



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**MODIFIKASI ELEKTRODA *BORON DOPED DIAMOND* DENGAN  
*ORGANOCLAY* HDTMA-BENTONIT DAN APLIKASINYA UNTUK  
DETEKSI SENYAWA FENOL**

**SKRIPSI**

**IRNAWATI HAPIDA**

**0806452860**

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



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**MODIFIKASI ELEKTRODA *BORON DOPED DIAMOND* DENGAN  
*ORGANOCLAY* HDTMA-BENTONIT DAN APLIKASINYA UNTUK  
DETEKSI SENYAWA FENOL**

**SKRIPSI**

**diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**IRNAWATI HAPIDA**

**0806452860**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**PROGRAM STUDI KIMIA**

**DEPOK**

**JULI 2012**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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



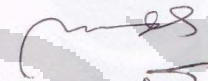
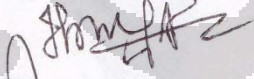
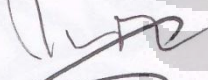

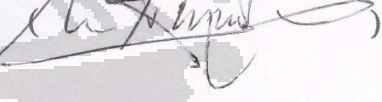
Nama : Irnawati Hapida  
NPM : 0806452860  
Tanda Tangan :   
Tanggal : 5 Juli 2012

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Irnawati Hapida  
NPM : 0806452860  
Program Studi : Kimia  
Judul Skripsi : Modifikasi Elektroda *Boron Doped Diamond*  
(BDD) dengan *Organoclay* HDTMA-Bentonit dan  
Aplikasinya untuk Deteksi Senyawa Fenol

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 I : Dr. Ivandini Tribidasari, A (  )  
Pembimbing II : Dr. Yuni K. Krisnandi (  )  
Penguji I : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si (  )  
Penguji II : Drs. Sunardi, M.Si (  )  
Penguji III : Drs. Ismunaryo M, M.Phil (  )

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : 5 Juli 2012

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas rahmat, kasih sayang dan petunjuk-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini. Shalawat serta salam semoga senantiasa tercurah kepada Rasulullah Muhammad SAW yang merupakan suri tauladan bagi umat manusia.

Penulis menyadari banyaknya pihak yang membantu penyelesaian skripsi ini, baik moral maupun materil. Oleh karena itu, penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Kepada Mama dan Bapak yang tiada hentinya memberikan semangat dan doa pada penulis.
2. Kepada Dr. Ivandini Tribidasari A. dan Dr. Yuni K. Krisnandi selaku pembimbing yang telah meluangkan waktu dan pikiran untuk membantu penulis.
3. Dr. Ridla Bakri, M. Phil, selaku Ketua Departemen Kimia dan Ir. Widyastuti Samadi M.Si selaku pembimbing akademis penulis serta Dosen Pengajar Departemen Kimia yang telah banyak memberi pengajaran dan pemahaman yang bermanfaat kepada penulis.
4. Staff Laboratorium Afiliasi dan Staff Departemen Kimia yang telah banyak membantu penulis selama perkuliahan dan penelitian.
5. Boa dan adik-adikku tercinta, Dita, Halia dan Tasfia yang selalu menjadi semangat dalam menjalani hari-hari penulis.
6. Teman-teman penelitian Lantai 3 yang selalu saling menyemangati, Budi, Mita, Hadi, Syahreza, Ka Tegar, Adly\*, Resty, Asef, Disa, Rina, Nia, Helen, Inna, One, Dewi, Khusnul, Ka Bibah, Prasmita, Ka Uci.
7. Teman-teman penelitian lainnya Adi, Esti, Bimo, JE, Vina Y, Dea, Prily, Boy, Ka Widi, Maris, Michu, Daniel, Linyo, Bali, Qinoy, dan yang lainnya.
8. Teman-teman 2008 yang bersama-sama melewati tantangan demi tantangan selama perkuliahan dan mewarnai hari-hari penulis selama 4 tahun terakhir ini. Vina Kartika, Anggied, Andreas, Kinanty, Fauziah Azima, Tatha, Frida, Maya Pada, Sharfina, Farid, Aryo, Rendy.

9. Teman-teman 2008 yang sudah lebih dahulu lulus, Degijol, Oci, Harmesa,, Mumu, Sania, Umar, Ocha dll
10. Ceuceu Windi, Bembi, Iqunk dan semua warga SMART UI atas waktu yang tak akan terulang lagi.
11. Kak Yusni yang selalu menemani penulis berkeluh kesah. Terima kasih banyak atas waktu, tenaga dan pikirannya.
12. Kak Agung, Kak Pungki, Kak Husnul dan Kak Trijan. Terima kasih atas hiburannya di kala penulis jenuh dan galau.
13. Tante Nina. Terima kasih atas nasehat dan doanya.
14. Kakak-kakak sarjana yang membantu penulis melalui tulisan skripsi sebelumnya, Kak Lany Wijaya, Kak Hany, Kak Evi dan Kak Diana.

Akhirnya, dengan segala keterbatasan dan kekurangan dari penulis, penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak. Amin

**Penulis**

2012

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

---

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

Nama : Irnawati Hapida  
NPM : 0806452860  
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 :

Modifikasi Elektroda *Boron Doped Diamond* (BDD) dengan *Organoclay* HDTMA-Bentonit dan Aplikasinya untuk Deteksi Senyawa Fenol

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 : 5 Juli 2012  
Yang menyatakan



(Irnawati Hapida)

## ABSTRAK

Nama : Irnawati Hapida  
Program Studi : Kimia  
Judul : Modifikasi Elektroda *Boron Doped Diamond* (BDD) dengan *Organoclay* HDTMA-Bentonit dan Aplikasinya untuk Deteksi Senyawa Fenol

Modifikasi elektroda BDD dengan *organoclay* HDTMA-bentonit dilakukan untuk meningkatkan sensitivitas elektroda BDD terhadap deteksi senyawa fenol pada analisis voltametri siklik. *Organoclay* merupakan material yang mempunyai daya adsorpsi tinggi terhadap polutan organik. Sedangkan elektroda BDD merupakan elektroda dengan berbagai kelebihan diantaranya arus blanko yang rendah dan jangkauan potensial yang lebar. Permukaan elektroda BDD dilapisi dengan campuran *organoclay* HDTMA-Bentonit dan karbon dengan memvariasikan perbandingan massa keduanya, yaitu pada perbandingan *organoclay* dan karbon 1:2, 1:3 dan 1:4, serta variasi KTK *organoclay* yaitu 1 dan 2 KTK. Pada pengukuran fenol dalam larutan NaCl 0.1 M, hasil optimum ditunjukkan pada perbandingan *organoclay* dan karbon 1:3 pada *organoclay* 2 KTK dengan sensitivitas sebesar 0.0042 mM/mA. Arus dari hasil oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 2 KTK+CP lebih tinggi dari elektroda BDD yang tak termodifikasi *organoclay* dengan batas deteksi sebesar 0,017 mM dan *reproducibility* sebesar 7.181 %.

Kata kunci : *Boron Doped Diamond* (BDD), voltametri siklik, fenol, *organoclay*

xv + 61 hlm : 25 gambar ; 8 tabel

Daftar pustaka: 32 (1990-2012)



## ABSTRACT

Name : Irnawati Hapida  
Program Study : Chemistry  
Title : Modification of Boron Doped Diamond Electrode with  
HDTMA-Bentonite Organoclay and Its Application for  
Detection of Phenol

Modification of BDD electrode with organoclay HDTMA-Bentonite is made to improve sensitivity of BDD electrode for detecting phenol through the analysis of cyclic voltammetry analysis. Organoclay is a material with high adsorption of organic compounds due to its hydrophilic character. While the BDD electrode is an electrode with many of advantages including current and capable of forming a wide potential range. BDD electrode surface is coated with mixture of organoclay HDTMA-Bentonite and carbon powder with variation of mass ratio (1:2, 1:3 and 1:4) and variation of CEC of organoclay (1 CEC and 2 CEC). Optimum result of phenol measurement in 0.1 M NaCl solution are obtained in 1:3 ratio of organoclay and carbon at 2 CEC organoclay with a sensitivity of 0.0042 mM/mA. Current from oxidation phenol on BDD+OC 2 CEC+CP electrode is higher than BDD electrode without modification. BDD+OC 2 CEC+CP electrode has limit of detection of 0.017 mM and 7.181 % reproducibility.

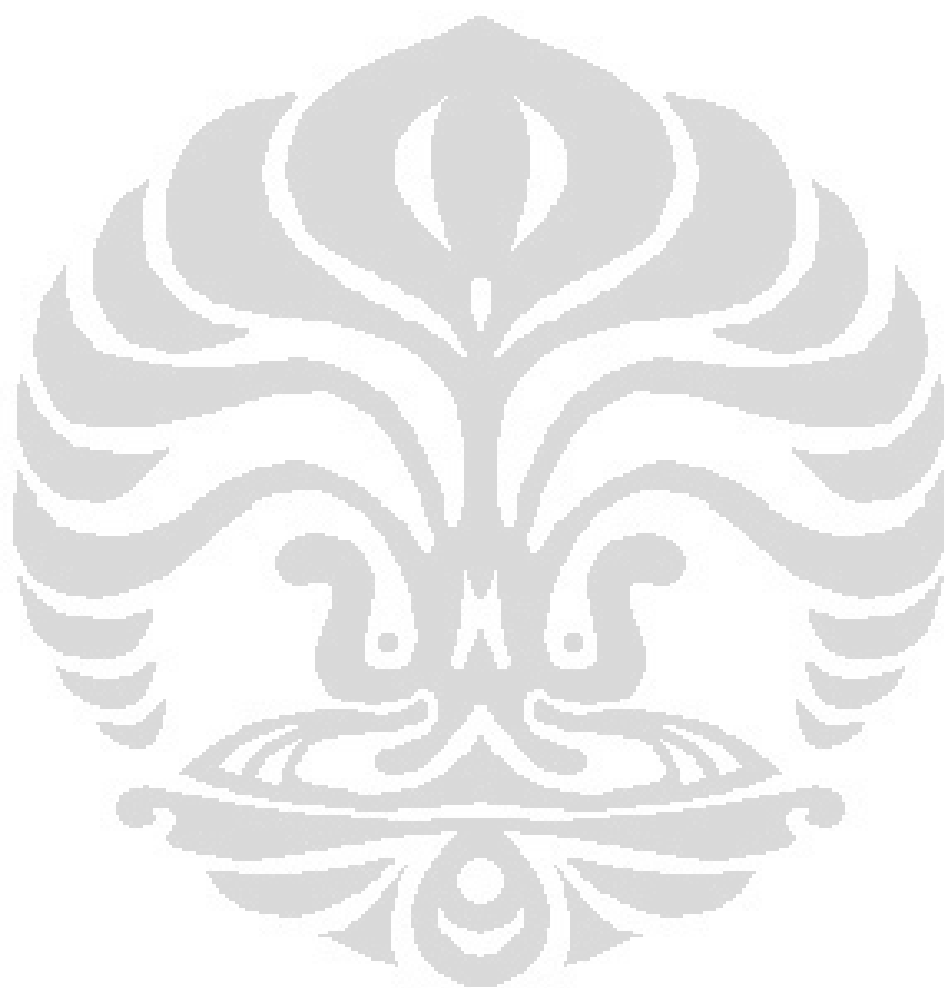
Key word : Boron Doped Diamond (BDD), cyclic voltammetry, phenol,  
organoclay  
xv + 61 page : 25 pictures ; 8 table  
Bibliography : 32 (1990-2012)

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH .....	vi
ABSTRAK .....	vii
ABSTRACT .....	viii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	2
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Hipotesis .....	3
1.5 Ruang Lingkup Masalah.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>4</b>
2.1 Sensor Kimia .....	4
2.2 Analisis Voltametri siklik .....	4
2.3 Elektroda Kerja .....	6
2.3.1 Elektroda Boron Doped Diamond .....	7
2.4 Bentonit .....	8
2.5 Surfaktan .....	10
2.5.1 Surfaktan Kationik HDTMA-Br .....	11
2.6 <i>Organoclay</i> .....	11
2.7 Fenol .....	12
2.8 Karakterisasi .....	13
2.8.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	13
2.8.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR) .....	14
2.8.3 SEM-EDX .....	15
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>17</b>
3.1 Lokasi dan Waktu Peneltian .....	18
3.2 Alat .....	18
3.2.1 Alat Proses .....	18
3.2.2 Alat Uji .....	18
3.3 Bahan .....	18
3.4 Cara Kerja .....	19
3.4.1 Pembuatan Larutan .....	19
3.4.1.1 Pembuatan Larutan NaCl 1 M .....	19
3.4.1.2 Pembuatan Larutan $\text{Cu(en)}_2^{2+}$ 0.01 M .....	19
3.4.1.3 Pembuatan Larutan NaCl 0.1 M .....	19

