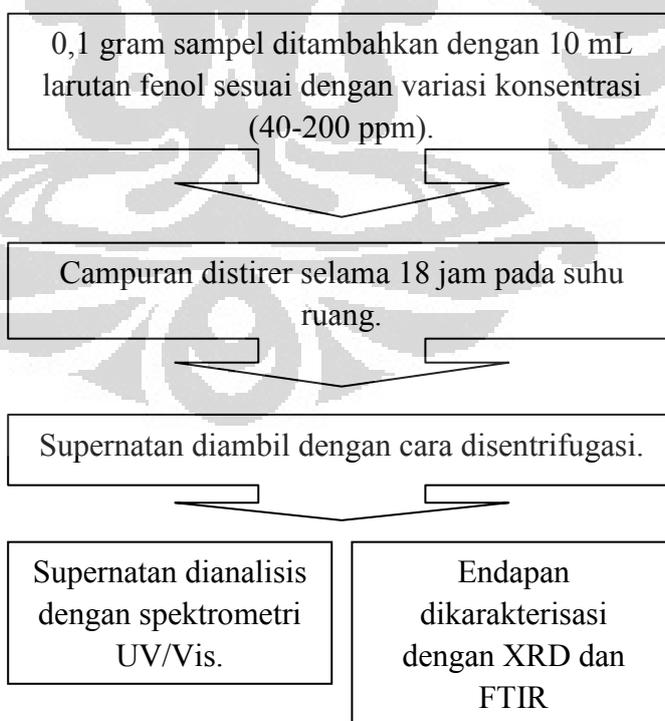
3.4.2 Sintesis Na-Montmorillonit



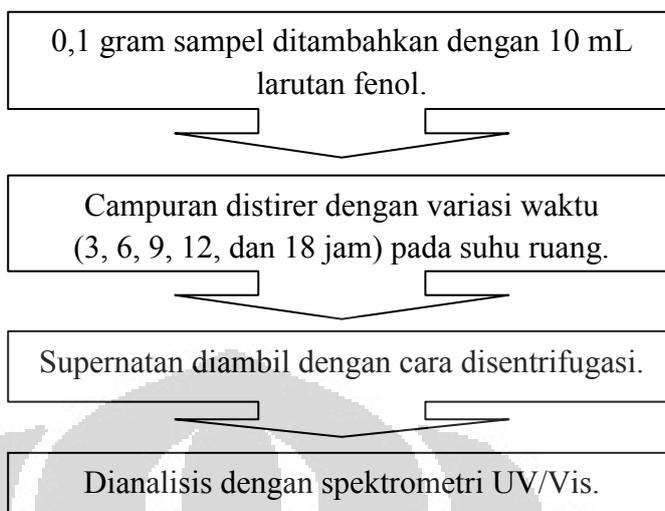
3.4.3 Sintesis Organoclay



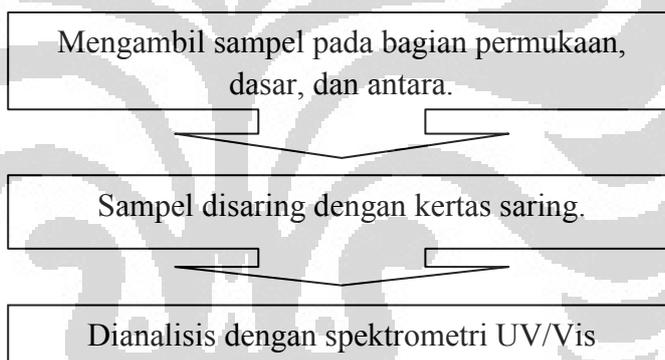
3.4.4 Penentuan Kapasitas *Organoclay* sebagai Adsorben Fenol



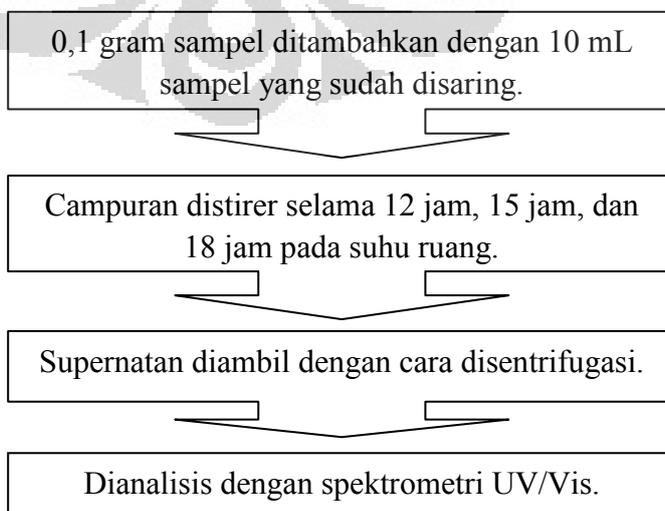
3.4.5 Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi Fenol



3.4.6 Penentuan Kandungan Fenol Pada Air Limbah



3.4.7 Aplikasi *Organoclay* sebagai Adsorben Fenol pada Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi



BAB 4 PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Fraksinasi Bentonit

Preparasi bentonit alam asal Tapanuli, Sumatra Utara diawali dengan penggerusan untuk memperkecil ukuran partikel, sehingga luas permukaannya menjadi lebih besar. Selanjutnya bentonit dipanaskan di dalam oven pada suhu 105°C untuk menghilangkan kadar air yang teradsorpsi oleh bentonit. Untuk mendapatkan fraksi atau komponen yang diinginkan, bentonit perlu difraksinasi karena sering ditemukan mineral-mineral lain seperti kuarsa dan kaolinit yang memiliki massa jenis lebih besar pada bentonit. Oleh karena itu, fraksinasi dilakukan berdasarkan besar dan kecilnya massa jenis, dengan kata lain fraksi yang massa jenisnya lebih besar akan mengendap lebih awal (massa jenis kuarsa, kaolinit, dan montmorillonite : 2,62; 2,6; dan 2,35 gr/cm³). Metode fraksinasi ini juga dilakukan dengan alasan kemampuan montmorillonit mengadsorpsi air, montmorillonit yang mengadsorpsi air akan tersuspensi di dalam larutan sehingga akan terpisah dari mineral lainnya yang tidak mengadsorpsi air (cepat mengendap).



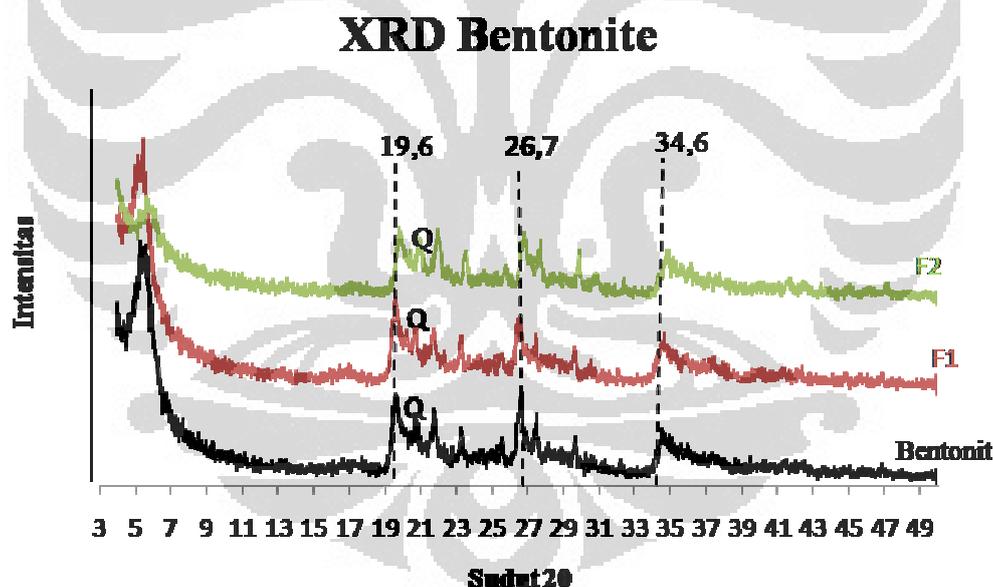
Gambar 4.1 Fraksi satu telah mengendap, fraksi dua masih membentuk suspensi.

[Sumber: Oktaviani, 2010]

Irwansyah (2007) menyatakan, bahwa fraksi kedua dari bentonit akan mengandung montmorillonit yang paling banyak. Montmorillonit akan berinteraksi dengan air, sehingga montmorillonit akan lebih lama mengendap. Fraksinasi dengan tujuan memisahkan pengotor atau mineral-mineral lainnya dari

fraksi montmorillonit dapat dilakukan dengan cara mensuspensi bentonit dengan akuades, mineral-mineral lain akan lebih cepat mengendap dan pengotor nonsilika seperti karbon arang akan mengapung di permukaan suspensi. Menurut Irwansyah (2007), fraksi montmorillonit mulai mengendap setelah 5 menit setelah bentonit disuspensi dan dilakukan pengadukan. Berdasarkan hal tersebut, maka pada suspensi terlebih dahulu dilakukan pemisahan dengan dekantasi pada 5 menit pertama.

Pada penelitian ini tidak dilakukan metode purifikasi seperti reaksi kimia maupun kalsinasi untuk menghilangkan pengotor pada bentonit, karena perlakuan kimia yang diberikan terhadap bentonit akan mengurangi kandungan montmorillonit dan merusak struktur bentonit (Irwansyah, 2007). Oleh karena itu digunakan perlakuan fisik seperti fraksinasi untuk menghindari hal-hal seperti yang disebutkan sebelumnya.



Gambar 4.2 Difraktogram Bentonit, F1, dan F2

Gambar 4.2 menunjukkan hasil karakterisasi XRD dari bentonit alam, fraksi 1, dan fraksi 2 yang dilakukan di BATAN (Badan Tenaga Nuklir Nasional). Puncak-puncak khas bentonit muncul pada sudut $2\theta = 19.6^\circ$; 26.7° dan 34.6° , tetapi selain itu juga terdeteksi puncak kuarsa pada $2\theta = 21^\circ$ yang menunjukkan

bahwa terdapat pengotor pada bentonit, fraksi 1, dan fraksi 2. Hal ini menunjukkan bahwa metode fraksinasi tidak merusak struktur bentonit, namun memiliki kelemahan pada tingkat kesulitan yang cukup tinggi saat memisahkan fraksi 1 dengan fraksi 2, sehingga terdapat kemungkinan pengotor ikut terbawa saat proses pemisahan (dekantasi).

4.2 Sintesis Na-Montmorillonit

Fraksi 2 ini tidak langsung digunakan untuk mensintesis *organoclay* karena pada interlayer montmorillonit ini terdapat beragam kation. Keberadaan kation-kation ini akan mempengaruhi kemampuan mengembang montmorillonit dalam air, sehingga dilakukan penyeragaman kation di interlayer bentonit fraksi dua dengan kation Na^+ . Penyeragaman atau substitusi ini perlu dilakukan untuk menentukan harga KTK (kapasitas tukar kation) yang lebih akurat. Selain itu penyeragaman dengan kation Na^+ akan memperbesar daya mengembang bentonit tersebut seperti halnya Na-bentonit yang bersifat *swelling*. Hasil penyeragaman kation pada fraksi dua ini disebut Na-MMT (Na-Montmorillonit).

Penyeragaman dengan kation Na^+ akan memperbesar daya mengembang karena pada Na-bentonit, kation Na^+ yang berada pada permukaan bentonit akan berasosiasi dengan daerah yang mengalami defisiensi muatan positif pada salah satu lembar saja, sehingga di antara lembaran (interlayer) akan terpisah cukup jauh dan memungkinkan interaksi dengan air lebih banyak dan meningkatkan kestabilan (Irwansyah, 2007). Selain itu, kation yang berukuran lebih kecil akan terhidrasi lebih banyak oleh air sehingga densitas air yang menghidrasi kation menjadi lebih besar (lebih padat), oleh karena itu interlayer montmorillonit akan memiliki daya mengembang yang lebih besar. Perbesaran daya mengembang ini akan mempermudah proses interkalasi surfaktan.

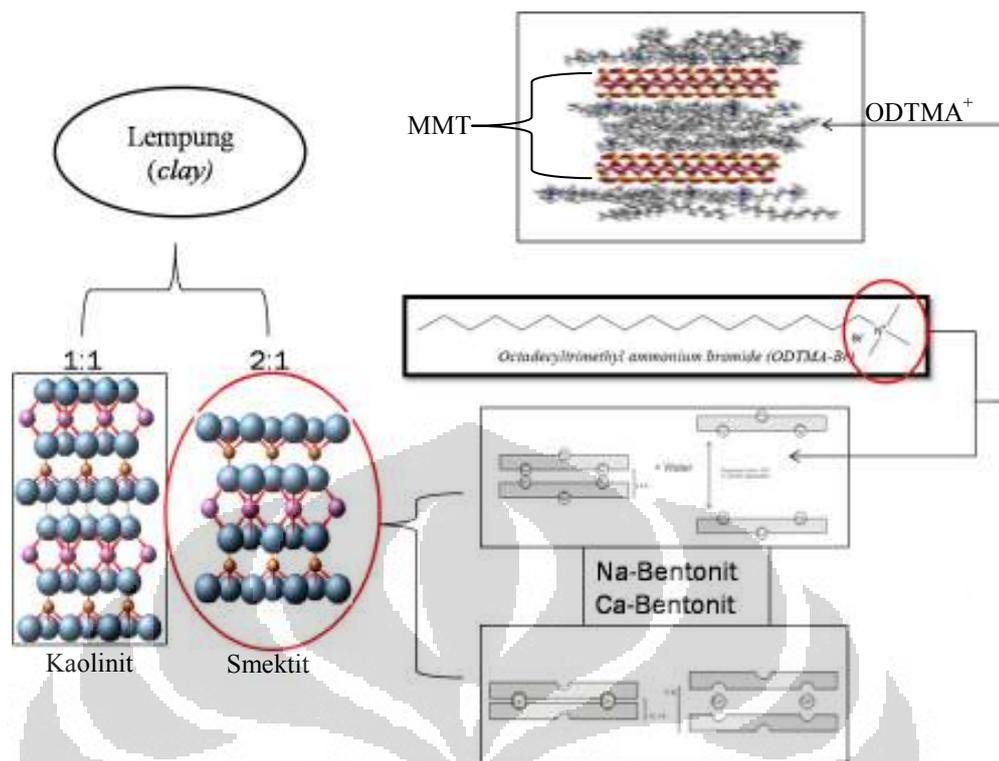
Interkalasi adalah suatu penyisipan spesies tamu (ion, atom, atau molekul) ke dalam antarlapis senyawa berstruktur lapis. Menurut Schubert (2002) interkalasi adalah suatu penyisipan suatu spesies pada ruang antarlapis dari padatan dengan tetap mempertahankan struktur berlapisnya. Pada sintesis *organoclay* akan digunakan surfaktan kationik ODTMABr sebagai agen penginterkalasi.

4.3 Sintesis *Organoclay*

Proses sintesis *organoclay* merupakan suatu proses menyisipkan (interkalasi) surfaktan ke dalam interlayer Na-MMT, sehingga akan didapat *organoclay* (organo-bentonit). Nilai KTK dari Na-MMT sangat penting untuk menentukan jumlah surfaktan yang akan diinterkalasikan. Berdasarkan studi yang dilakukan Oktaviani (2011) sebelumnya, nilai KTK untuk Na-MMT adalah sebesar 65,5 (mek/100gram).

Selain nilai KTK, nilai CMC (*Critical Micelle Concentration*) juga perlu diperhatikan. CMC dapat diartikan sebagai batas konsentrasi surfaktan untuk membentuk misel, maka nilai CMC dari surfaktan perlu diketahui sebelum membuat larutan surfaktan. Nilai CMC dari surfaktan (ODTMA)⁺ adalah 0,6 mM, sehingga saat membuat larutan surfaktan harus diperhatikan konsentrasi surfaktannya. Jumlah surfaktan yang akan ditambahkan adalah 1,2856 gram yang kemudian dilarutkan kedalam 30 mL akuades, sehingga konsentrasi surfaktannya adalah 0,11 mM, maka surfaktan yang ditambahkan belum membentuk misel.

Surfaktan ODTMABr memiliki amina kwartener yang bersifat kationik, amina kwartener ini akan menggantikan kation-kation pada interlayer Na-MMT. Na-MMT disuspensikan terlebih dahulu dengan air untuk memberi waktu Na-MMT untuk mengembang maksimal. Diharapkan saat mengembang maksimal, surfaktan akan lebih mudah terinterkalasi dalam interlayer dan dapat mencapai basal spacing yang optimum. Penambahan surfaktan ke dalam suspensi Na-MMT dan air haruslah perlahan agar tidak terjadi agregat. Suspensi *organoclay* perlu di ultrasonik untuk menghilangkan agregat yang terbentuk.



Gambar 4.3 Skema tahap pembuatan *organoclay*

Jumlah surfaktan yang diinterkalasi ke dalam interlayer Na-MMT akan mempengaruhi nilai basal spacing interlayer. Berdasarkan studi yang dilakukan Oktaviani (2011) sebelumnya, basal spacing yang paling besar dimiliki oleh *organoclay* 1 KTK. Oleh karena itu, pada penelitian ini yang digunakan adalah *organoclay* 1 KTK. *Organoclay* ini kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR untuk memperoleh informasi pengaruh adsorpsi fenol.

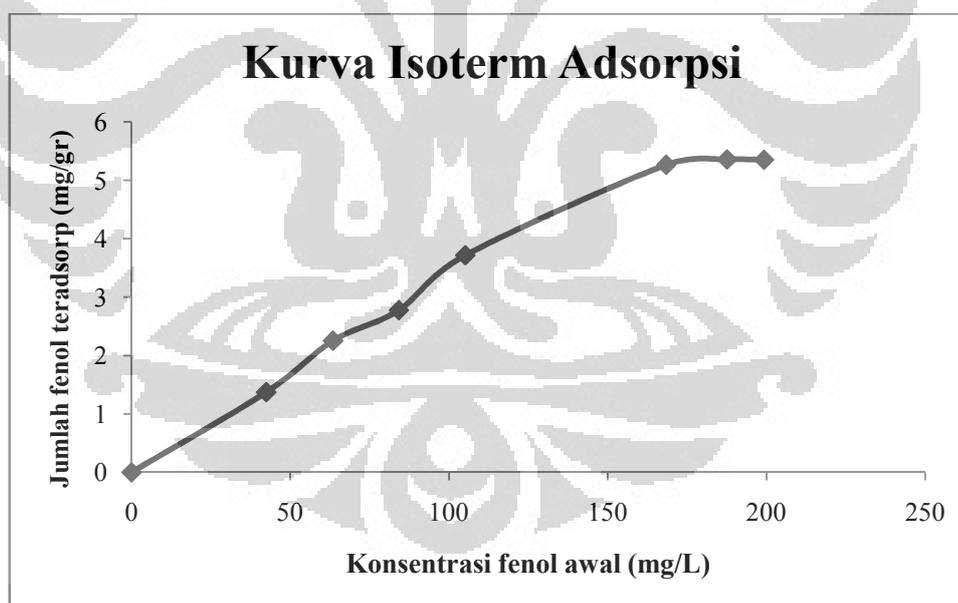
Pada karakterisasi dengan SEM (Lampiran 4), dapat terlihat morfologi bentonit yang strukturnya terdiri dari tumpukan-tumpukan lapisan silikat. Hal tersebut juga didukung dengan karakterisasi dengan EDS yang akan memberikan informasi komposisi pada bentonit, Na-MMT, dan OCT 1 KTK. Tabel 4.1 memaparkan rasio Si/Al dan Na/Si yang menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan struktur pada montmorillonit dan pada OCT 1 KTK sudah tidak terdapat kation Na^+ karena sudah ditukar oleh surfaktan kationik ODTMA^+ .