3.4.1.4 Pembuatan Larutan Fenol 0.2 mM - 1 mM .....	19
3.4.2 Preparasi Bentonit .....	19
3.4.3 Fraksinasi Bentonit .....	20
3.4.4 Sintesis Na Montmorillonit .....	20
3.4.5 Penentuan Kapasitas Tukar Kation. ....	20
3.4.6 Sintesis <i>Organoclay</i> HDTMA-Bentonit .....	20
3.4.7 Modifikasi Elektroda .....	21
3.4.7.1 Preparasi Elektroda .....	21
3.4.7.2 Penempelan <i>Organoclay</i> pada elektroda BDD .....	21
3.4.8 Uji Aplikasi dengan Voltametri Siklik .....	21
3.4.8.1 Penentuan Perbandingan Optimum .....	22
3.4.8.2 Penentuan Batas Deteksi Elektroda Termodifikasi <i>Organoclay</i> .....	22
3.4.8.3 Penentuan <i>Reproducibility</i> Elektroda Termodifikasi <i>Organoclay</i> .....	22
3.5 Bagan Kerja .....	23
3.5.1 Preparasi Bentonit .....	23
3.5.2 Preparasi Na-Montmorillonit .....	23
3.5.3 Fabrikasi <i>Organoclay</i> HDTMA-Bentonit.....	24
3.5.4 Preparasi Elektroda BDD .....	24
3.5.5 Modifikasi Elektroda dengan <i>Organoclay</i> .....	25
3.5.6 Uji Aplikasi Elektroda dengan Voltametri Siklik .....	25
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	26
4.1 Preparasi dan Fraksinasi Bentonit .....	26
4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation .....	27
4.3 Fabrikasi <i>Organoclay</i> HDTMA-Bentonit .....	28
4.4 Karakterisasi .....	29
4.4.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	29
4.4.2 FT-IR .....	32
4.4.3 SEM-EDX .....	34
4.5 Modifikasi Elektroda BDD dengan <i>Organoclay</i> .....	35
4.5.1 Preparasi Elektroda .....	35
4.5.2 Modifikasi Elektroda BDD dengan <i>Organoclay</i> HDTMA-Bentonit .....	36
4.6 Aplikasi untuk Senyawa Fenol .....	37
4.6.1 Penentuan Perbandingan <i>Organoclay</i> dan Karbon .....	37
4.6.2 Variasi KTK <i>Organoclay</i> pada Modifikasi Elektroda BDD .....	43
4.7 Penentuan Batas Deteksi Elektroda Termodifikasi <i>Organoclay</i> .....	46
4.8 Penentuan <i>Reproducibility</i> Elektroda Termodifikasi <i>Organoclay</i> .....	46
<b>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	48
5.1 Kesimpulan .....	48
5.2 Saran .....	48

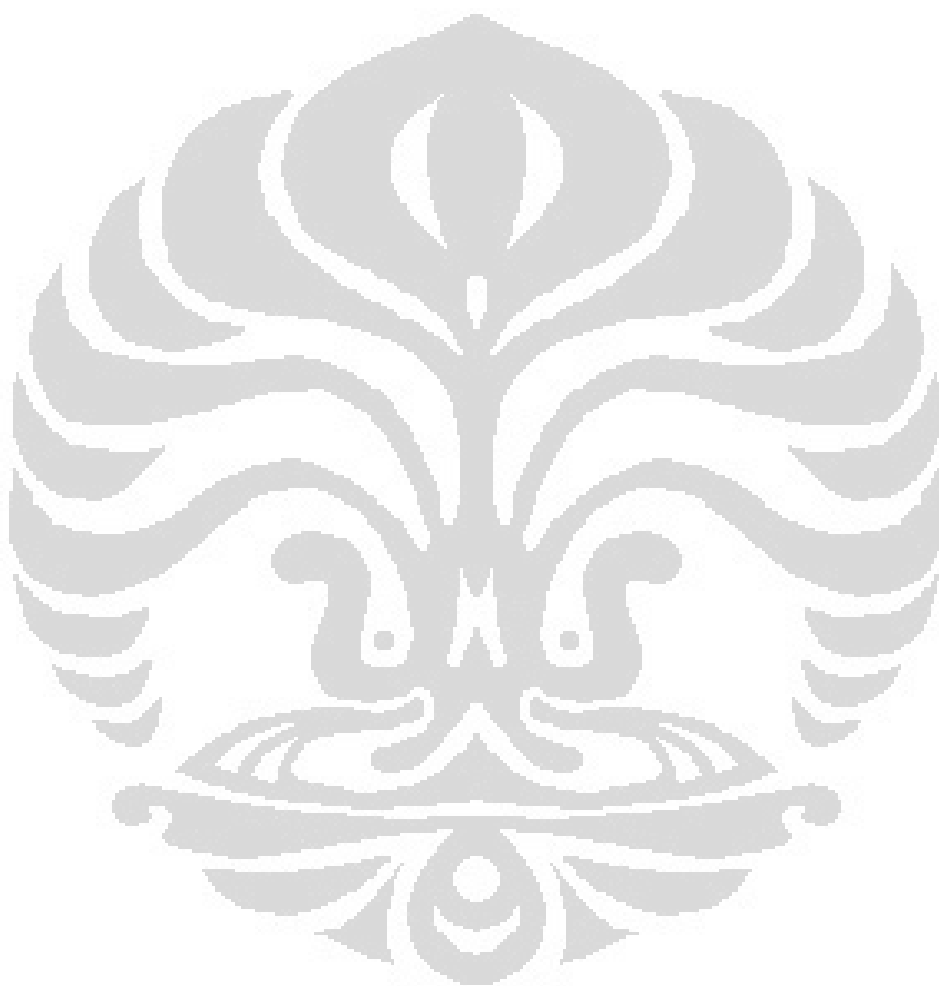
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>49</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>53</b>



## DAFTAR GAMBAR

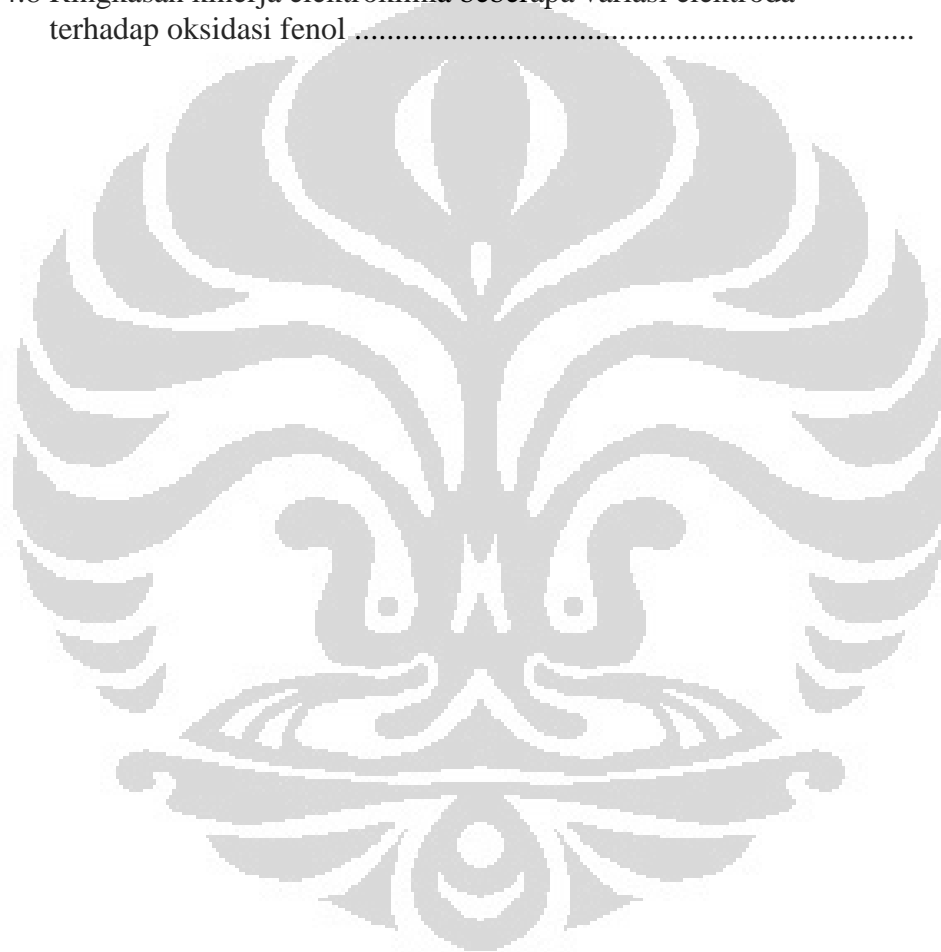
Gambar	Halaman
2.1 Skema sensor kimia .....	4
2.2 Contoh Voltamogram dari Voltametri Siklik .....	5
2.3 Contoh-contoh elektroda .....	6
2.4 Contoh elektroda kerja .....	7
2.5 Struktur bentonit .....	9
2.6 Kristal Montmorillonit .....	9
2.7 Contoh surfaktan .....	11
2.8 Surfaktan Heksadesil Trimetilammonium Bromida (HDTMABr) .....	11
2.9 Struktur senyawa fenol .....	13
2.10 Difraksi sinar X .....	14
2.11 Instrumen FTIR .....	15
3.1 Diagram Alir Penelitian .....	17
4.1 Struktur Bentonit .....	26
4.2 Struktur Na-MMT .....	27
4.3 Mekanisme pertukaran kation .....	29
4.4 Pola difraksi Bentonit, Fraksi 2 dan Na-MMT .....	30
4.5 Pola difraksi <i>organoclay</i> .....	31
4.6 Pola difraksi <i>basal spacing organoclay</i> .....	32
4.7 Data FTIR Bentonit, Fraksi 2 dan Na-MMT .....	33
4.8 Data FTIR <i>organoclay</i> .....	33
4.9 Modifikasi elektroda BDD .....	36
4.10 Voltamogram BDD+(OC 0.5 KTK+CP) (1:2) dalam variasi konsentrasi fenol .....	37
4.11 Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 0.5 KTK+CP) pada perbandingan (1:2) .....	38
4.12 Voltamogram BDD+(OC 0.5 KTK+CP) (1:3) dalam variasi konsentrasi fenol .....	38
4.13 Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 0.5 KTK+CP) pada perbandingan (1:3) .....	39
4.14 Voltamogram BDD+(OC 0.5 KTK+CP) (1:4) dalam variasi konsentrasi fenol .....	39
4.15 Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 0.5 KTK+CP) pada perbandingan (1:4) .....	40
4.16 Voltamogram BDD dalam variasi konsentrasi fenol .....	41
4.17 Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada elektroda BDD .....	42
4.18 Voltamogram BDD+CP dalam variasi konsentrasi fenol .....	42
4.19 Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada elektroda BDD+CP .....	42
4.20 Voltamogram BDD+(OC 1 KTK+CP) (1:3) dalam variasi konsentrasi fenol .....	44
4.21 Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 1 KTK+CP) pada perbandingan (1:3) .....	44
4.22 Voltamogram BDD+(OC 2 KTK+CP) (1:3)	

dalam variasi konsentrasi fenol .....	45
4.23 Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 2 KTK+CP) pada perbandingan (1:3) .....	45
4.24. Voltamogram BDD+(OC 2 KTK+CP) (1:3) pada fenol 0.2 mM sebanyak 10 kali pengukuran .....	46
4.25. Hubungan antara jumlah pengukuran dengan arus larutan fenol 0.2 mM pada BDD+(OC 2 KTK+CP) pada perbandingan (1:3) .....	47



## DAFTAR TABEL

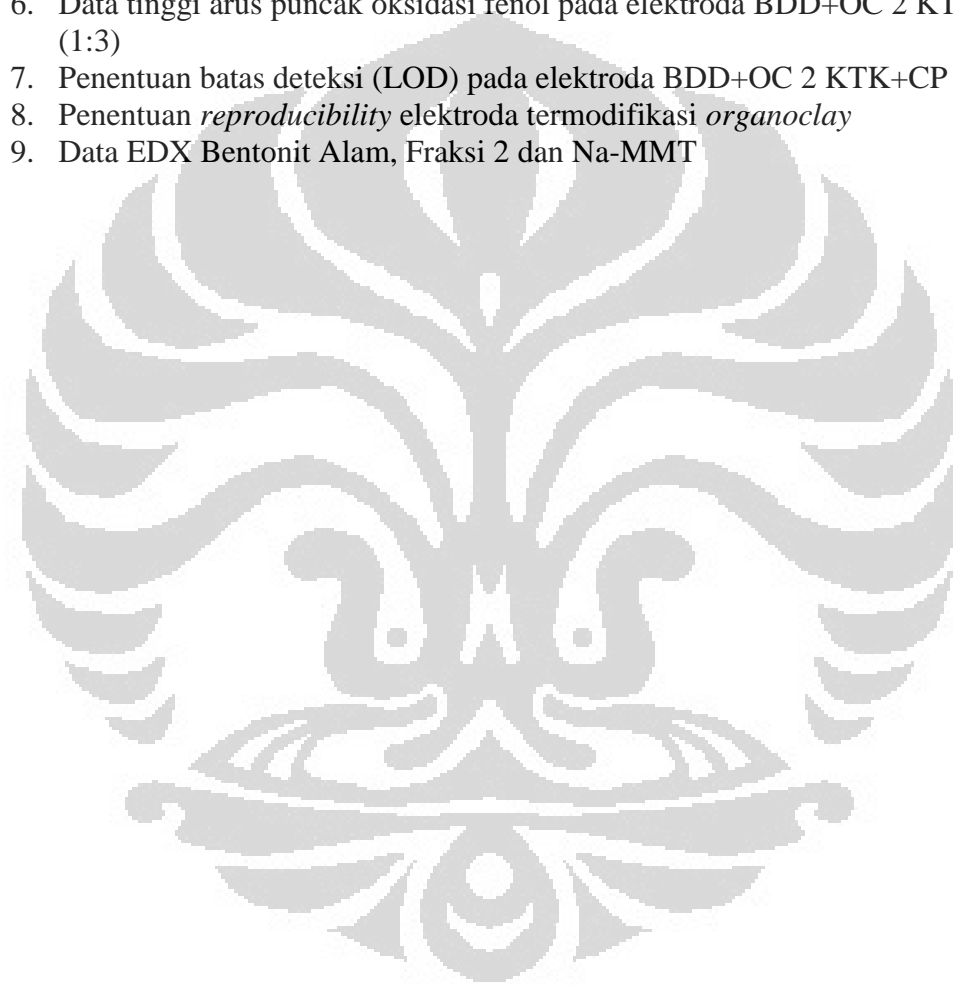
Tabel	Halaman
4.1 Tabel konsentrasi larutan $\text{Cu(en)}_2^{2+}$ dalam penentuan KTK .....	28
4.2 Material-material .....	29
4.3 Nilai <i>basal spacing</i> bentonit .....	30
4.4 Nilai <i>basal spacing organoclay</i> .....	31
4.5 Puncak-puncak FTIR .....	34
4.6 Rasio Si/Al .....	35
4.7 Variasi modifikasi elektroda BDD .....	36
4.8 Ringkasan kinerja elektrokimia beberapa variasi elektroda terhadap oksidasi fenol .....	43



## DAFTAR LAMPIRAN

### Lampiran

1. Kurva standar  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$
2. Data FTIR *organoclay* 0,5 KTK dan 1 KTK
3. Data FTIR *organoclay* 2 KTK
4. Data tinggi arus puncak oksidasi elektroda BDD polos, BDD+CP dan BDD+OC 0.5 KTK+CP (1:2)
5. Data tinggi arus puncak oksidasi elektroda BDD+OC 0.5 KTK+CP (1:3), BDD+OC 0.5 KTK+CP (1:4) dan BDD+OC 1 KTK+CP (1:3)
6. Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3)
7. Penentuan batas deteksi (LOD) pada elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3)
8. Penentuan *reproducibility* elektroda termodifikasi *organoclay*
9. Data EDX Bentonit Alam, Fraksi 2 dan Na-MMT





# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Fenol adalah salah satu polutan yang banyak dijumpai dalam air, makanan kaleng, udara dan produksi kimia. Pendeteksian fenol sangat penting dilakukan karena bahayanya terhadap kesehatan manusia. Fenol mempunyai toksisitas yang tinggi dan mudah larut. Fenol dapat diserap oleh berbagai jaringan tubuh manusia. Hati, paru-paru serta lambung dan usus merupakan bagian paling penting dalam metabolisme senyawa fenol (Mojovic, Z. *et al.*, 2011).