Tabel 4.1 Tabel rasio Si/Al dan Na/Si

Sampel	Na (% Berat)	Si (% Berat)	Al (% Berat)	Si/Al	Na/Si
F2	-	15,22	5,81	2,62	-
Na -MMT	1,24	24,75	10,10	2,45	0,05
OCT 1 KTK	-	14,46	5,44	2,66	-

4.4 Penentuan Kapasitas *Organoclay* sebagai Adsorben Fenol

Berdasarkan studi yang telah dilakukan Oktaviani (2011) tentang adsorpsi fenol oleh fraksi dua, Na-MMT, dan *organoclay* 1 KTK, kapasitas adsorpsi optimum telah tercapai oleh fraksi dua dan Na-MMT pada 2 mg fenol/gram *clay* saat konsentrasi setimbang 13 mg/L fenol, sedangkan *organoclay* 1 KTK pada konsentrasi setimbang yang sama belum mencapai kapasitas adsorpsi optimum. Oleh karena itu dalam penelitian ini dilakukan studi lanjutan untuk menentukan kapasitas adsorpsi fenol optimum oleh *organoclay* 1 KTK.

**Gambar 4.4** Kurva Isoterm adsorpsi

Dari Gambar 4.4, terlihat bahwa jumlah fenol yang teradsorpsi oleh OCT 1 KTK tidak mengalami kenaikan lagi. Hal ini menjelaskan bahwa OCT 1 KTK telah mencapai batas kemampuan adsorpsi optimumnya, berdasarkan Tabel 4.2

yaitu saat konsentrasi setimbang 134 mg/L dengan jumlah fenol yang teradsorpsi konsisten pada 5,3 mg fenol/gram OCT 1 KTK. Tabel 4.2 juga menjelaskan bahwa kemampuan adsorpsi fenol (% Adsorpsi) dipengaruhi oleh jumlah adsorben dan kepekatan larutan, hal ini ditunjukkan dari nilai persentase adsorpsi yang menurun.

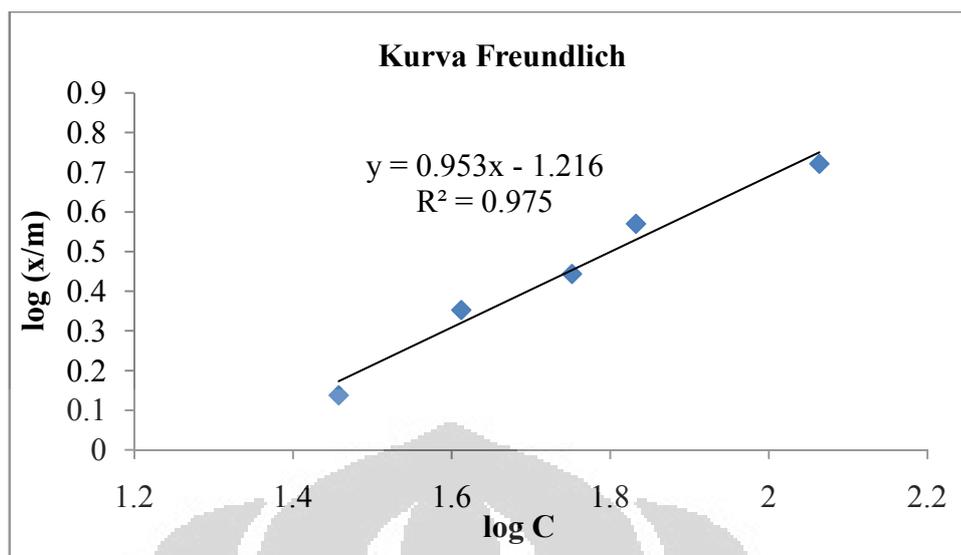
Tabel 4.2 Tabel adsorpsi fenol

Konsentrasi Awal Fenol (mg/L)	Konsentrasi setimbang (mg/L)	Jumlah fenol terserap/adsorben (mg/gr)	% Adsorpsi
42,412	28,683	1,3729	32,37
63,465	40,932	2,2533	35,50
84,215	56,457	2,7758	32,96
105,132	67,966	3,7166	35,35
168,427	115,773	5,2654	31,26
187,617	134,060	5,3557	28,55
199,217	145,699	5,3518	26,86

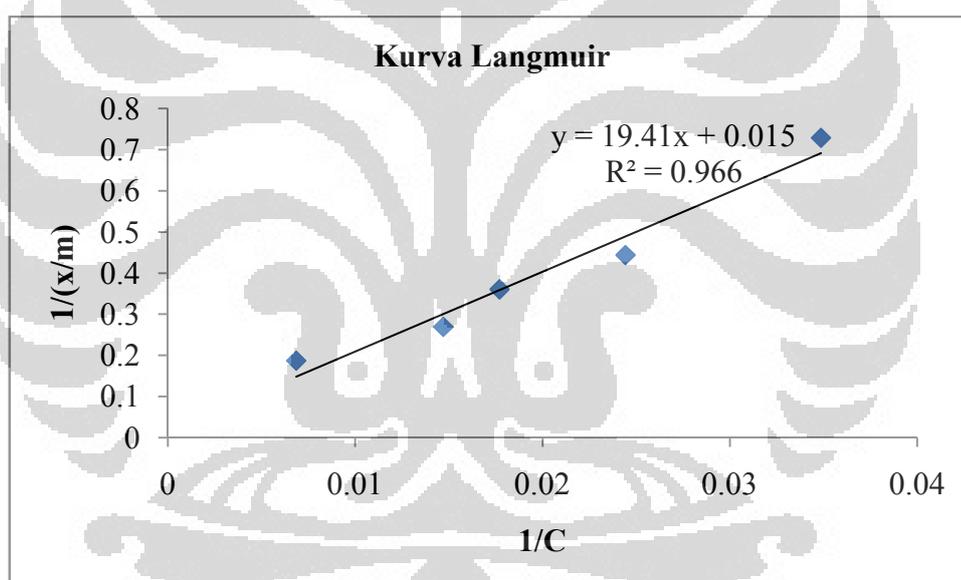
Ket: Berat OCT = 0,1 gram
Volume larutan = 10 mL

Berdasarkan studi yang dilakukan oleh Oktaviani (2011) sebelumnya, kemampuan optimum adsorpsi fraksi dua dan Na-MMT hanya mencapai 2 mg fenol/gram *clay*. Hal ini menunjukkan adanya peningkatan kemampuan adsorpsi fenol setelah dilakukan modifikasi pada Na-MMT.

Data dapat dilihat pada Tabel 4.2 yang menunjukkan bahwa kemampuan OCT 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol sudah mencapai batas optimum pada konsentrasi fenol 187,62 mg/L. Selanjutnya data dari Tabel 4.2 tersebut diolah untuk mengetahui kecenderungan isoterm adsorpsinya.



(a)

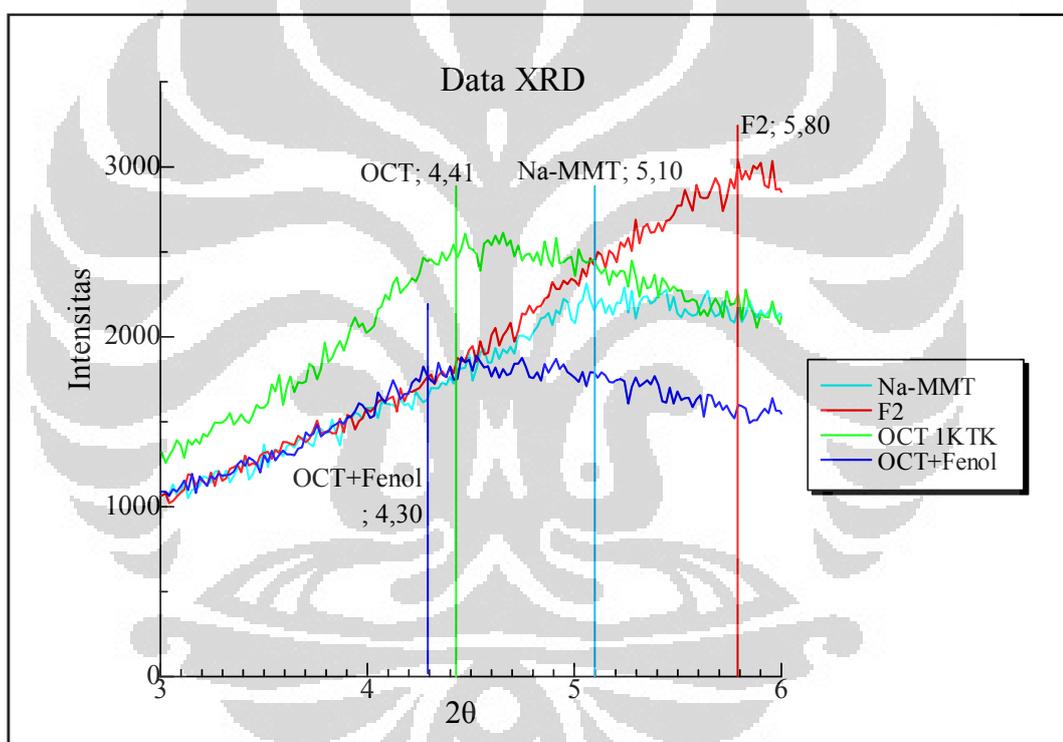


(b)

Gambar 4.5 Grafik linieritas isoterm adsorpsi: a) Freundlich dan b) Langmuir

Dari kedua kurva isoterm adsorpsi (Gambar 4.5), dapat dilihat bahwa persamaan isoterm adsorpsi Freundlich lebih linier dibandingkan dengan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dengan koefisien relasi (R) sebesar 0.975 untuk Freundlich dan 0.966 untuk Langmuir. Hal ini serupa dengan studi yang dilakukan oleh Oktaviani (2011), bahwa proses adsorpsi fenol oleh *organoclay* 1 KTK juga mengikuti persamaan isoterm adsorpsi Freundlich.

Kecenderungan pada isoterm adsorpsi Freundlich ini menunjukkan bahwa adsorpsi terjadi pada interlayer tempat surfaktan ODTMA terinterkalasi, yaitu pada permukaan multilayer. Namun isoterm adsorpsi Langmuir juga ikut berperan dimana adsorpsi fenol oleh OCT 1 KTK ini juga terjadi pada permukaan lapisan monolayer. Hal ini dikarenakan interaksi yang terjadi antara fenol dan *organoclay* adalah interaksi hidrofobik antara rantai panjang surfaktan dengan gugus nonpolar yang ada pada senyawa fenol (gugus fenil) dan interaksi hidrofilik antara gugus yang lebih polar (-OH) pada fenol dengan atom gugus OH pada silanol yang dimiliki oleh *organoclay* (Oktaviani, 2011).