Rekomendasi dari European Union untuk ambang batas fenol dalam air minum adalah 0.5 ppb, sedangkan dalam air limbah sebanyak 0.5 ppm untuk air permukaan dan 1 ppm untuk air sistem buangan.

Banyak metode pendeteksian fenol yang dikembangkan seperti *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) dan *Gas Chromatography* (GC) (Mojovic, Z. *et al.*, 2011)

Teknik elektrokimia menggunakan elektroda termodifikasi merupakan merupakan teknik yang menjanjikan dan menarik untuk dipelajari karena mempunyai beberapa keuntungan antara lain mempunyai batas deteksi rendah dan tidak memerlukan preparasi sampel yang rumit. Serta hanya membutuhkan sangat sedikit sampel dibandingkan dengan teknik HPLC dan GC. Berbagai elektroda seperti elektroda PbO<sub>2</sub>-karbon pasta, elektroda termodifikasi enzim dan elektroda glassy carbon termodifikasi nafion telah banyak diteliti untuk deteksi oksidasi senyawa fenol (Mojovic, Z. *et al.*, 2011).

Elektroda *Boron Doped Diamond* (BDD) merupakan elektroda yang mempunyai banyak kelebihan dibanding elektroda-elektroda lainnya, seperti arus blanko yang rendah, daerah jangkauan potensial yang lebar, serta kestabilan kimia dan fisika yang tinggi (Fujishima *et al.*, 2005). Elektroda BDD memberikan arus yang rendah pada deteksi senyawa fenol sehingga dibutuhkan suatu material yang dapat meningkatkan sensitivitas elektroda BDD terhadap deteksi senyawa fenol. Modifikasi elektroda BDD dengan enzim tirosinase dilakukan untuk deteksi senyawa fenol telah dilakukan oleh Hideo Notsu *et al* pada tahun 2002.

*Organoclay* merupakan suatu material alamiah yang banyak dijumpai di Indonesia. Adanya interkalasi oleh surfaktan pada interlayer bentonit membuat material ini mempunyai daya adsorpsi yang besar karena interkalasi oleh surfaktan dapat meningkatkan *basal spacing* (Paria, Santanu, 2007). Bentonit termodifikasi surfaktan telah banyak diaplikasikan dalam pengelolaan lingkungan, misalnya sebagai material pengadsorpsi polutan organik (Bergaya *et al.*, 2001).

Elektroda termodifikasi *organoclay* dapat dikembangkan sebagai sensor elektrokimia (A. Fitch, 1990). Aplikasi dari elektroda *glassy carbon* termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit untuk mendeteksi merkuri dalam larutan telah dikenalkan oleh Newton L dkk pada tahun 2008. Namun modifikasi elektroda BDD dengan *organoclay* untuk deteksi senyawa fenol belum dikembangkan sampai saat ini.

Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi pada elektroda BDD dengan *organoclay* HDTMA-Bentonit untuk deteksi senyawa fenol. Elektroda BDD termodifikasi *organoclay* diharapkan mampu mendeteksi senyawa fenol secara lebih sensitif dan akurat dibandingkan dengan elektroda BDD yang tak termodifikasi.

Penelitian ini bertujuan menghasilkan metode pengukuran fenol secara elektrokimia menggunakan elektroda termodifikasi *organoclay*. Teknik voltametri siklik akan digunakan sebagai metode pengukuran untuk mengetahui efek jumlah bentonit dan efek penambahan surfaktan pada perilaku elektroda termodifikasi *organoclay*. Dengan adanya surfaktan kationik dengan rantai panjang, diharapkan interaksi fenol dengan permukaan elektroda meningkat dan puncak oksidatif fenol akan meningkat (Wang *et al.*, 2008)

## 1.2 Rumusan Masalah

- a. Apakah elektroda BDD (*Boron Dropped Diamond*) dapat dimodifikasi dengan *organoclay* HDTMA-Bentonit?
- b. Apakah BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit dapat digunakan untuk deteksi senyawa fenol?
- c. Apakah kelebihan BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit dengan yang tak termodifikasi dalam pendeteksian fenol?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah

- a. Memodifikasi elektroda BDD dengan *organoclay* HDTMA-Bentonit.
- b. Mengetahui karakter dari elektroda BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit sebagai elektroda kerja pada voltametri siklik.
- c. Membandingkan elektroda BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit dengan BDD tak termodifikasi dalam pendeteksian senyawa fenol.

### 1.4 Hipotesis

- a. Elektroda BDD dapat dimodifikasi dengan *organoclay* HDTMA-Bentonit.
- b. Elektroda BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit dapat mengadsorpsi fenol dengan baik sehingga meningkatkan puncak oksidasi senyawa fenol
- c. Elektroda BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit memiliki kinerja lebih baik daripada BDD tak termodifikasi dalam pendeteksian senyawa fenol.

### 1.5 Ruang Lingkup Masalah

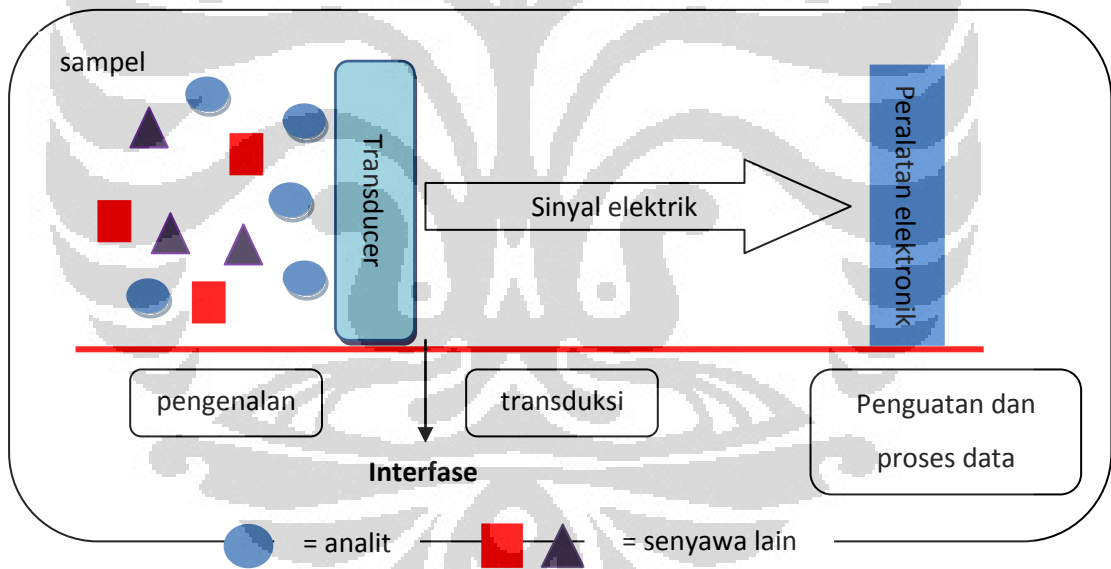
Pada penelitian ini dilakukan modifikasi pada elektroda *boron doped diamond* (BDD) dengan *organoclay* HDTMA-Bentonit dan diuji aplikasinya untuk mendeteksi senyawa fenol. Karena karakterisasi dan aplikasi yang luas, penulis membatasi karakterisasi dan metode kerja yang dilakukan. Karakterisasi hanya dilakukan dengan XRD, SEM EDX, dan FTIR. Pengujian dibatasi pada fenol dengan konsentrasi rendah, yaitu dari konsentrasi 0.2 mM-1 mM. Larutan elektrolit yang digunakan pada pengujian ini adalah NaCl 0.1 M. Pengujian diaplikasikan untuk analisis voltametri siklik.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Sensor Kimia

Sensor kimia secara sempit merupakan alat sederhana yang dapat digunakan untuk mengukur secara langsung dari analit dalam sampel dan mampu mengubah besaran kimia menjadi besaran listrik. Sedangkan dalam arti luas merupakan instrumen analisis yang terdiri dari *transducer* yang dilapisi dengan lapisan biologis atau kimia. Lapisan tersebut berinteraksi dengan analit dan menghasilkan perubahan kimia menjadi sinyal elektrik oleh *transducer*. (Wang, Joseph, 2000)

Hasil kerja *transducer* dapat dibaca dan digunakan untuk mengidentifikasi jenis dan jumlah analit. Sinyal elektrik yang terbentuk selanjutnya dihubungkan dengan konsentrasi analit tersebut. Gambaran umum sensor kimia dapat dilihat pada Gambar 2.1

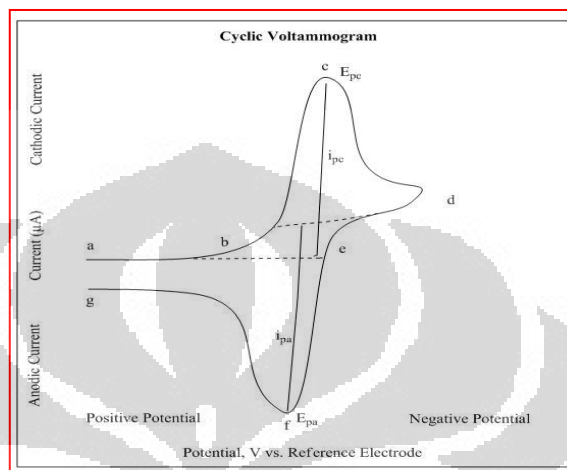


Gambar 2.1 Skema sensor kimia

### 2.2 Analisis Voltametri Siklik

Voltametri siklik merupakan suatu metoda elektrokimia yang dapat mengukur arus sebagai fungsi potensial listrik. Respon arus diukur pada kisaran potensial yang telah ditentukan. Voltamogram siklik adalah plot dari arus terhadap potensial.

Metoda voltametri siklik banyak digunakan karena merupakan metoda yang cepat dan sederhana untuk mengkarakterisasi reaksi yang terjadi di dalam sistem elektrokimia. Dengan metoda ini dapat diperoleh informasi laju transfer elektron yang terjadi pada permukaan elektroda. Gambaran voltamogram siklik dapat dilihat pada Gambar 2.2



**Gambar 2.2** Contoh Voltamogram dari Voltametri Siklik

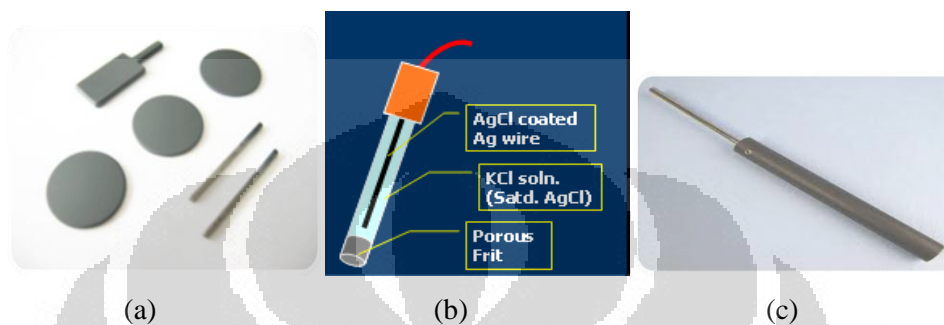
[sumber: [http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical\\_Chemistry/Instrumental\\_Analysis/Cyclic\\_Voltammetry](http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical_Chemistry/Instrumental_Analysis/Cyclic_Voltammetry)  
4 Mei 2012]

Instrumen yang dihubungkan dengan voltametri siklik adalah potensiostat. Alat ini digunakan untuk mengatur beda potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding dalam suatu sel elektrokimia. Pada umumnya, elektrokimia tersusun oleh tiga elektroda, yaitu elektroda pembanding (*reference electrode*), elektroda kerja (*working electrode*) dan elektroda pembantu (*counter electrode*)

Elektroda kerja merupakan elektroda di mana terjadi reaksi reduksi-oksidasinya analit, umumnya terbuat dari bahan *inert*. Elektroda pembanding merupakan elektroda yang potensialnya dibuat konstan sehingga dapat digunakan sebagai pembanding terhadap perubahan yang terjadi pada elektroda kerja. Sedangkan elektroda bantu adalah elektroda yang berperan sebagai sumber atau tempat masuknya elektron-elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel. Umumnya, elektroda bantu terbuat dari bahan yang *inert*, seperti logam mulia atau karbon/grafit, dengan harapan dapat mencegah disolusi dari bahan tersebut selama reaksi berlangsung. Elektroda bantu yang biasa digunakan adalah logam Pt berupa kawat lurus, kawat spiral atau lempengan (*disk*).

Larutan elektrolit dalam elektrokimia berfungsi sebagai medium penghantar dimana transfer muatan terjadi melalui pergerakan ion-ion elektrolit tersebut. Pada umumnya digunakan larutan asam, basa atau garam, pelarut organik dan lelehan garam (*molten salt*).

Contoh-contoh dari elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu dapat dilihat pada Gambar 2.3



**Gambar 2.3** Contoh-contoh elektroda (a) Elektroda kerja BDD, (b) Elektroda pembanding Ag/AgCl, (c) Elektroda Pembantu Pt

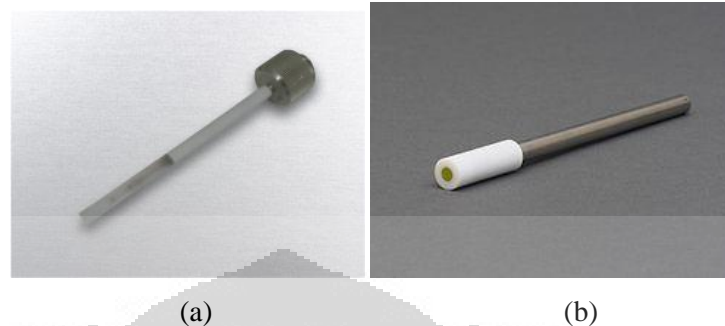
[sumber: [http://www.ccl-diamond.com/HTML/Products\\_Electrodes.html](http://www.ccl-diamond.com/HTML/Products_Electrodes.html), 4 Mei 2012]

### 2.3 Elektroda Kerja

Elektroda kerja merupakan elektroda di mana terjadi reaksi reduksi-oksidasi analit. Kinerja prosedur voltametri sangat dipengaruhi oleh material elektroda kerja. Elektroda kerja harus mempunyai sinyal kuat untuk mengkarakterisasi. Elektroda kerja yang sering digunakan adalah elektroda padat. Materi yang biasa digunakan sebagai elektroda padat adalah platina, emas, perak, nikel, dan karbon. (Wang, Joseph. 2000)

Elektroda kerja padat harus diberi perlakuan awal untuk meningkatkan reproduibilitas. Beberapa cara untuk meningkatkan reproduibilitas permukaan elektroda diantaranya secara mekanik, fisika dan elektrokimia. Secara mekanik dapat dilakukan dengan cara pemolesan menggunakan material pengikis. Secara fisika dilakukan dengan pemanasan pada suhu tertentu dan kondisi vakum atau dengan sonikasi dalam pelarut tertentu. Sedangkan secara elektrokimia dengan menggunakan metode siklus potensial.

Ada berbagai contoh elektroda kerja yang digunakan dalam teknik elektrokimia, diantaranya elektroda karbon, elektroda platina dan elektroda emas. Contoh dari elektroda kerja yang sering digunakan dapat dilihat pada Gambar 2.4



**Gambar 2.4** Contoh elektroda kerja (a) elektroda kerja Pt (b) elektroda kerja emas

[sumber: <http://www.uniscan.com/electrode-rotators/electrodes/> 4 Mei 2012]

### 2.3.1 Elektroda *Boron-Doped Diamond*

Lapisan tipis intan merupakan suatu material yang menarik karena kemampuannya untuk di-*doping* dan dideposisikan dalam bentuk lapisan yang sangat tipis pada berbagai substrat, seperti silikon (Si). (Ru-hai, Tian. 2006)

Intan tersusun dari atom-atom karbon yang terhibridisasi  $sp^3$  menghasilkan permukaan *inert* dengan biokompatibilitas tinggi. Hibridisasi tersebut menyebabkan intan bersifat non-konduktif. Oleh karena itu, perlu dilakukan suatu perlakuan khusus pada permukaannya agar lebih bersifat konduktif dengan cara men-*doping* permukaannya dengan suatu material yang bersifat konduktif seperti boron.

*Boron Doped Diamond* (BDD) banyak diaplikasikan dalam bidang elektrokimia. Hal ini disebabkan karena elektroda BDD memiliki morfologi dan mikrostruktur permukaan yang stabil dalam kondisi elektrokimia yang ekstrim, memiliki konduktivitas elektrik dan konduktivitas termal yang sangat baik, memiliki arus blanko rendah dan memiliki daerah potensial kerja yang lebar, sehingga dimungkinkan pengukuran berbagai senyawa dengan sensitivitas tinggi. Selain itu, elektroda ini mempunyai stabilitas yang baik, sensitivitas terhadap oksigen rendah, memberikan respon terhadap reaksi redoks pada kebanyakan analit tanpa perlu adanya perlakuan awal pada permukaannya, memiliki daya

adsorpsi yang lemah terhadap molekul polar karena adanya gugus akhir hidrogen pada permukaannya yang bersifat non-polar, dan *biocompatible*. (Yang Song *et al.*, 2007)

Elektroda BDD bersifat *inert* karena adanya gugus akhir hidrogen pada permukaannya. Hal ini menguntungkan dalam hal stabilitas yang tinggi, tetapi sifat *inert*-nya ini dapat membatasi penggunaannya dalam aplikasi sensor (Ru-hai, Tian *et al.*, 2006). Untuk memperbaiki sifat kereaktifannya ini perlu dilakukan suatu modifikasi kimia pada permukaannya seperti menempelkan suatu material yang mampu memfasilitasi transfer elektron antara permukaan elektroda BDD dengan analit dalam larutan. (T.A., Ivandini *et al.*, 2008)

#### 2.4 Bentonit

Bentonit merupakan istilah untuk lempung yang mengandung mineral smektit lebih dari 85-95%. Bentonit termasuk kelompok oktahedral yang terbentuk alami dari hasil pelapukan dan reaksi hidrotermal batuan vulkanik. Fragmen lainnya yang terdapat bentonit merupakan mineral-mineral pengotor seperti kuarsa, *illite*, kristobalit, *feldspar*, kalsit, gipsum, kaolin dan mineral-mineral lempung lain, tergantung keadaan lingkungannya (geologis).

Mineral dominan penyusun bentonit yang adalah montmorillonit. Montmorillonit termasuk dalam kelompok mineral aluminium-silikat-hidrat smektit sub-kelompok dioktahedral (*heptaphyllitic*) bersama-sama dengan beidelit dan nontronit, sedangkan sub-kelompok lainnya yaitu smektit trioktahedral (*octaphyllitic*) yang mencakup mineral-mineral hektorit dan saponit. Rumus kimianya adalah  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ .

Bentonit dibagi menjadi dua tipe, yaitu:

a. Na-bentonit (*Swelling bentonite*)

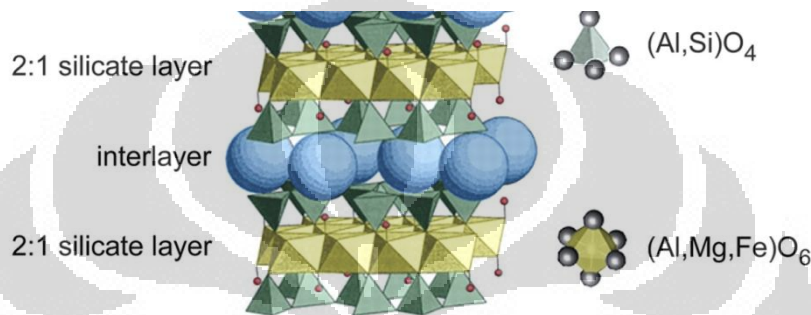
Na bentonit memiliki kemampuan mengembang hingga delapan kali pada interlayer apabila dicampurkan ke dalam air, dan tetap terdispersi beberapa waktu di dalam air. Bentonit jenis ini mempunyai beberapa karakteristik, yaitu perbandingan soda dan kapur tinggi, suspensi koloidal mempunyai pH: 8,5-9,8, tidak dapat diaktifkan, posisi pertukaran diduduki oleh ion-ion sodium ( $\text{Na}^+$ ).



Bentonit jenis natrium banyak digunakan sebagai pencampur pembuatan cat, perekat pasir cetak dalam industri pengecoran dan sebagainya.

b. Ca-bentonit (*Non swelling bentonite*)

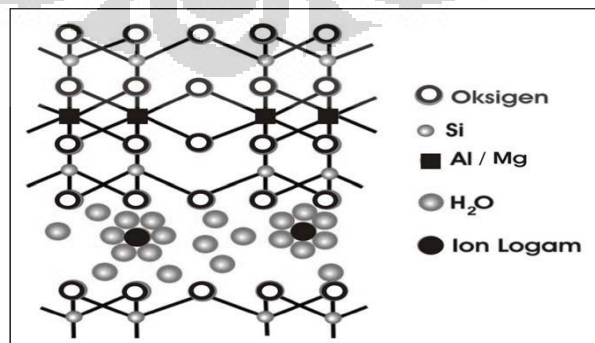
Bentonit tipe ini kurang mengembang apabila dicelupkan ke dalam air, tetapi tetap terdispersi di dalam air. Karakteristik dari bentonit ini diantaranya mempunyai perbandingan kandungan Na dan Ca rendah, suspensi koloidal memiliki pH: 4-7 dan posisi pertukaran ion lebih banyak diduduki oleh ion-ion kalsium dan magnesium. Struktur bentonit dapat dilihat pada Gambar 2.5



**Gambar 2.5** Struktur Bentonit

[sumber: <http://elements.geoscienceworld.org/content/5/2/99/F2.expansion.html> 4 Mei 2012]

Sifat bentonit sangat tergantung pada dominasi pertukaran ion. Bentonit dapat digunakan untuk penghilangan ion logam Pb, Cd, Cu, dan Zn dari suatu larutan. Kemampuan mengadsorpsi logam berat pada bentonit juga memungkinkan terjadinya interkalasi dalam bentonit. Untuk meningkatkan kemampuan daya serap dan daya tukar ionnya, bentonit harus diaktivasi terlebih dahulu. Aktivasi bentonit dilakukan dengan pemanasan dan modifikasi dengan asam sehingga porositas, luas permukaan, dan keasamannya meningkat. Kristal montmorillonit dapat dilihat pada Gambar 2.6



**Gambar 2.6** Kristal Montmorillonit

[Sumber : <http://webmineral.com> 4 Mei 2012]

Selain montmorillonit sebagai mineral utama di dalam bentonit, seringkali ditemukan mineral-mineral lain seperti kuarsa, pirofilit, kristobalit dan kaolinit. Bentonit melebur pada 1330-1430° C, mempunyai nilai kapasitas tukar kation (KTK) 60 - 150 meq/100 g, dengan luas permukaan 700 - 800 m<sup>2</sup>/g. Besarnya luas permukaan dan KTK ini menyebabkan sifat koloidal yang dimiliki oleh bentonit tinggi. Bentonit mempunyai daya adsorpsi kation yang tinggi serta kandungan montmorillonit yang bervariasi antara satu daerah dengan daerah lainnya. Mempelajari sifat-sifat montmorillonit menjadi penting dalam studi mengenai bentonit. Batuan bentonit hasil galian biasanya tidak langsung dipergunakan, tetapi lebih dahulu mengalami pengolahan seperti proses aktivasi.

## 2.5 Surfaktan

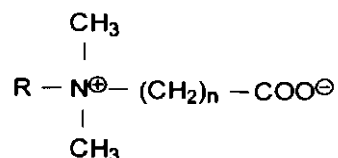
Surfaktan merupakan molekul organik yang mempunyai kemampuan untuk menurunkan tegangan bebas antarmuka. Surfaktan memiliki gugus liofilik (suka pelarut) dan gugus liofobik (tidak suka pelarut). Jika pelarutnya adalah air, maka kedua gugus tersebut berturut-turut disebut hidrofilik dan hidrofobik.

Molekul surfaktan terdiri dari bagian kepala dengan gugus hidrofilik dan bagian ekor yang mempunyai gugus hidrofobik. Bagian hidrofilik merupakan ion logam atau senyawaan logam, sedangkan gugus hidrofobik merupakan rantai hidrokarbon alkil atau alkilaril. Panjang rantai (jumlah atom C) dan konformasi surfaktan akan mempengaruhi besar perubahan *basal spacing* pada *organoclay* yang akan disintesis.

Surfaktan terbagi menjadi empat jenis, yaitu surfaktan kationik, anionik, amfoter dan nonionik. Surfaktan kationik merupakan surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya bermuatan positif, contohnya adalah surfaktan HDTMA Br. Surfaktan anionik merupakan surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya bermuatan negatif, contohnya adalah surfaktan Natrium Stearat. Surfaktan amfoter dapat bermuatan positif ataupun negatif tergantung pada pH larutan surfaktan tersebut, contohnya adalah surfaktan Dodesil Betain. Sedangkan surfaktan nonionik tidak mempunyai muatan pada bagian permukaan aktifnya, contohnya adalah surfaktan polistiren laurel eter. Dalam penelitian ini digunakan

surfaktan kationik heksadesil trimetilammonium bromida (HDTMA-Br) sebagai kation penginterkalasi dalam sintesis *organoclay*.