Gambar 4.6 Pola difraktogram F2, Na-MMT, OCT 1 KTK sebelum, dan sesudah adsorpsi fenol.

Peningkatan kemampuan adsorpsi fenol setelah dilakukan modifikasi pada Na-MMT membuktikan bahwa, interkalasai surfaktan ODTMA pada Na-MMT telah berhasil. Keberhasilan interkalasi surfaktan ke dalam Na-MMT akan meningkatkan nilai *d-spacing*. Kenaikan *d-spacing* didapat dengan cara melakukan karakterisasi menggunakan XRD.

Berdasarkan data yang diperoleh Oktaviani (2011) dalam studi sebelumnya, terjadi kenaikan *d-spacing* sekitar 3 Å setelah Na-MMT diinterkalasi surfaktan (dimodifikasi) menjadi *organoclay* 1 KTK. Dari Gambar 4.6, terlihat terjadi pergeseran puncak pada $2\theta = 4^\circ\text{-}5^\circ$ setelah dilakukan karakterisasi dengan XRD pada fraksi 2, Na-MMT, OCT 1 KTK, dan OCT 1 KTK setelah mengadsorpsi fenol.

Dari data 2θ ini, dapat ditentukan nilai *d-spacing* dari Na-MMT, OCT 1 KTK sebelum dan sesudah mengadsorpsi fenol melalui persamaan hukum Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

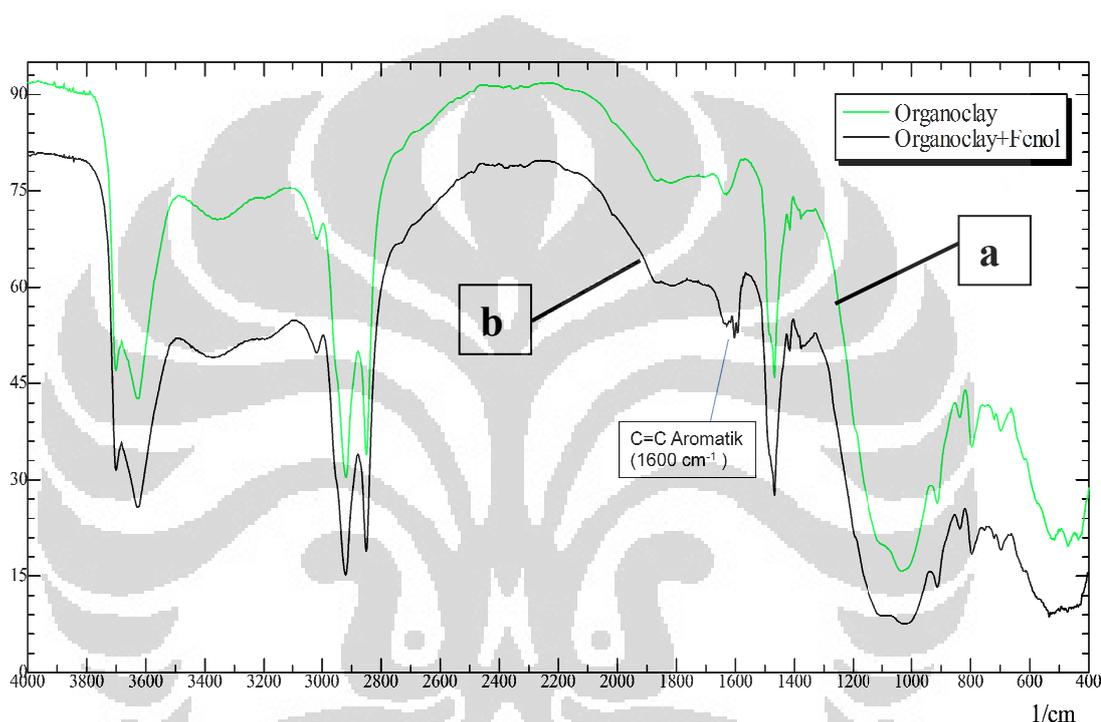
Dengan, $n=1$ dan λ (lambda) = 1,5406 Å.

Tabel 4.3 Besar nilai *d-spacing* F2, Na-MMT, OCT 1 KTK sebelum dan sesudah adsorpsi fenol

Sampel	2 theta	d-Spacing (Å)
F2	5,80	15,24
Na-MMT	5,10	17,36
Sebelum Adsorpsi	4.41	20.02
Sesudah Adsorpsi	4.30	20.53

Berdasarkan Tabel 4.3 terjadi peningkatan *spacing* pada interlayer bentonit. Penyeragaman kation interlayer dengan kation Na^+ ternyata meningkatkan basal spacing, begitupula setelah Na-MMT diinterkalasi dengan surfaktan ODTMABr. Gambar 4.6 dan Tabel 4.3 juga menunjukkan bahwa terjadi peningkatan nilai *d-spacing* setelah dilakukan adsorpsi fenol, hal ini menunjukkan bahwa molekul fenol yang teradsorpsi berada di dalam interlayer OCT 1 KTK. Keberadaan molekul fenol di dalam interlayer menyebabkan jarak antar lapis menjadi lebih besar.

Bukti teradsorpsinya fenol oleh OCT 1 KTK juga ditunjukkan dari hasil karakterisasi dengan FTIR (Gambar 4.7), pada spektra OCT 1 KTK yang telah mengadsorpsi fenol muncul puncak C=C aromatis yaitu pada bilangan gelombang 1600 cm^{-1} , sesuai dengan contoh FTIR fenol yang dilakukan oleh Sastrohamidjojo (Spektroskopi Inframerah, 1990, pp. 86). Intensitas puncak C=C aromatik tidak besar disebabkan kecilnya konsentrasi dari fenol yang teradsorpsi pada OCT 1 KTK.

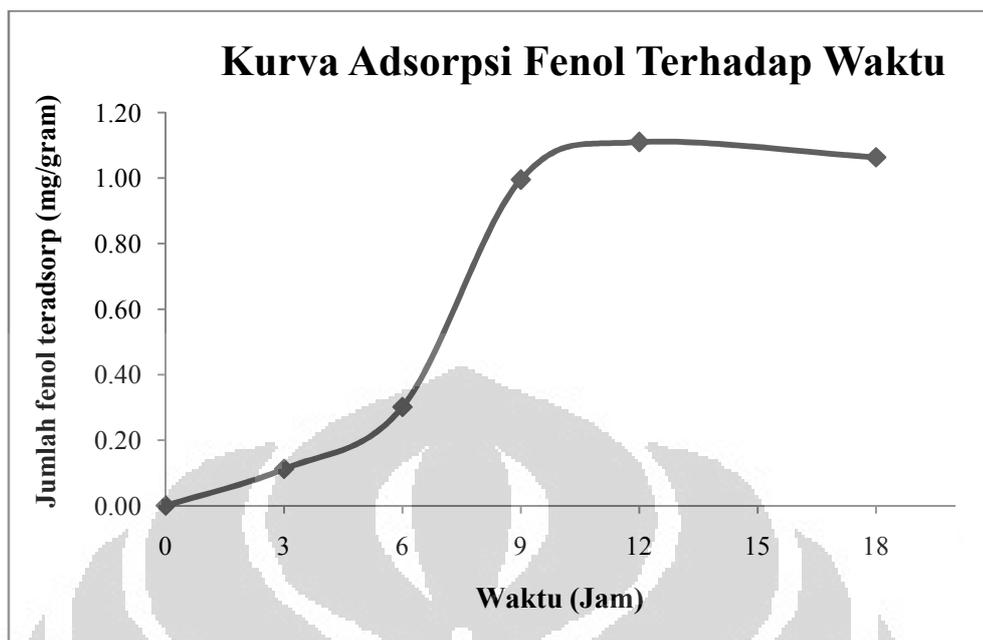


Gambar 4.7 FTIR dari OCT 1 KTK

a. Sebelum dan b. Sesudah adsorpsi fenol

4.5 Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi Fenol

Proses adsorpsi fenol oleh OCT 1 KTK merupakan salah satu bentuk dari kesetimbangan. Adsorpsi dan desorpsi akan terjadi setelah proses adsorpsi mencapai waktu optimum atau waktu equilibriumnya. Bila penentuan waktu adsorpsi fenol kurang tepat, maka terdapat kemungkinan jumlah fenol yang teradsorpsi oleh OCT 1 KTK tidak optimum.



Gambar 4.8 Kurva adsorpsi fenol terhadap waktu

Semakin kecil absorbansi fenol yang diberikan oleh filtrat yang di karakterisasi dengan spektrometri UV-Vis ini menunjukkan bahwa semakin kecil konsentrasi atau jumlah fenol yang terlarut dalam filtrat, sehingga dapat diketahui bahwa jumlah fenol yang teradsorpsi oleh OCT 1 KTK meningkat seiring berkurangnya jumlah absorbansi fenol pada filtrat.

Tabel 4.4 Tabel adsorpsi fenol terhadap waktu pengadukan

Waktu (Jam)	Absorbansi	Konsentrasi setimbang (mg/L)	Jumlah fenol terserap/adsorben (mg/gr)
3	0,26978	19,0571	0,1121
6	0,24331	17,1643	0,3014
9	0,14622	10,2286	0,9950
12	0,13010	9,0786	1,1100
18	0,13659	9,5429	1,0636

Ket: Berat OCT = 0,1 gram

: Konsentrasi fenol mula-mula = 20,1786 mg/L

: Volume larutan fenol = 10 mL

Gambar 4.8 menunjukkan jumlah fenol yang teradsorpsi oleh OCT 1 KTK dengan waktu yang bervariasi, yaitu 3 jam; 6 jam; 9 jam; 12 jam; dan 18 jam. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan waktu optimum pada proses adsorpsi fenol oleh OCT 1 KTK. Pada Tabel 4.4, jumlah fenol terserap paling besar didapat setelah dilakukan stirrer/pengadukan selama 12 jam, sedangkan bila dilakukan stirrer selama 18 jam didapatkan jumlah fenol teradsorpsi lebih kecil meskipun tidak signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa fenol teradsorpsi paling banyak oleh OCT 1 KTK pada waktu pengadukan selama 12 jam dibandingkan dengan waktu pengadukan selama 18 jam.