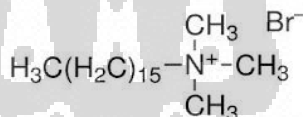
Contoh surfaktan dapat dilihat dari Gambar 2.7



**Gambar 2.7** Contoh Surfaktan Amfoter (Dodesil Betain)

### 2.5.1 Surfaktan Heksadesil Trimetilammonium Bromida (HDTMA-Br)

Heksadesil trimetilammonium bromida merupakan salah satu surfaktan kationik. Surfaktan kationik ini digunakan sebagai penginterkalasi. Nama lain surfaktan ini adalah *Cetyltrimethylammonium bromide* dengan berat molekul sebesar 364.45 g/mol. Dalam air, surfaktan ini mempunyai pH 5-7,5. Surfaktan ini berbentuk serbuk, larut dalam alkohol dan air panas. Umumnya digunakan untuk sterilisasi, pengemulsi dan penghalus. Struktur surfaktan HDTMA-Br dapat dilihat pada Gambar 2.8



**Gambar 2.8** Surfaktan Heksadesil Trimetilammonium Bromida (HDTMABr)

## 2.6 Organoclay

*Organoclay* merupakan gabungan mineral clay dengan senyawa organik. Organoclay dapat disintesis dengan memodifikasi bentonit dengan amina kuartener dari surfaktan tertentu. Ujung nitrogen amina kuartener (bagian hidrofilik) yang bermuatan positif dapat melakukan pertukaran kation dengan natrium atau kalsium yang terletak pada interlayer.

*Organoclay* digunakan secara luas sebagai *precursor* nanokomposit, adsorben polutan organik dan material elektrik. Gabungan sifat hidrofilik surfaktan dan struktur lapisan silika mengakibatkan sifat psikokimia yang khas.

Sejumlah studi menunjukkan bahwa *basal spacing organoclay* bergantung pada panjang rantai alkil dan rapatannya pengemasan surfaktan dalam galeri mineral lempung. Hendrik Heinz menyatakan bahwa gugus kepala (*head group*) molekul organik yang menginterkalasi montmorillonite turut mempengaruhi dinamika dan penyusunan rantai pada ruang antar lapisan.

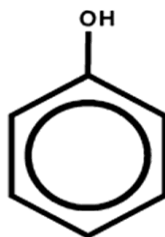
Pada proses tersebut terjadi interaksi organik-anorganik. Gugus  $\text{R-NH}_3^+$  membentuk ikatan hidrogen dengan oksigen silikat dengan jarak rata-rata 150 pm, sementara gugus amina kuartener,  $\text{R-N(CH}_3)_3^+$  tidak membentuk ikatan hidrogen dan sebagai implikasinya  $\text{R-N(CH}_3)_3^+$  memiliki mobilitas yang tinggi dibandingkan  $\text{R-NH}_3^+$ .

## 2.7 Fenol

Fenol merupakan senyawa yang memiliki cincin aromatik yang berikatan dengan gugus hidroksil. Fenol mempunyai kelarutan terbatas dalam air yaitu 8,3 gram/100 mL. Fenol memiliki sifat cenderung asam karena dapat melepaskan  $\text{H}^+$  dari gugus hidroksilnya. Pelepasan  $\text{H}^+$  tersebut akan menyebabkan terbentuknya anion fenoksida yang dapat larut dalam air.

Dibandingkan dengan alkohol alifatiknya, fenol lebih bersifat asam. Hal ini dibuktikan dengan mereaksikan fenol dengan NaOH, di mana fenol dapat melepaskan  $\text{H}^+$ . Pada keadaan yang sama, alkohol alifatik lainnya tidak dapat bereaksi seperti itu. Pelepasan ini diakibatkan pengisian orbital antara satu-satunya pasangan oksigen dan sistem aromatik, yang mendelokalisasi beban negatif melalui cincin tersebut dan menstabilkan anionnya.

Fenol diperoleh dari tar batubara dan digunakan sebagai desinfektan untuk aplikasi industri dan medis. Fenol digunakan juga dalam pembuatan obat-obatan, seperti aspirin, pembasmi rumput liar dan lain sebagainya. Fenol di atmosfer berasal dari emisi kendaraan bermotor dan sebagai produk fotooksidasi benzena. Efek kesehatan dari paparan fenol adalah menyebabkan sakit kepala, pingsan, vertigo dan gangguan mental. Sedangkan pada kulit yang terbuka akan menyebabkan pembakaran kimiawi yang membuat kulit terasa panas seperti terbakar. Struktur senyawa fenol dapat dilihat pada Gambar 2.9



**Gambar 2.9** Struktur Senyawa Fenol

[sumber: <http://www.currentprotocols.com/WileyCDA/CPUnit?refId-et0502.html> 4 Mei 2012]

## 2.8. Karakterisasi

### 2.8.1. X-Ray Diffraction (XRD)

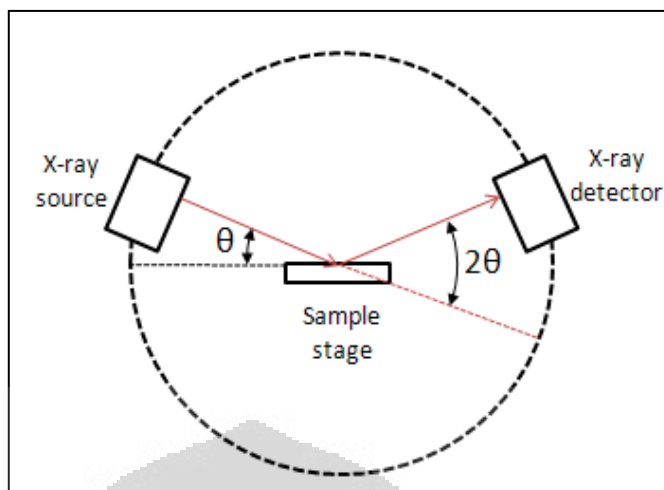
Sinar X dapat digunakan untuk menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif material. Apabila suatu material dikenai sinar X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merupakan perumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi.

Interferensi konstruktif tergantung pada jarak antar bidang ( $d$ ), besar sudut difraksi ( $\theta$ ) dan berlangsung hanya apabila memenuhi hukum Bragg :

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

Kegunaan pengukuran XRD yakni mengidentifikasi kristal dengan mempelajari pola difraksinya. Secara spesifik dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan menganalisis struktur mineral *clay*, keramik, dll. Bahkan dapat juga menentukan jumlah kuantitas beberapa fasa yang diuji dengan menghitung rasio puncak, menentukan bentuk kristal dengan mempelajari kesimetrian puncak.

Gambaran sederhana dari XRD dapat dilihat pada Gambar 2.10



**Gambar 2.10** Difraksi sinar X

[sumber: [http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical\\_Chemistry/Instrumental\\_Analysis/Diffraction/Powder\\_X-ray\\_Diffraction](http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical_Chemistry/Instrumental_Analysis/Diffraction/Powder_X-ray_Diffraction) 4 Mei 2012]

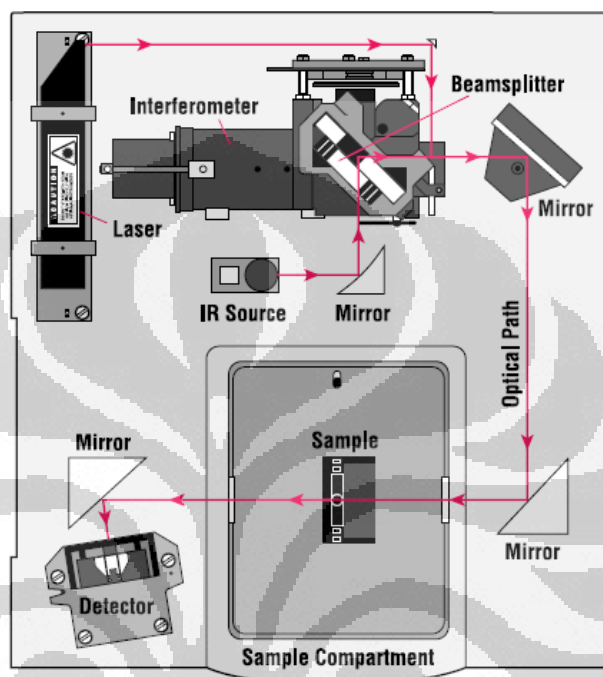
Dalam penelitian ini karakterisasi XRD dilakukan untuk menentukan *basal spacing* baik dari bentonit alam maupun materi yang disintesis, seperti Na-Bentonit dan *organoclay*. Sehingga *basal spacing* masing-masing materi tersebut dapat dibandingkan dan dapat ditarik suatu kesimpulan.

### 2.8.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)

Instrumen FTIR menggunakan sumber radiasi dalam kisaran inframerah (bilangan gelombang =  $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ). Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokan (*bending*) ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul. Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap meningkatkan amplitudo vibrasi atom-atom yang saling berikatan. Panjang gelombang absorpsi oleh suatu tipe tertentu ikatan, bergantung pada jenis vibrasi ikatan tersebut. Oleh karena itu tipe ikatan yang berbeda (C-H, C-C, C-O dll) menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang berbeda.

Sampel pada FTIR diletakkan dalam instrumen dengan sumber radiasi inframerah. Spektrometer secara otomatis membaca sejumlah radiasi yang menembus sampel dengan kisaran frekuensi tertentu dan merekam pada kertas berapa persen radiasi yang ditransmisikan. Karena setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda, maka tidak ada dua molekul

yang berbeda strukturnya akan mempunyai bentuk serapan yang tepat sama. Instrumen FTIR terdiri sumber cahaya, monokromator, detektor, dan sistem pengolah data (komputer). Spektrum yang dihasilkan merekam panjang gelombang atau frekuensi versus % Transmittan. Gambaran sederhana instrument FTIR dapat dilihat pada Gambar 2.11



**Gambar 2.11** Instrumen FTIR

[sumber: <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf> 4 Mei 2012]

Dalam penelitian ini, FTIR digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa organik yang terdapat dalam *organoclay* yang di sintesis. Penambahan surfaktan pada proses sintesis *organoclay* akan memberikan puncak baru pada data FTIR *organoclay*.

### 2.8.3 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX)

SEM sangat berguna untuk mendapatkan gambaran perbesaran dari berbagai jenis material. Perbedaan kontras warna yang terdeteksi mewakili topografi permukaan dan komposisi elemen yang berbeda. Dengan menggabungkan SEM dan EDX dapat digunakan untuk karakterisasi secara kimia suatu spesimen dalam konteks mikroanalisis. Alat ini dapat menghasilkan data

analisis kualitatif dan semi kuantitatif. SEM-EDX memungkinkan untuk mengidentifikasi fasa dan kimiawi pada material yang tidak diketahui. Penentuan intra dan interfasa sebaran elemen dengan pemetaan sinar-X. Dapat menentukan kristal yang cacat atau rusak, propagasi arah kerusakan kristal serta mengetahui kontaminan. Ketika suatu sampel difoto oleh SEM, sinar elektron diemisikan oleh sinar-X yang dibawa oleh EDX. Emisi sinar-X setiap unsur mempunyai kekhasan tersendiri dalam energi dan panjang gelombangnya sehingga EDX dapat menentukan unsur-unsur yang memberi respon emisi tersebut.

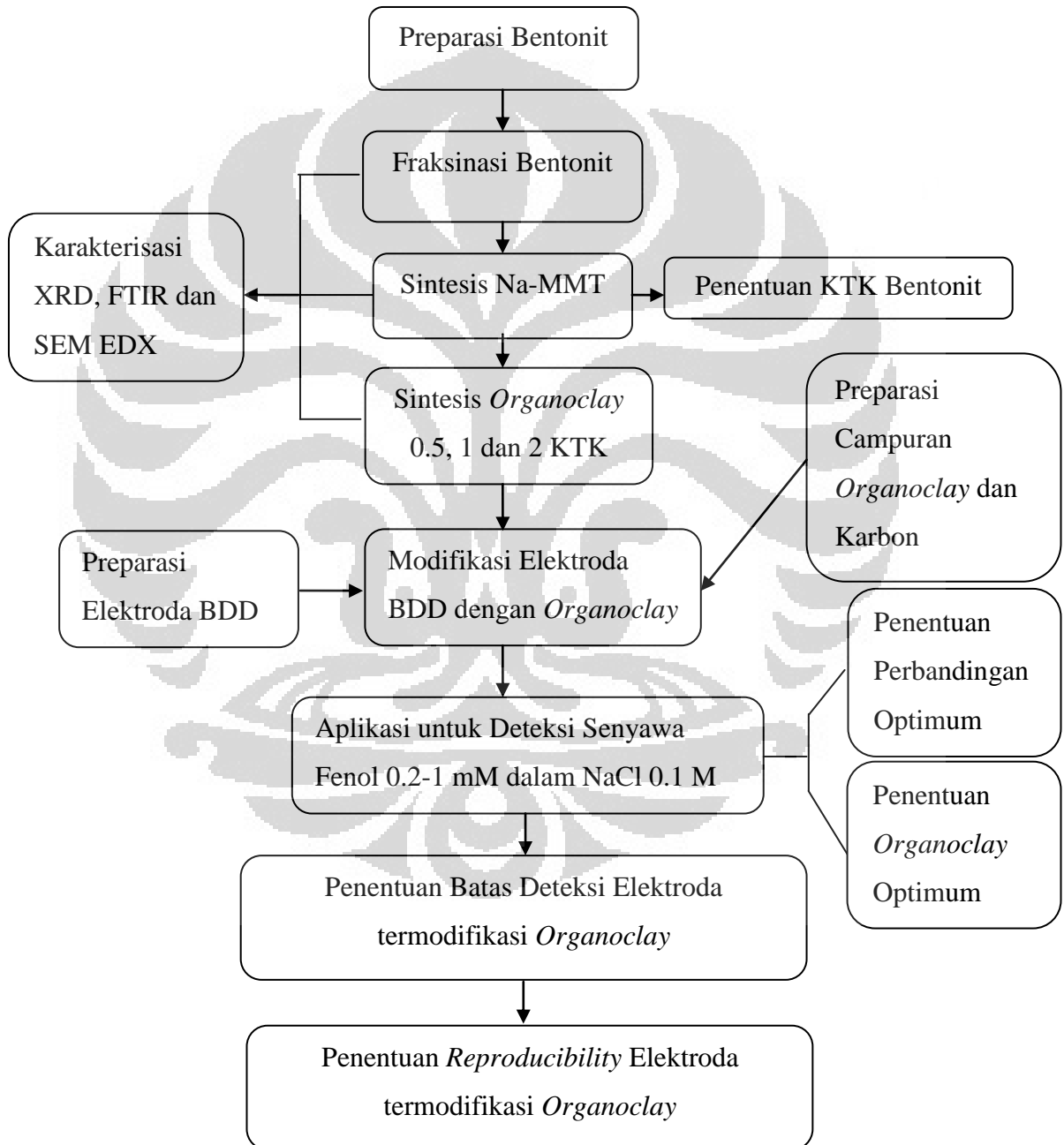
SEM EDX dalam penelitian digunakan untuk menganalisis elemen-elemen yang terdapat bentonit alam ataupun dalam material-material hasil sintesis. Penambahan suatu senyawa ke dalam bentonit alam akan memunculkan elemen baru dalam material tersebut. Sedangkan apabila ditambahkan dengan senyawa yang elemennya telah terdapat dalam material tersebut, persentase elemen tersebut akan cenderung meningkat. Sehingga dari karakterisasi tersebut bisa dianalisis dan ditarik suatu kesimpulan.



## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia pada Bulan Februari sampai Juni 2012.



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

## 3.2. Alat

### 3.2.1. Alat Proses

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya

- Gelas Beaker
- Gelas ukur
- pH meter
- *Sentrifuge* dan tabung *sentrifuge*
- Oven
- Labu ukur
- Batang pengaduk dan pipet
- Pipet ukur dan pipet volumetri
- Botol timbang
- Sonikator
- Botol semprot
- Mortar
- Saringan 100  $\mu\text{m}$
- *Hotplate* dan *magnetic bar*

### 3.2.2. Alat Uji

Alat uji yang digunakan untuk analisis dan karakterisasi adalah XRD, SEM-EDX, FTIR, UV-Vis dan voltametri siklik.

## 3.3. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya

- Akuademin
- Bentonit alam Tapanuli
- NaCl Merck
- Etilendiamin
- Tembaga (II) Sulfat ( $\text{CuSO}_4$ )
- HDTMA-Br (*hexadecyl trimethylammonium bromide*) Sigma Aldrich
- $\text{AgNO}_3$

- Bubuk Karbon PT. Brataco Chemistry
- Elektroda *Boron Doped Diamond* (BDD)
- Minyak Paraffin Merck
- Fenol Merck
- Alumunium foil

### **3.4. Cara Kerja**

#### **3.4.1 Pembuatan Larutan**

##### **3.4.1.1 Pembuatan Larutan NaCl 1 M**

Larutan NaCl 1 M dibuat dengan melarutkan serbuk NaCl sebanyak 58,5 gram, lalu dilarutkan dengan akuademin dalam labu ukur 1 liter.

##### **3.4.1.2 Pembuatan Larutan $\text{Cu(en)}_2^{2+}$ 0,01 M**

Larutan  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  0,01 M dibuat dengan mencampurkan 50 mL larutan EDA 0,02 M dan 50 mL larutan  $\text{CuSO}_4$  0,01 M dalam labu ukur 100 mL.

##### **3.4.1.3 Pembuatan Larutan NaCl 0,1 M**

Larutan NaCl 0,1 M dibuat dengan mengencerkan 10 mL NaCl 1 M dalam labu ukur 100 mL.

##### **3.4.1.4 Pembuatan Larutan Fenol 0.2 mM - 1 mM**

Larutan fenol 0,01 M dibuat dengan melarutkan 0,094 gram dengan akuademin dalam labu ukur 100 mL. Dari larutan fenol 0,01 M diambil masing-masing 0,5 mL; 1 mL; 1,5 mL, 2 mL dan 2,5 mL ke dalam labu ukur 25 mL, kemudian dilarutkan dengan akuademin hingga tanda batas 25 mL. Konsentrasi masing-masing fenol 0,2 mM; 0,4 mM; 0,6 mM, 8,0 mM dan 1 mM.

#### **3.4.2. Preparasi Bentonit**

Bentonit asal Tapanuli digerus, kemudian serbuk bentonit dipanaskan di dalam oven pada suhu 105 °C selama kurang lebih 2 jam.

### 3.4.3 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Sebanyak 100 gram bentonit dimasukkan ke dalam gelas beaker dan ditambahkan 2 liter akuademin. Campuran tersebut distirrer selama 30 menit, didiamkan selama 5 menit lalu dekantasi. Endapan ini merupakan fraksi satu (F1). Suspensi sisa didiamkan kembali selama 2 jam lalu didekantasi. Endapan kedua merupakan fraksi dua (F2). Fraksi satu dan fraksi dua dikeringkan pada suhu ruang lalu dipindahkan ke dalam oven pada suhu 105 °C. F1 dan F2 dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDX, dan FTIR.

### 3.4.4 Preparasi Na-Montmorillonit

Sebanyak 20 gram fraksi dua disuspensikan ke dalam 600 mL larutan NaCl 1 M. Suspensi distirrer selama 6 jam lalu didekantasi, kemudian suspensikan kembali dengan 600 mL larutan NaCl 1M dan distirrer selama 6 jam. Campuran didekantasi dan diambil endapannya. Endapan dicuci dengan akuademin hingga bebas klorida. Filtrat diuji dengan menambahkan AgNO<sub>3</sub> 1 M beberapa mL sampai tidak terbentuk endapan putih AgCl. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 110-120 °C. Setelah kering, endapan digerus dan diayak dengan ayakan 200 mesh lalu dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDX, dan FTIR.

### 3.4.5 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Larutan 0,01 M Cu(en)<sub>2</sub><sup>2+</sup> dibuat dengan mencampurkan larutan CuSO<sub>4</sub> 1M dan larutan etilendiamin 1 M dengan perbandingan stoikiometri (1:2). Sebanyak 0,1 gram bentonit disuspensikan dengan 5 mL larutan kompleks Cu(en)<sub>2</sub><sup>2+</sup> 0,01 M dan akuademin 20 mL. Suspensi distirrer selama 30 menit. Absorbansi larutan sebelum dan setelah dicampur bentonit, diukur dengan spektrofotometer UV/Vis pada panjang gelombang 536 nm. Dibuat deret larutan standar yang mendekati absorbansi filtrat larutan kompleks setelah distirrer. (Bergaya *et al.*, 1997)

### 3.4.6 Fabrikasi *Organoclay* HDTMA-Bentonit

Sebanyak 2 gram Na-MMT didispersikan dalam 20 mL akuades dan dilakukan pengadukan selama 12 jam. Surfaktan HDTMABr dalam 30 mL

akuademin dengan variasi 0.5 KTK, 1.0 KTK dan 2 KTK. Masing-masing larutan HDTMABr ditambahkan ke dalam suspensi secara perlahan-lahan pada suhu suspensi 60 °C. Campuran distirrer selama 10 jam lalu disonikasi pada suhu 60 °C selama 30 menit. Suspensi didekantasi, kemudian endapan dicuci dengan akuademin sampai bebas dari ion bromida. Campuran disentrifugasi dan diambil endapannya. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 3 jam. *Organoclay* yang didapat diuji dengan XRD, SEM-EDX dan FTIR.

### **3.4.7 Modifikasi Elektroda dengan HDTMA-Bentonit**

#### **3.4.7.1 Preparasi Elektroda**

Pembersihan secara mekanik dilakukan pada sisi belakang permukaan elektroda *boron-doped diamond* dengan menggunakan amplas halus, sedangkan sisi depan permukaannya yang akan dimodifikasi tidak dibersihkan secara mekanik. Setelah itu elektroda disonikasi dalam 1-propanol dan akuademin masing-masing selama 10 menit. Selanjutnya elektroda dikeringkan dan elektroda ini siap untuk dimodifikasi.

#### **3.4.7.2 Penempelan *organoclay* pada Elektroda BDD**

0,25 gram *organoclay* 0,5 KTK dicampurkan dengan 0.5 gram serbuk karbon, diaduk sampai rata. Campuran tersebut ditambahkan nujol setetes demi setetes sampai membentuk pasta dan dilapiskan pada permukaan elektroda BDD hingga merata. Elektroda yang telah dilapisi tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C. Langkah kerja di atas diulang untuk perbandingan *organoclay* dan serbuk karbon 1:3 dan 1:4.

### **3.4.8 Uji Aplikasi dengan Voltametri Siklik**

Untuk pengukuran elektrokimia dengan voltametri siklik digunakan sel elektrokimia dengan 3 elektroda. Elektroda BDD termodifikasi dengan campuran pasta karbon dan *organoclay* digunakan sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl dalam KCl 1M sebagai elektroda pembanding dan elektroda Pt sebagai elektroda pembantu.

Elektroda BDD termodifikasi ini diuji sifat elektrokimianya dalam larutan NaCl 0.1 M dengan variasi konsentrasi 0,2 mM sampai 1 mM fenol. Masing-masing larutan tersebut sebelumnya di *purge* dengan nitrogen, lalu dilakukan pengukuran dengan voltametri siklik pada kisaran potensial -1000 sampai 1000 mV vs Ag/AgCl dan *scan rate* 100 mVs<sup>-1</sup>.

#### **3.4.8.1 Penentuan perbandingan optimum *organoclay* dan karbon**

Penentuan perbandingan optimum dilakukan dengan mengukur fenol dengan variasi konsentrasi 0,2 mM sampai 1 mM pada elektroda yang termodifikasi *organoclay* dengan perbandingan 1:2, 1:3 dan 1:4 terhadap karbon. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -1000 sampai 1000 mV dan *scan rate* 100 mV/s.

#### **3.4.8.2 Penentuan batas deteksi elektroda BDD termodifikasi *organoclay***

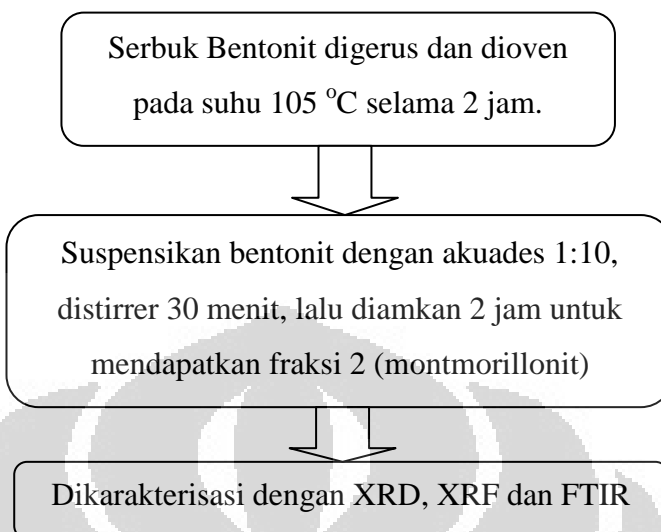
Penentuan batas deteksi elektroda BDD termodifikasi dilakukan dengan mengukur konsentrasi yang memberikan arus linier. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -1000 sampai 1000 mV dan *scan rate* 100 mV/s.

#### **3.4.8.3 Penentuan *reproducibility* elektroda BDD termodifikasi *organoclay***

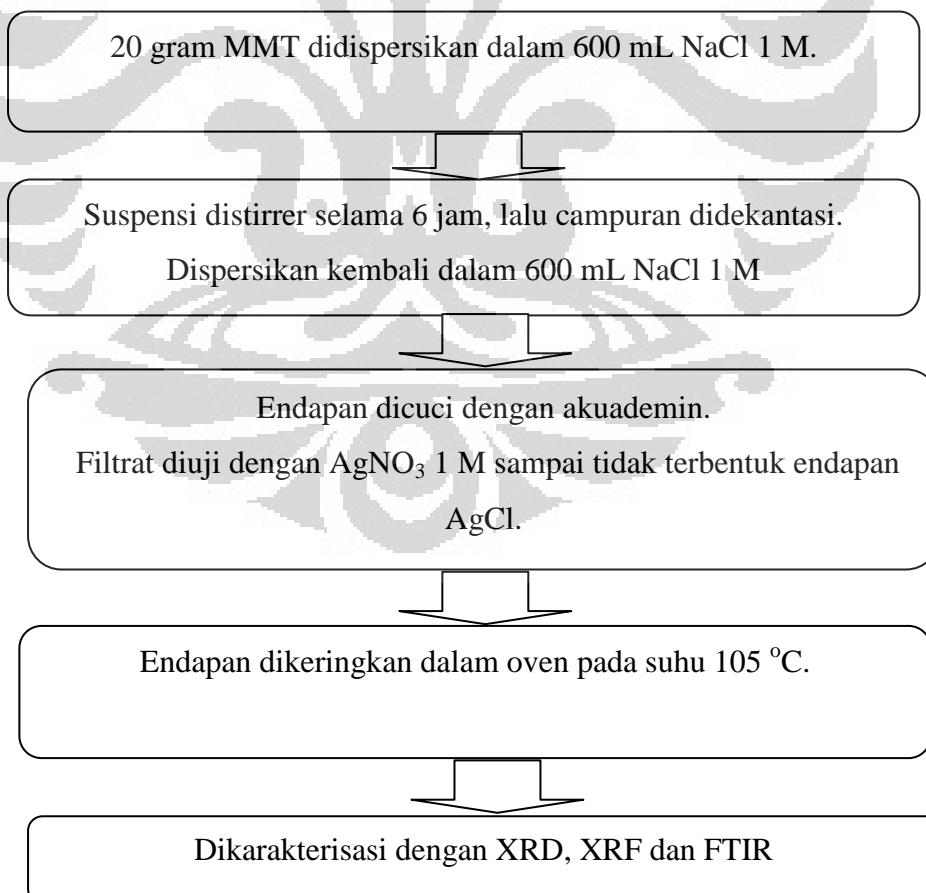
Penentuan *reproducibility* elektroda BDD termodifikasi *organoclay* dilakukan dengan mengukur arus fenol 0,2 mM sebanyak 10 kali pada kisaran potensial -1000 sampai 1000 mV dan *scan rate* 100 mV/s.