4.6 Aplikasi Sebagai Adsorben Fenol pada Air Limbah Demulsifikasi Minyak Bumi

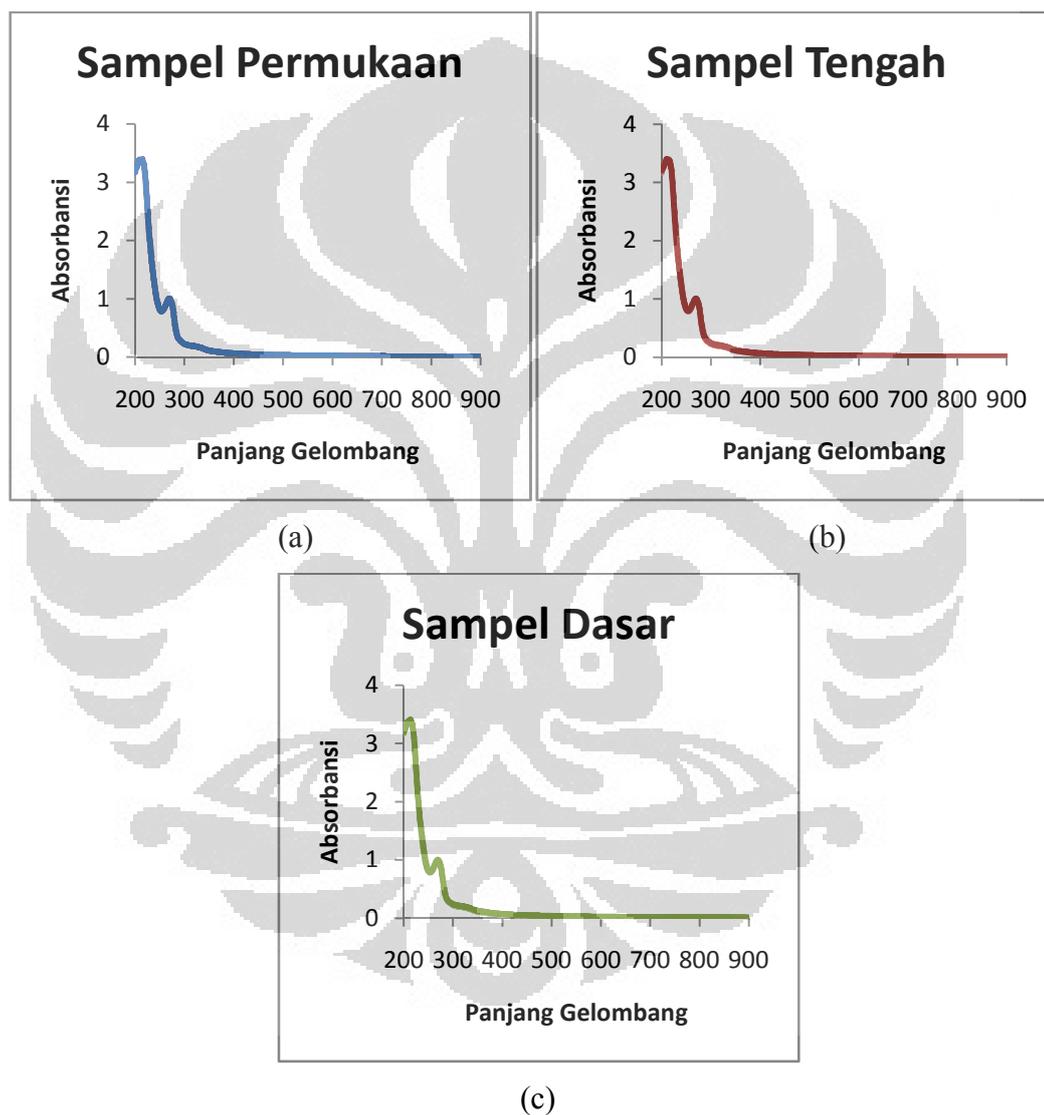
Pada penelitian ini, dilakukan uji aplikasi OCT 1 KTK sebagai adsorben fenol pada sampel yang terdapat pada lingkungan yaitu air limbah yang merupakan hasil demulsifikasi minyak bumi. Alasan pengambilan limbah ini sebagai sampel karena pada minyak bumi terdapat kandungan fenol yang dalam prosesnya tidak diperlukan dan akan menjadi limbah.

Sampel didapat dari perusahaan yang memproduksi bahan bakar (PT. Pertamina), proses singkat dari sampel ini adalah minyak bumi dicampurkan dengan air sebagai proses pemisahan senyawa polar, kemudian dilakukan demulsifikasi untuk memisahkan minyak dengan air. Air inilah yang digunakan sebagai sampel karena diduga memiliki kandungan fenol.

Kandungan fenol pada sampel diuji dengan spektrofotometer UV-Vis. Dengan menggunakan metode "Spectrum" pada spektrometri UV-Vis dan dilakukan scanning pada panjang gelombang 900-200 nm, ternyata muncul puncak pada panjang gelombang $\lambda=269$ nm, panjang gelombang tersebut merupakan panjang gelombang maksimal fenol. Selanjutnya untuk memastikan keberadaan fenol pada seluruh larutan sampel, diambil 3 bagian dari sampel yaitu permukaan, dasar, dan tengah.

Melalui metode "Spectrum" pada spektrometri UV/Visible, sampel dilihat kehomogenannya dengan cara diuji bagian permukaan, tengah, dan dasar sampel. Dari Gambar 4.9 dapat dilihat bahwa sampel memiliki kehomogenan yang baik

karena tidak ada perbedaan pada tampilan kurva UV/Vis, maka pengambilan sampel secara acak dapat digunakan dalam penentuan kemampuan OCT 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol pada sampel limbah. Kandungan fenol pada sampel akan diuji secara kuantitatif dengan melakukan karakterisasi dengan spektrometri UV/Visible menggunakan standar larutan fenol (Lampiran 7).



Gambar 4.9 Kurva spektrum sampel: a) permukaan, b) tengah, dan c) dasar

Aplikasi kemampuan OCT 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol juga dimanfaatkan untuk melakukan penentuan ulang waktu adsorpsi optimum. Sampel limbah kemudian dicampurkan dengan OCT 1 KTK dengan variasi waktu

pengadukan selama 12 jam, 15 jam, dan 18 jam. Data dari Tabel 4.5 menunjukkan bahwa fenol teradsorpsi paling baik oleh OCT 1 KTK pada waktu pengadukan selama 12 jam, dengan kadar fenol terserap sebesar 44,68 mg/L atau 4,468 mg fenol/gram OCT 1 KTK. Hal ini menunjukkan bahwa waktu pengadukan selama 12 jam merupakan waktu optimum OCT 1 KTK untuk mengadsorpsi fenol.

Tabel 4.5 Kadar fenol terserap

Waktu (Jam)	Kadar Fenol Terserap (mg/L)	Jumlah Fenol Terserap (mg fenol/gram <i>organoclay</i>)
12	44,68	4,46
15	43,61	4,36
18	43,97	4,39

Ket: Berat OCT = 0,1 gram

Konsentrasi awal fenol pada sampel= 85,77 ppm

Volume Larutan = 10 mL

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. OCT 1 KTK memiliki kemampuan optimum mengadsorpsi fenol sebesar 5,35 mg fenol/gram OCT 1 KTK.
2. Fenol yang teradsorpsi pada OCT 1 KTK dapat di karakterisasi dengan FTIR melalui kehadiran puncak C=C aromatis dan XRD melalui peningkatan *basal spacing* OCT 1 KTK sebelum dan sesudah adsorpsi fenol.
3. Berdasarkan jumlah fenol yang teradsorpsi terhadap waktu, waktu optimum yang dibutuhkan OCT 1 KTK dalam mengadsorpsi fenol yaitu selama 12 jam.
4. Kemampuan OCT 1 KTK dalam menyerap fenol yang berada pada limbah air yang mengandung minyak hasil demulsifikasi adalah 4,46 mg fenol/gram OCT 1 KTK.

5.2 Saran

1. Sebaiknya juga dilakukan optimasi jumlah atau berat OCT 1 KTK terhadap konsentrasi larutan fenol untuk mendapatkan persentase adsorpsi yang optimum.
2. Sebaiknya juga dilakukan aplikasi adsorpsi pada campuran yang berisi senyawa-senyawa mirip fenol agar dapat diketahui kecenderungan OCT 1 KTK dalam mengadsorpsi.
3. Sebaiknya juga dilakukan regenerasi *organoclay* setelah mengadsorpsi fenol agar dapat digunakan kembali untuk kepentingan selanjutnya.

DAFTAR REFERENSI

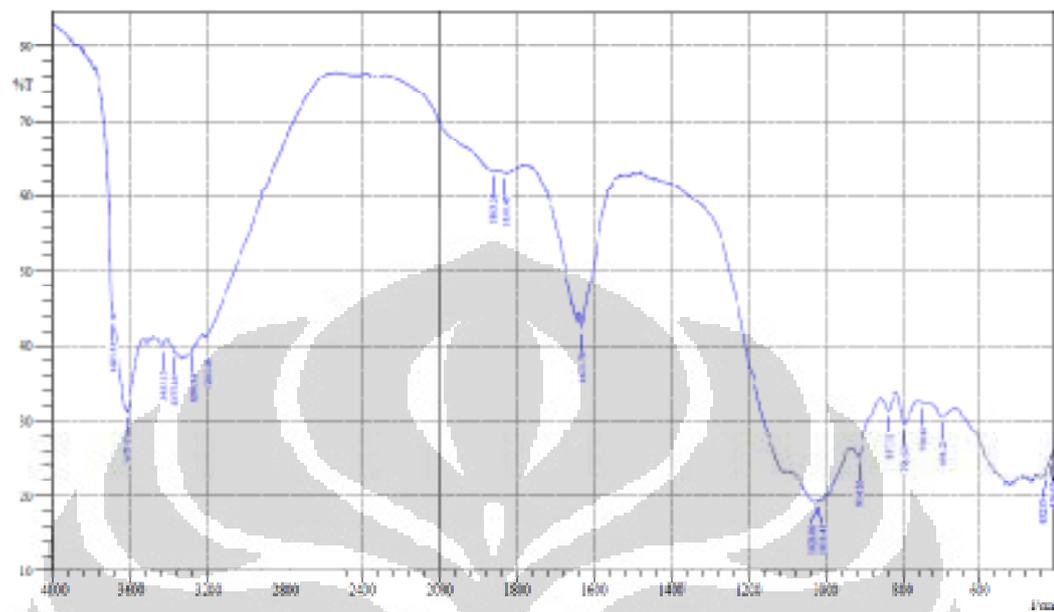
- Bergaya, F. Vayer M.s (1997). *CEC of clays: Measurement by adsorption of a copper ethylenediamine complex*. Applied Clay Science 12 (1997) 275-280. Perancis.
- Cameron, D.A.(2003). *Introduction to Soil Mechanics*. Division of Information Technology, Engineering and The Environment. Senin, 24 Januari 2011 pukul 13.45WIB.
- Frost, Ray and Xi, Yunfei and He, Hongping. (2007) . *Modification of the surfaces of Wyoming montmorillonite by the cationic surfactants alkyl trimethyl, dialkyl dimethyl and trialkyl methyl ammonium bromides*. Journal of Colloid and Interface Science 305(1): pp: 150-158.
- Frost, Ray and He, Hongping and Klopogge, Theo and Bostrom, Thor and Duong, Loc and Yuan, Peng and Xi, Yunfei and Yang, Dan. (2006). *Changes in the morphology of organoclays with HDTMA+ surfactant loading*. Applied Clay Science 31(3-4):pp. 262-271.
- Gunlazuardi, Jarnuzi. (2005). *Diktat Kuliah Kimia Analisa Termal*. Departemen Kimia FMIPA UI.
- Handoyo, Kristian S. (2001). *Dasar dasar kimia anorganik nonlogam* Universitas Negeri Yogyakarta. hal;8.18-8.19.
- Haryani, Diana Nur. (2010). *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik HDTMABr dan ODTMABr Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Molekul Organik*. Skripsi Departemen Kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Heinz, H. Vaia, R. A. Krishnamoorti, R. and Farmer, B. L. (2006). *Self-Assembly of Alkylammonium Chains on Montmorillonite: Effect of Chain Length, Head Group Structure, and Cation Exchange Capacity*. J. Phys. Chem. B 2005, 109, 13301-13306 Ohio. Wright State University, Ohio and University of Houston, Texas.
- Irwansyah. (2007). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromida Melalui Interkalasi Metode Ultrasonik*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.

- Jaycock, M. J and G. D. Parfitt. (1981). *Chemistry of Interfaces*. Ellis Horwood Limited
- Kurniawan, Danar. (2008). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay dengan Metode Ultrasonik sebagai Adsorben p-Klorofenol dan Hidroquinon*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Lizhong Zu, Yimin Li, & Jianying Zhang. (1997). *Jurnal Sorption Of Organobentonites To Some Organic Pollutants In Water*. Departement of Environmental Science, Hangzhou University Hangzhou, Zheijang, China
- Martini, Kus Sri, Ashadi, & Sulisty Saputro. 2009. *Pengembangan Metode Regenerasi dan Kestabilan Sistem Adsorben Surfaktan Kationik Berpenyangga Montmorilonit Lokal untuk Menanggulangi Polutan Organik dan Logam Berat*. Artikel Ilmiah Universitas Sebelas Maret Surakarta
- Meyers, Drew. (1999). *Surfaces, interfaces and colloids: Principles and applications, Second edition*. John Willey & Sons, Inc, New York.
- Meier, L.P. and Kahr, G. (1999). Determination of the cation exchange capacity (CEC) of clay minerals using the complexes of copper(II) ion with triethylenetetramine and tetraethylenepentamine. *Clays Clay Miner.* 47, pp: 386 – 388.
- Nurdiansyah, Andika. (2007). *Studi Awal Aplikasi Organoclay sebagai Adsorben Fenol dan Katekol*. Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Oktaviani, Evi. (2011). *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Fenol*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Oxtoby, David W dkk. (2002). *Principles of Modern Chemistry, Fifth Edition*. Brooks/Cole. New York.
- Perneyeszi, Timea, Roy Kasteel, Barbara Witthuhn, & Peter Klahre. (2006). Adsorption of 2,4-dichlorophenol on Organic/Aquafier Material Mixtures Studied Under Static and Flow Conditions. *Applied Clay Science* 32: pp: 179-189
- Pettersson, Torbjörn, Esben Thormann, and Per Claesson. (2010). *AFM Study of Montmorillonit*. Technical Report, Royal Institute of Technology.

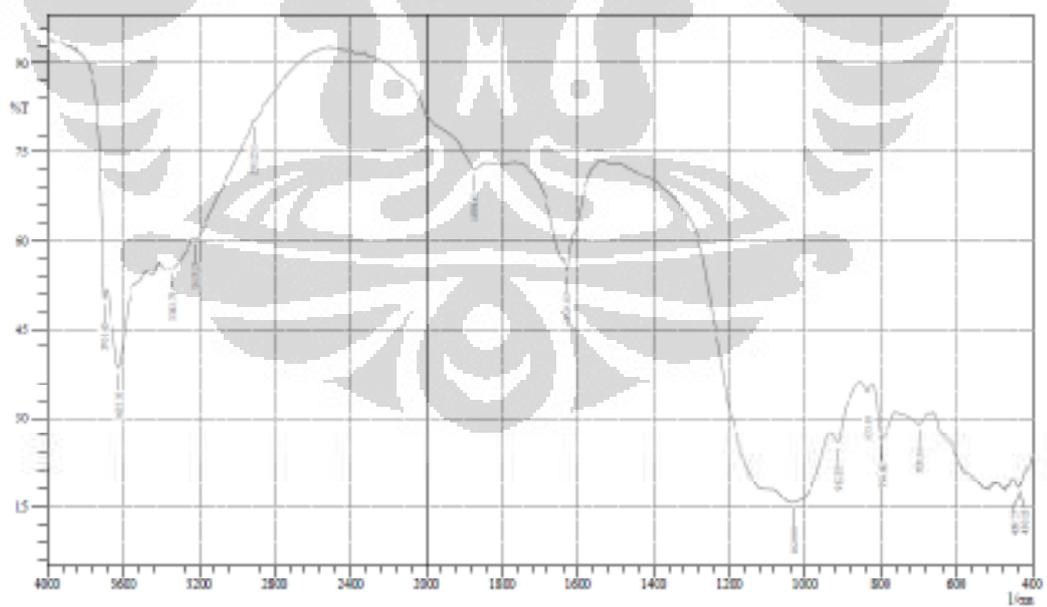
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1992). *Spektroskopi Inframerah*. Liberty, Yogyakarta.
- Sirappa, M.P, dan Astiana Sastiono. (2003). *Analisis Mineral Lempung Tanah Regosol Lombok Dengan Menggunakan Sinar X Dalam Kaitannya Dengan Penentuan Sifat dan Cara Pengelolaan Tanah*. Jurnal Ilmu Tanah dan Lingkungan. Vol. 3 No. 2, pp1-6.
- Syuhada, Rachmat Wijaya, Jayatin, dan Saeful Rohman. (2009). *Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Bandung. Vol. 2 No. 1
- Vianna, M.M.G Ramos, J.H.R Franco, & C.A Pinto. (2004). *Sorption of Oil Pollution by Organoclays and A Coal/Mineral Complex*. Brazilian Journal of Chemical Engineering.
- Yunfei, Xi, Zhe Ding, Hongping Ho, & Ray L. Frost. (2005). *Infrared spectroscopy of organoclays synthesized with the surfactant octadecyltrimethylammonium bromide*. Spectrochimica acta. Part A, Molecular and biomolecular spectroscopy, 2005. 61(3): p. 515-25.
- Yunfei, Xi. (2006). *Synthesis, Characterisation and Application of Organoclays*. PhD Thesis. Queensland University of Technology.
- <http://webmineral.com>. 18 Mei 2011.
- <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/PH/phenol.html>. 18 Mei 2011.
- <http://rtiintl.com/sem-eds.html>. 18 Mei 2011
- <http://www.eytonsearth.org/clay-chemistry.php> 29 November 2011.
- <http://www.fysast.uu.se/molcond/content/bentonite-and-kaolinite> 29 November 2011.
- <http://www.eytonsearth.org/bentonite-montmorillonite.php> 29 November 2011.
- http://www.mycoad.com/eng_5_15.htm 29 November 2011.
- http://www.aquatechnologies.com/info_bentonite_clay.htm 29 November 2011.
- http://www.aquatechnologies.com/info_organoclay.htm 29 November 2011.
- <http://www.abdn.ac.uk/~che241/cdiff/indexx.htm> 6 November 2011.
- <http://www.nuance.northwestern.edu/KeckII/Instruments/FT-IR/index.html> 6 November 2011.