### 3.5 Bagan Kerja

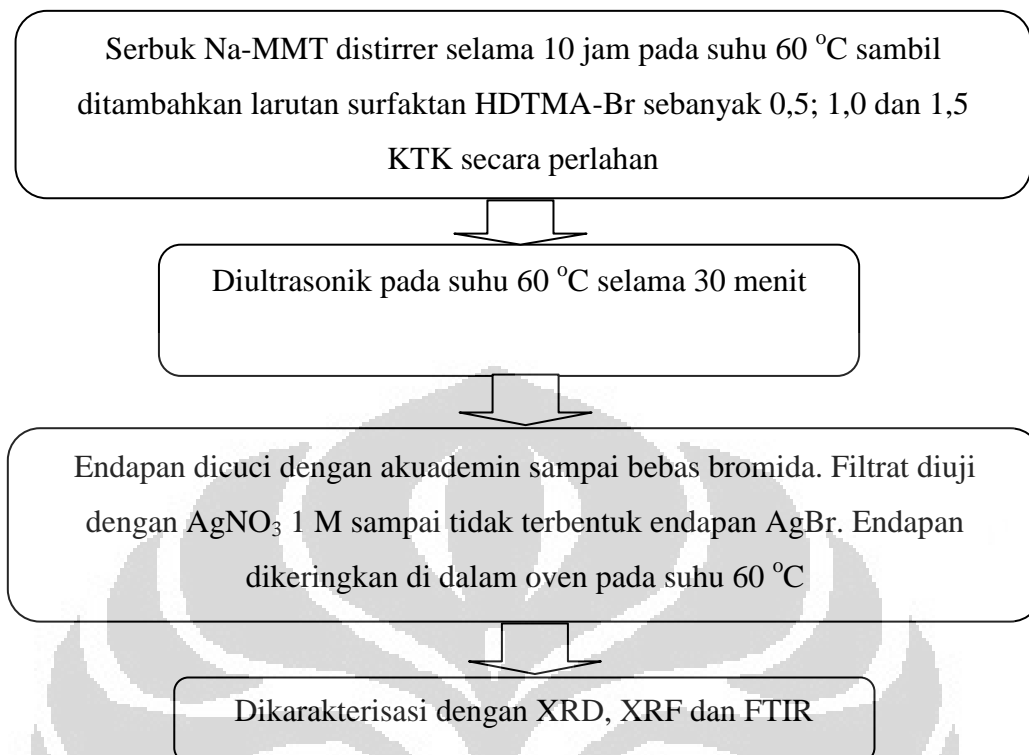
#### 3.5.1 Preparasi Bentonit



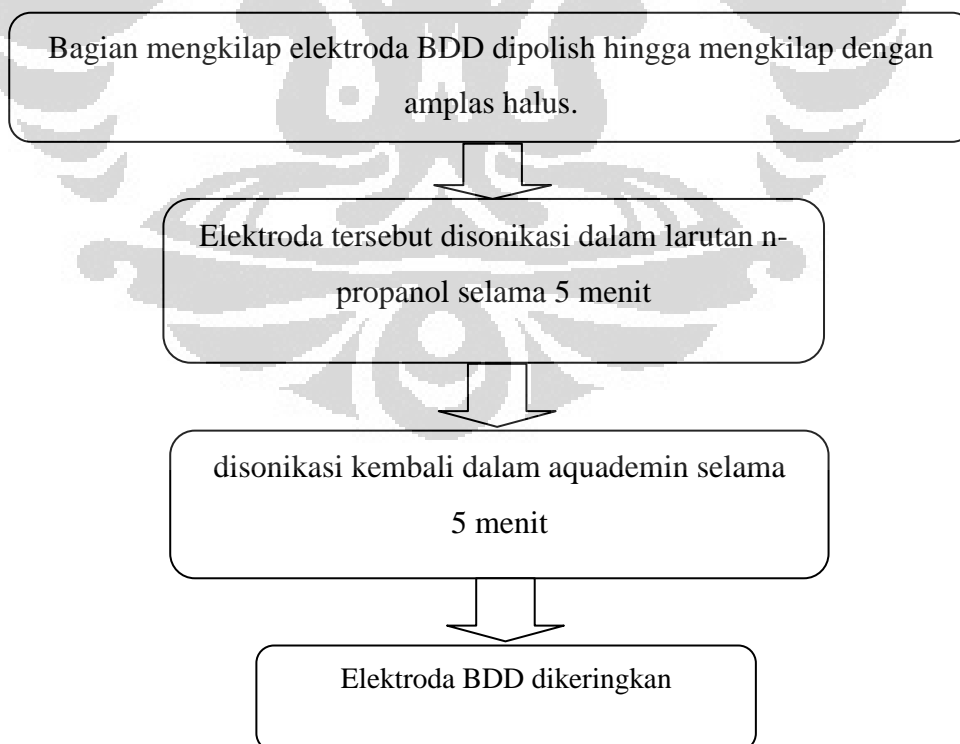
#### 3.5.2 Preparasi Na-Montmorillonit



### 3.5.3 Fabrikasi *Organoclay* HDTMA-Bentonit

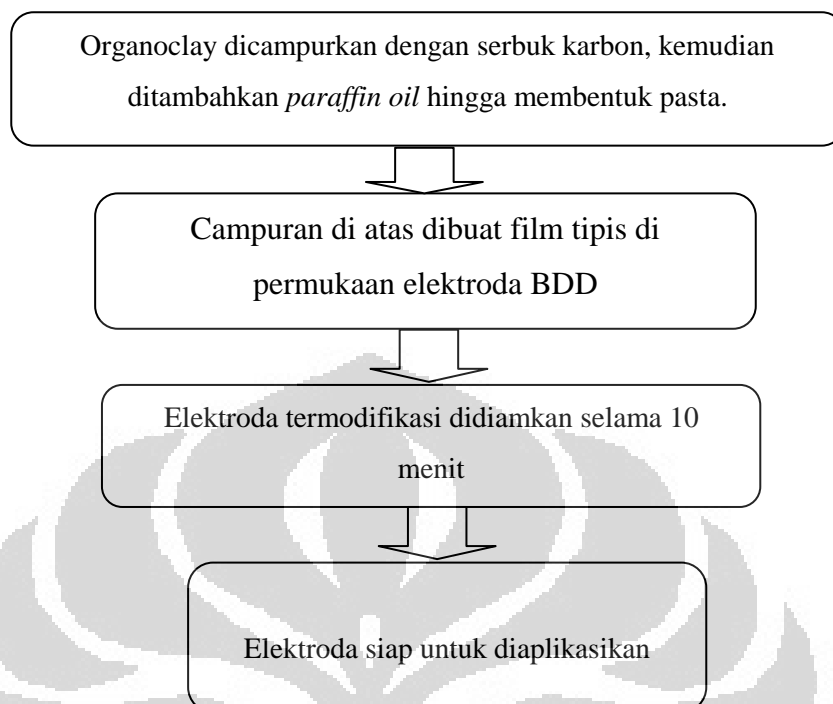


### 3.5.4 Preparasi Elektroda *Boron Doped Diamond* (BDD)

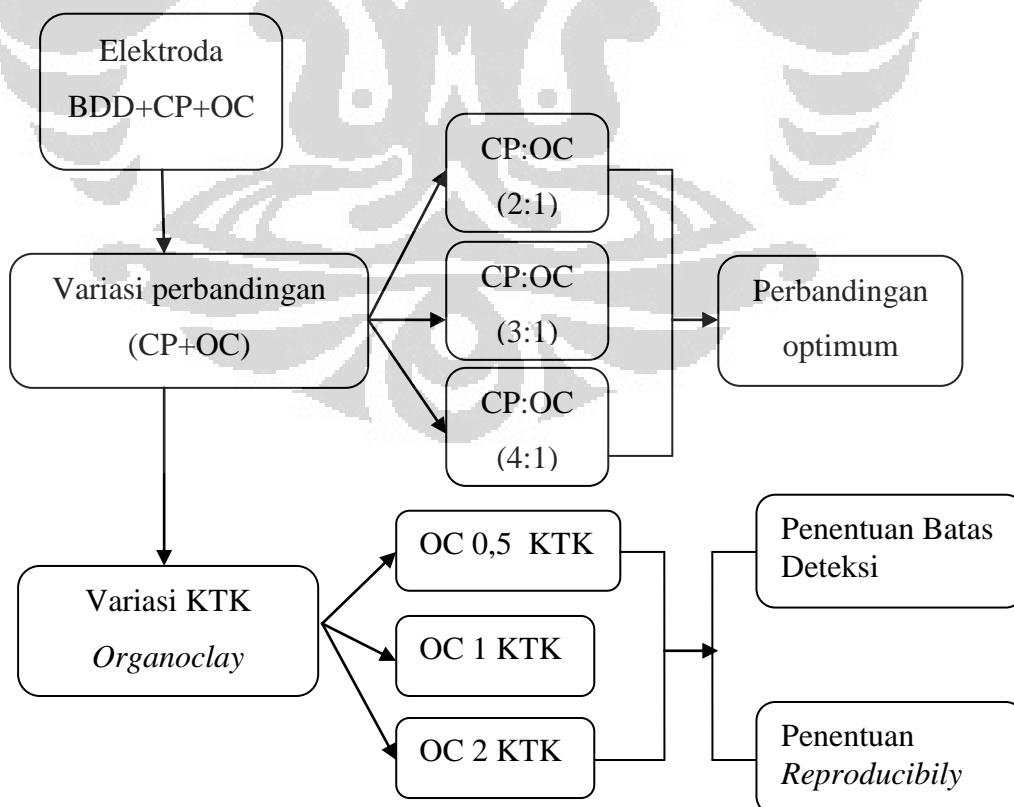




### 3.5.5 Modifikasi Elektroda dengan *Organoclay*



### 3.5.6 Uji Aplikasi Elektroda dengan Voltametri Siklik

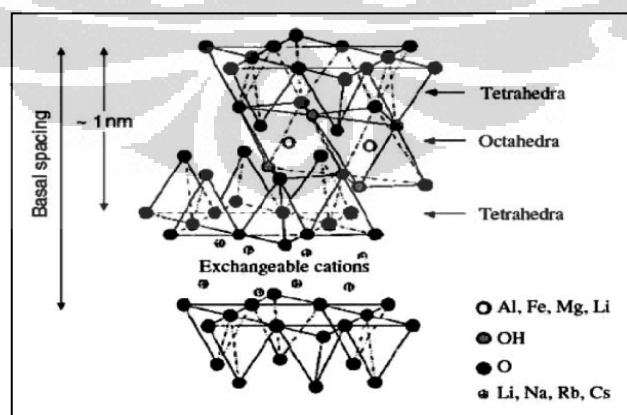


## BAB IV PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi dan Fraksinasi Bentonit

Sebelum bentonit digunakan untuk mensintesis *organoclay*, bentonit digerus untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil sehingga luas permukaan bentonit menjadi lebih besar. Lalu bentonit dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 2 jam untuk menghilangkan air yang berlebih dalam bentonit.

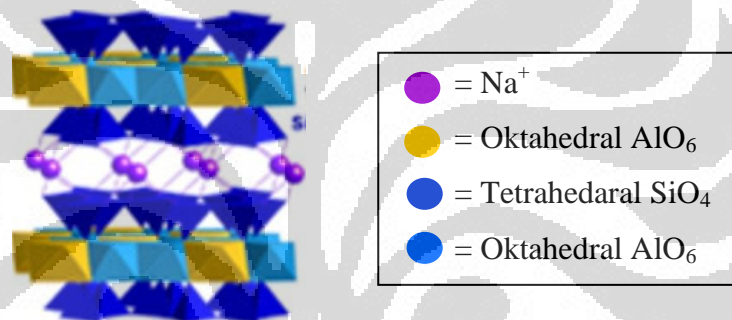
Kemudian fraksinasi dilakukan agar diperoleh fraksi dengan kandungan montmorillonit tertinggi karena selain montmorillonit, dalam bentonit terdapat pula mineral-mineral lain seperti kuarsa, kristobalit dan kaolinit. Pengotor-pengotor nonsilika seperti karbon arang akan terapung di permukaan suspensi sehingga montmorillonit yang diperoleh akan lebih murni. Fraksinasi juga dilakukan untuk memisahkan bentonit yang mengandung Fe dengan mendekantasi bentonit dan mengambil filtratnya. Bentonit yang mengandung Fe akan lebih berat sehingga lebih cepat mengendap (Diana, 2010). Semakin lama waktu pengendapan, ketebalan sedimen bentonit semakin besar. Hal tersebut menunjukkan terjadinya interaksi yang lebih kuat antara lapisan silikat dengan molekul air. Dari penelitian-penelitian sebelumnya diketahui bahwa fraksi ke- dua bentonit alam adalah fraksi yang mempunyai kandungan montmorillonit terbesar.



**Gambar 4.1** Struktur Bentonit

[Sumber: <http://webmineral.com/> 12 Mei 2012]

Pemurnian secara kimia tidak dilakukan dalam penelitian ini karena dikhawatirkan perlakuan kimia akan mengurangi kandungan montmorillonit dan merusak struktur bentonit. Setelah dilakukan pemisahan dengan fraksinasi, penyeragaman kation pada interlayer bentonit fraksi dua dengan ion  $\text{Na}^+$ . Hasil penyeragaman kation tersebut kemudian disebut Na-MMT (*Na exchanged-Montmorillonit*) yang memperbesar daya mengembang bentonit. Na-bentonit mempunyai sifat yang lebih mengembang karena ion  $\text{Na}^+$  pada permukaan bentonit akan berasosiasi dengan daerah yang mengalami kekurangan muatan positif pada satu lapisan saja sehingga antara lapisan bentonit akan mempunyai jarak cukup jauh dan memungkinkan interkalasi yang lebih banyak dengan air. Selain itu, hal tersebut akan meningkatkan kestabilan dari bentonit (Irwansyah, 2007).