LAMPIRAN 1

FTIR Fraksi 2 Bentonit Tapanuli

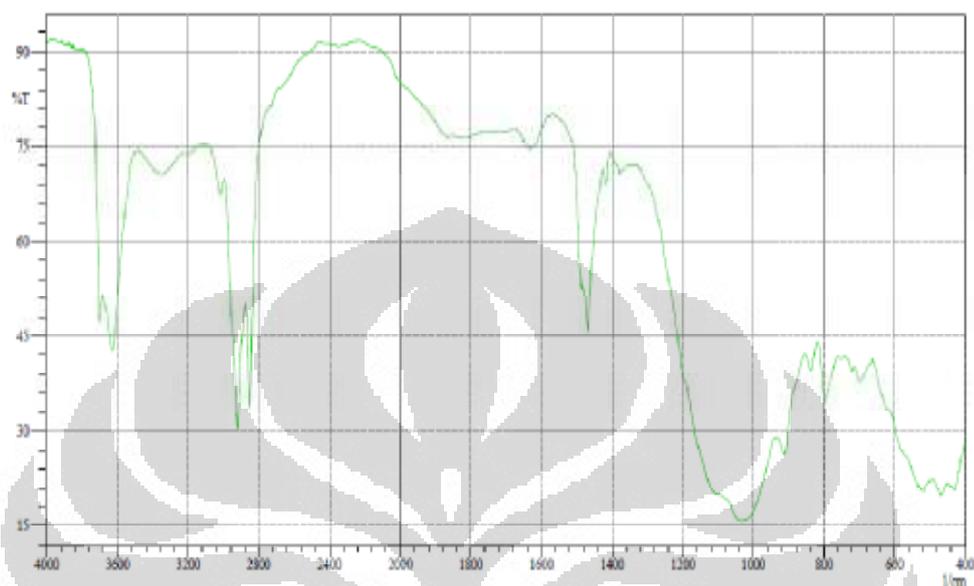


FTIR Na-MMT

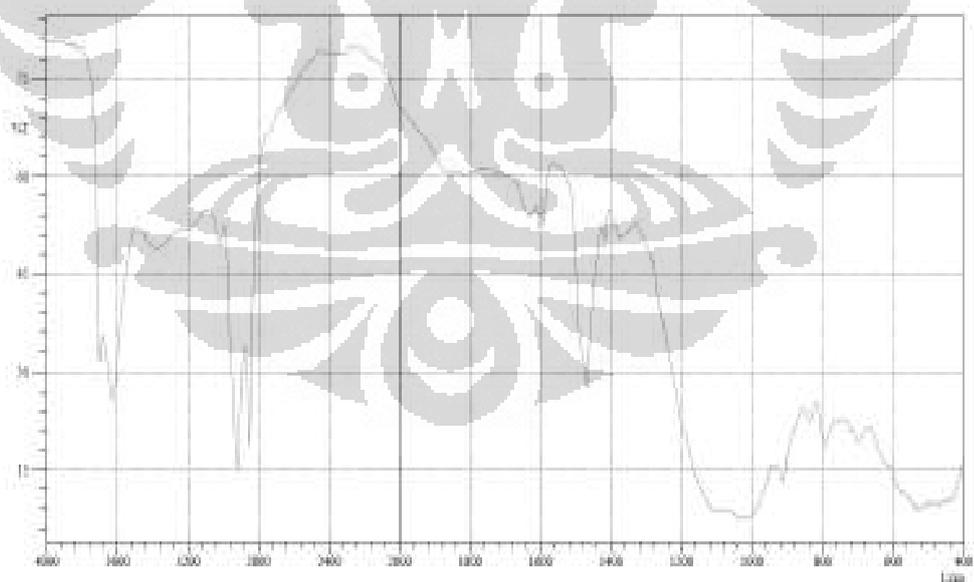


LAMPIRAN 2

FTIR OCT 1 KTK



FTIR OCT 1 KTK setelah adsorpsi Fenol



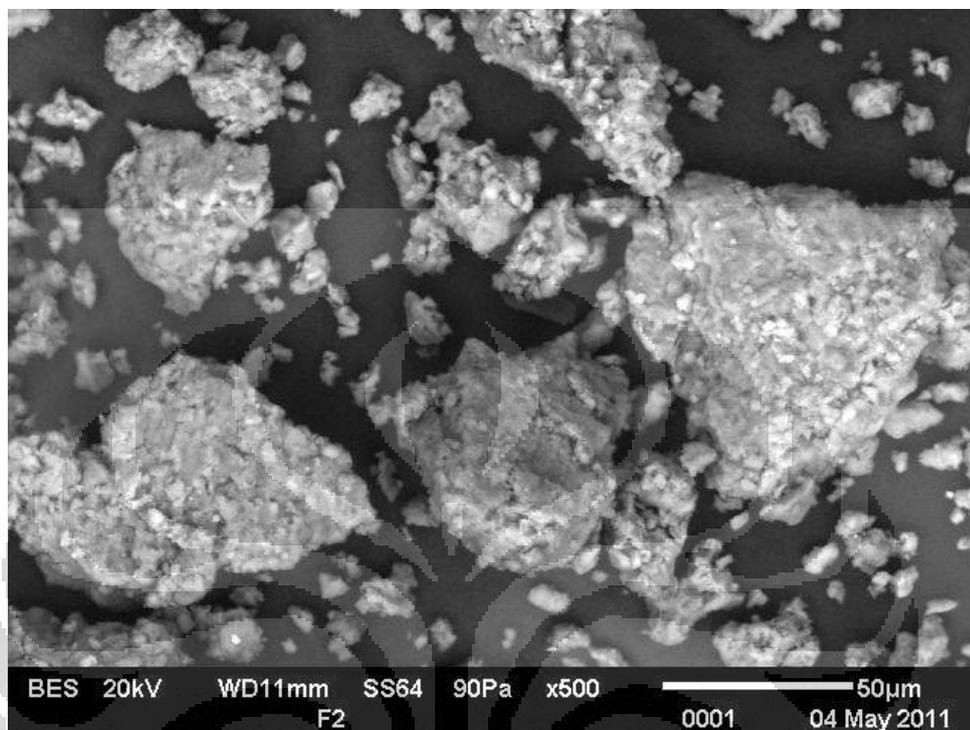
LAMPIRAN 3

Puncak-puncak yang terdeteksi pada F2, Na-MMT, dan *Organoclay* melalui FTIR

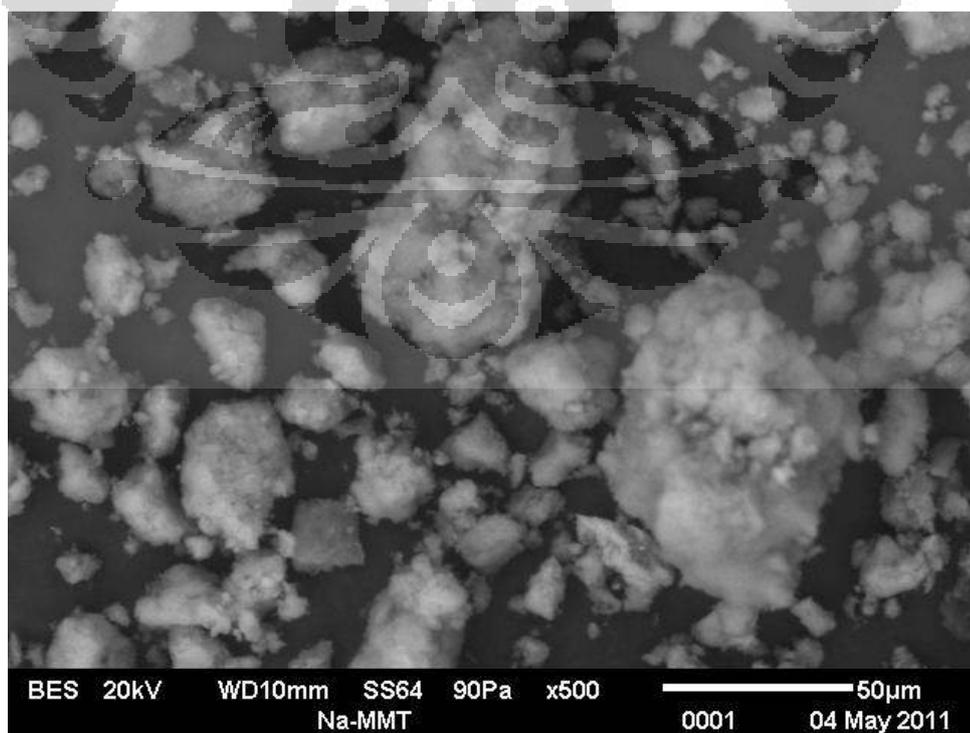
Jenis spektra	Wavelength cm ⁻¹ F2	Wavelength cm ⁻¹ Na-MMT	Wavelength cm ⁻¹ Organoclay	Wavelength cm ⁻¹ Organoclay+Fenol
Ulur O-H struktural	3622	3622	3630	3630
Ulur O-H dari molekul air	3377	3340	3332	3336
Tekuk HOH dari molekul air	1631	1629	1654	1629
Ulur Si-O-Si, deformasi Al ₂ OH, deformasi Al-Mg-OH, Al-O dan Si-O-Fe	1028, 912, 700, 520, 439	1029, 912, 700, 520, 439	1029,912, 729, 520, 466	1018, 912, 516, 472
Amina Primer NH ₃ ⁺ Asimetrik dan Simetrik Uluran Vibrasi	-	-	3028	3018
Vibrasi simetrik dan asimetrik dari C-H pada metilen (-CH ₂)	-	-	2916, 2848	2920, 2850
Vibrasi ulur C-H	-	-	1400	1400
Tekuk Si-O	520, 439	520, 439	520, 466	516, 472
Tekukan NH ₃ ⁺ Asimetrik dan Simetrik	-	-	1471	1471
C=C Aromatik	-	-	-	1600

LAMPIRAN 4

Data SEM Fraksi 2

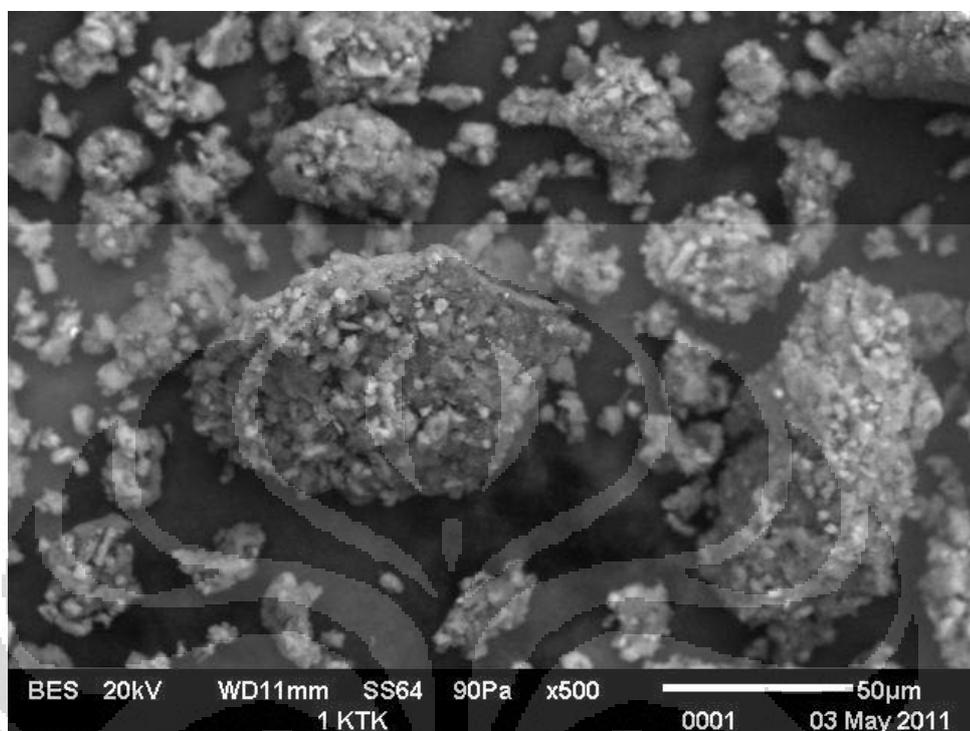


Data SEM Na-MMT



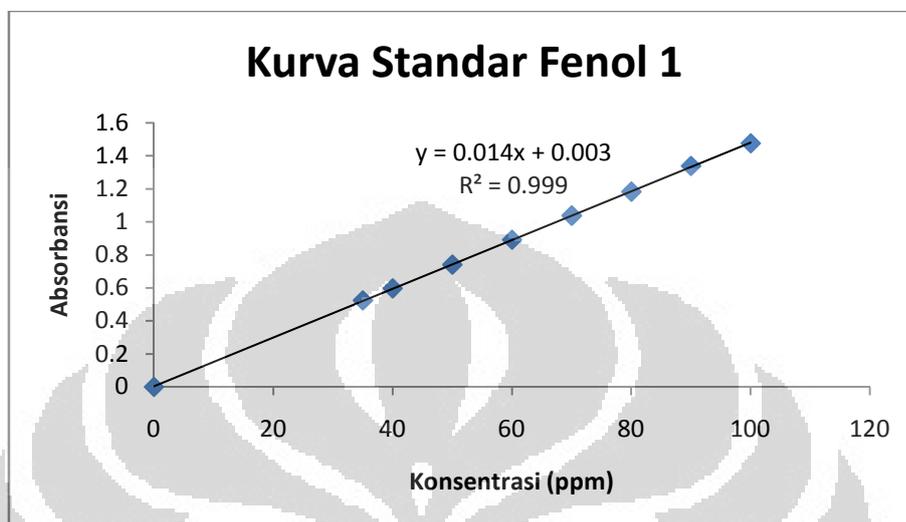
LAMPIRAN 5

Data SEM 1 KTK

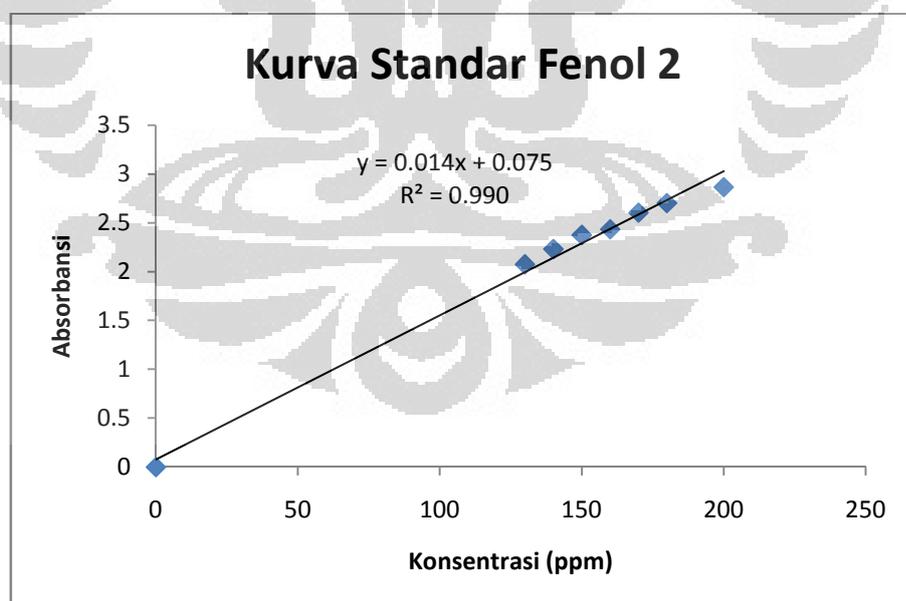


LAMPIRAN 6

Kurva standar variasi konsentrasi fenol (35-100 ppm)

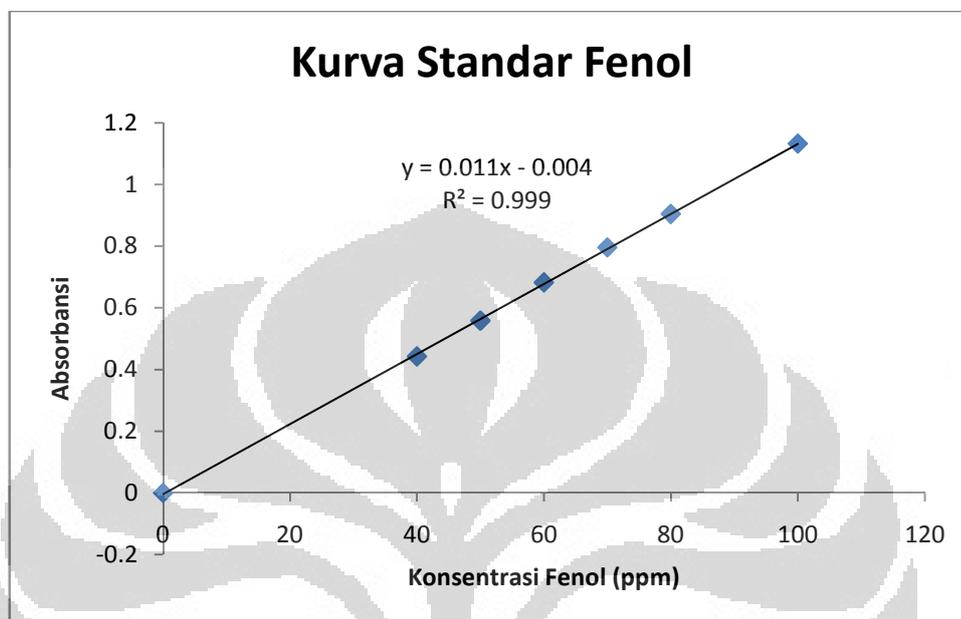


Kurva standar variasi konsentrasi fenol (130-200 ppm)



LAMPIRAN 7

Kurva standar fenol untuk aplikasi pada limbah

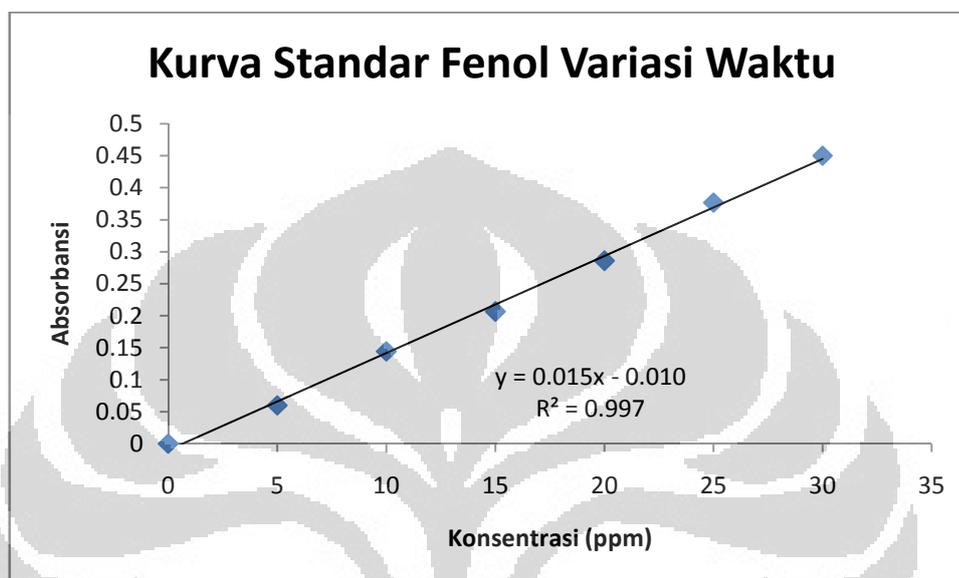


Tabel adsorpsi fenol pada sampel limbah

Waktu (Jam)	Konsentrasi setimbang (mg/L)	Jumlah fenol terserap/adsorben (mg/gr)
12	41.09091	4.468182
15	42.15909	4.361364
18	41.80091	4.397182

LAMPIRAN 8

Kurva standar fenol untuk penentuan waktu optimum pengadukan
(5-30 ppm)



Perhitungan KTK dan konsentrasi ODTMABr

Sintesis *organoclay* 1 KTK menggunakan 5 gram Na-MMT, dimana:

1 KTK = $\frac{\text{mmol surfaktan}}{100 \text{ gram clay}}$

65,5 mmol/100 gram clay

$\text{mmol surfaktan}/100 \text{ gram clay} = 65,5 \text{ mmol}/100 \text{ gram clay}$

$\text{mmol surfaktan}/5 \text{ gram clay} = 3,275 \text{ mmol}/5 \text{ gram clay}$

$\text{mmol surfaktan} = 3,275 \text{ mmol}$

Jumlah (massa) surfaktan yang dibutuhkan,

$\text{gram surfaktan} = \frac{3,275 \text{ mmol} \times 392,52 \text{ gram/mol}}{1000} = 1,2856 \text{ gram ODTMABr}$

ODTMABr dilarutkan dalam 30 mL aquades,

Konsentrasi ODTMABr = $\frac{3,275 \text{ mmol}}{30 \text{ mL}} = 0,109 \text{ mM}$