**Gambar 4.2** Struktur Na-MMT

[Sumber : <http://webmineral.com> 10 Mei 2012]

#### 4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation

Penentuan kapasitas tukar kation dilakukan pada Na-bentonit dengan metode kompleks  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ . Pertukaran kation dengan logam berat bersifat *irreversible* dan tidak bergantung pada pH (Bergaya, 1997). Kelemahan metode ini menurut Bergaya adalah ketidaksesuaiannya apabila dilakukan pada bentonit yang mengandung ion  $\text{Cu}^{2+}$ . Sedangkan kelebihan metode ini dibanding metode Kjeldahl, adalah karena reaksi tunggal dalam metode ini menyebabkan terjadinya pertukaran kation lebih cepat dan logam berat pun ikut tergantikan.

Adanya kompleks  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  ditentukan dengan pengukuran spektrofotometer visible. Dengan mengetahui kompleks  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  sisa, maka dapat diketahui jumlah kompleks  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  yang terserap oleh Na-MMT, sehingga

nilai KTK dapat dihitung. Perhitungan dilakukan dengan memplotkan kurva konsentrasi dengan absorbansi.

**Table 4.1** Tabel konsentrasi larutan  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  dalam penentuan KTK

Konsentrasi sebelum (mmol/gram)	Konsentrasi sesudah (mmol/gram)	Konsentrasi yang diserap (mmol/gram)	Nilai KTK (mek/100 gram clay)
1,480	0,855	0,6250	62,5

$\lambda = 536 \text{ nm}$  ; volume = 25 ml ; massa Na-MMT = 0,1 gram

Berdasarkan kurva standar  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  diperoleh persamaan  $y = 0,964x + 0,001$  dengan  $R^2 = 0,996$ . Persamaan linier tersebut digunakan untuk menghitung konsentrasi sisa kompleks  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ . Dari perhitungan, diperoleh nilai KTK sebesar 62,5 mek/100 gram. Perhitungan tercantum dalam Lampiran 1.

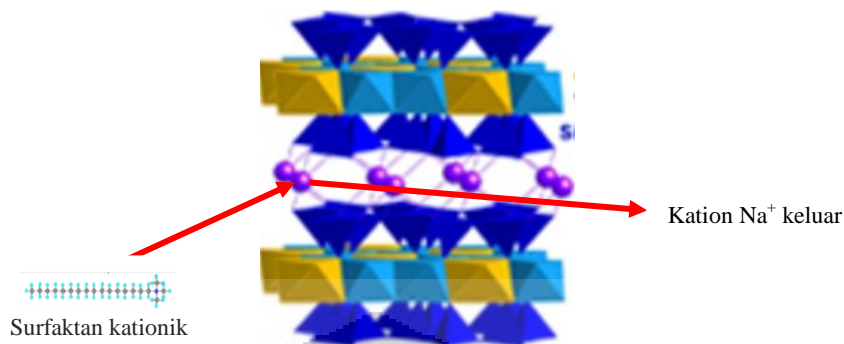
#### 4.3 Fabrikasi *Organoclay* HDTMA-Bentonit

Sintesis *organoclay* dilakukan dengan surfaktan yang mempunyai rantai alkil yang panjang akan menghasilkan *organoclay* dengan stabilitas panas dan *basal spacing* yang lebih baik (Syuhada, 2009). Nilai KTK yang telah diperoleh digunakan untuk menentukan jumlah surfaktan yang akan diinterkalasikan ke dalam Na-MMT. Pada penelitian ini, digunakan surfaktan kationik yang mempunyai alkil panjang, yaitu heksadesil trimetilammonium bromida (HDTMABr).

Surfaktan ditambahkan ke dalam suspensi Na-MMT dalam air secara perlahan agar meminimalisasi pembentukan agregat. Proses sintesis *organoclay* dilakukan pada suhu  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  agar surfaktan dapat terinterkalasi secara maksimum karena konformasi gauche pada rantai alkil akan memudahkan orientasi penataan rantai ekor surfaktan. Suspensi *organoclay* disonikasi pada suhu  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  selama 30 menit untuk memecahkan agregat yang mungkin terbentuk.

Muatan negatif dari permukaan bentonit menyebabkan kation-kation pada daerah *interlayer* tertarik oleh partikel bentonit secara elektrostatik. Kation-kation pada *interlayer* bentonit dimungkinkan dapat dipertukarkan dengan kation-kation

yang berasal dari surfaktan. Proses interkalasi dengan surfaktan ini akan mempengaruhi nilai *basal spacing interlayer* bentonit.



**Gambar 4.3** Mekanisme pertukaran kation

[Sumber : <http://webmineral.com> dengan perubahan, 10 Mei 2012]

*Organoclay* hasil sintesis kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui pengaruh dari interkalasi surfaktan pada karakter dan sifat Na-MMT.

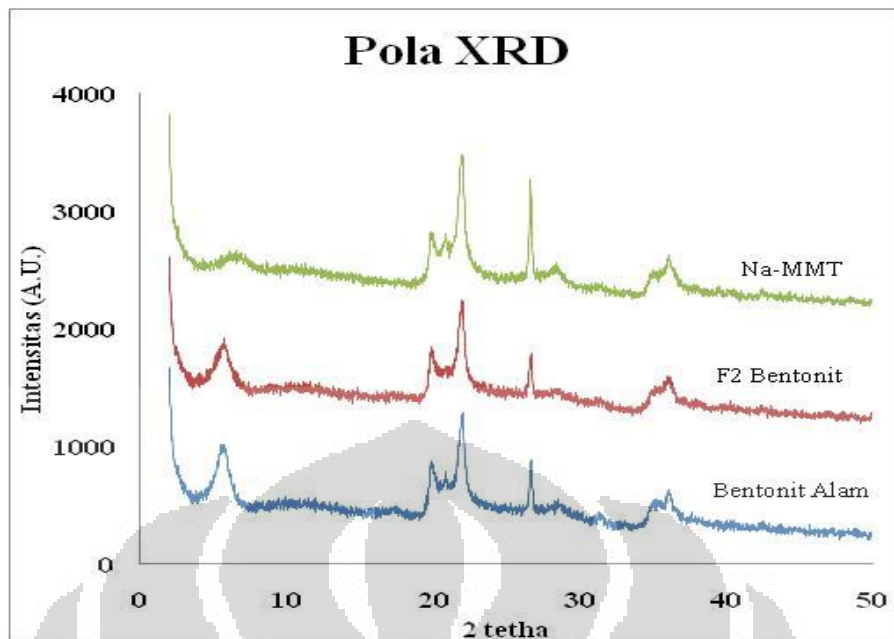
**Tabel 4.2** Material-material

No	Material	Keterangan
1	Fraksi 2	Fraksi ke-2 dari bentonit alam
2	Na-MMT	Hasil sintesis Bentonit dengan NaCl 1 M
3	<i>Organoclay</i> 0,5 KTK	Hasil sintesis Na-MMT dengan surfaktan HDTMA-Br sebanyak 0,5 KTK
4	<i>Organoclay</i> 1 KTK	Hasil sintesis Na-MMT dengan surfaktan HDTMA-Br sebanyak 1 KTK
5	<i>Organoclay</i> 2 KTK	Hasil sintesis Na-MMT dengan surfaktan HDTMA-Br sebanyak 2 KTK

#### 4.4 Karakterisasi

##### 4.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Pola difraksi Bentonit Tapanuli, Bentonit Fraksi 2 dan Na-MMT dapat dilihat pada Gambar 4.4. Dari pola difraksi tersebut terlihat puncak-puncak khas dari bentonit yaitu pada  $2\theta$  20,12 °; 26,7 ° dan 36,34 °.



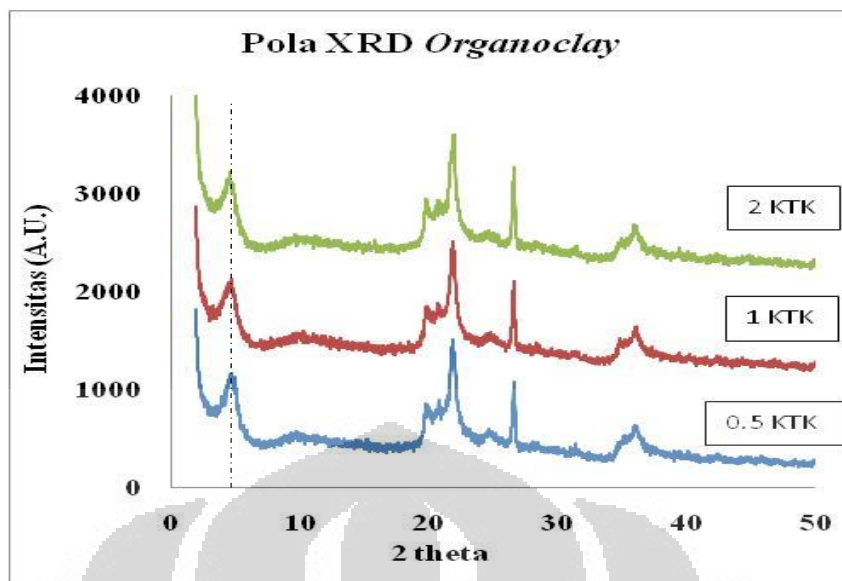
**Gambar 4.4** Pola Difraksi Bentonit, Fraksi 2 dan Na-MMT

Pada Tabel 4.1 dari Bentonit alam, Bentonit Fraksi 2 dan Na-MMT dapat dilihat besar *basal spacing*. *Basal spacing* dari Na-MMT lebih besar dari Bentonit alam ataupun Bentonit Fraksi 2 karena  $\text{Na}^+$  pada Na-MMT mengikat pada satu lapisan bentonit sehingga penyeragaman kation pada bentonit akan memperbesar *basal spacing*.

**Tabel 4.3** Besar *basal spacing* bentonit

Sampel	$2\theta$	<i>Basal Spacing</i> (Å)
Bentonit Alam	5,61	15,73
F2 Bentonit	5,62	15,69
Na-MMT	5,54	15,93

Dalam penelitian ini, HDTMABr digunakan sebagai surfaktan untuk mensistesis *organoclay*. *Basal spacing* dari *organoclay* berbanding lurus dengan banyaknya surfaktan yang ditambahkan. Hasil karakterisasi XRD dari masing-masing *organoclay* dapat dilihat pada Gambar 4.5 , Gambar 4.6 dan Tabel 4.2.



**Gambar 4.5** Pola Difraksi *Organoclay* (0,5 KTK; 1 KTK dan 2 KTK)

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa pola difraksi pada *organoclay* dengan variasi KTK tidak mengalami perubahan struktur seperti terlihat dari beberapa puncak khas bentonit dalam hasil XRD masing-masing, yaitu pada daerah  $2\theta$   $20,54^\circ$ ;  $26,68^\circ$  dan  $36,38^\circ$ . Dari data  $2\theta$  yang diperoleh, dapat ditentukan *basal spacing* masing-masing *organoclay* dengan menggunakan rumus:

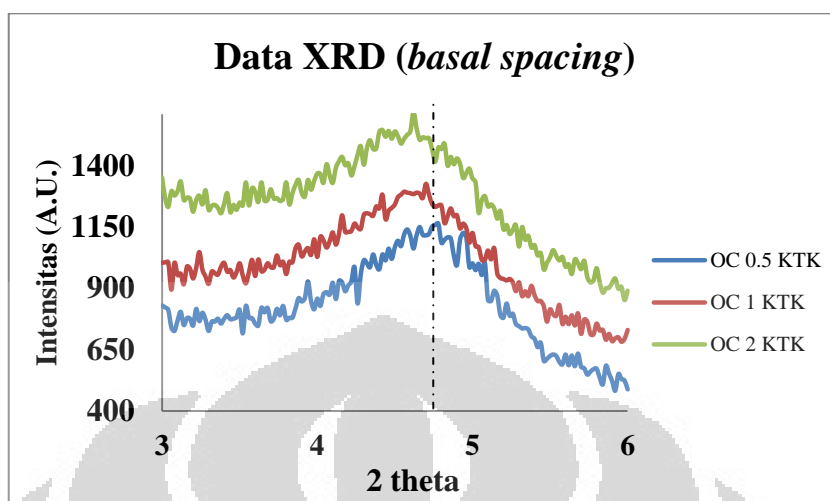
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Berdasarkan Tabel 4.2, terlihat adanya peningkatan *basal spacing* dari *organoclay* seiring dengan penambahan jumlah surfaktan dalam *organoclay*. *Basal spacing* pada *organoclay* 2 KTK tidak terlalu berbeda jauh dengan *organoclay* 1 KTK. Hal ini dimungkinkan karena konsentrasi surfaktan yang berlebih sehingga menyebabkan surfaktan tersusun secara lateral pada lapisan dalam bentonit. Selain itu surfaktan yang berlebih dimungkinkan tidak lagi masuk dalam interlayer bentonit, melainkan surfaktan hanya menempel pada permukaan bentonit.

**Tabel 4.4** Nilai *basal spacing organoclay*

Sampel	$2\theta$	<i>Basal Spacing</i> (Å)
<i>Organoclay</i> 0,5 KTK	4,77	18,77
<i>Organoclay</i> 1 KTK	4,60	19,15
<i>Organoclay</i> 2 KTK	4,60	19,19

*Basal spacing* dari masing-masing *organoclay* dapat dilihat pada Gambar 4.6.



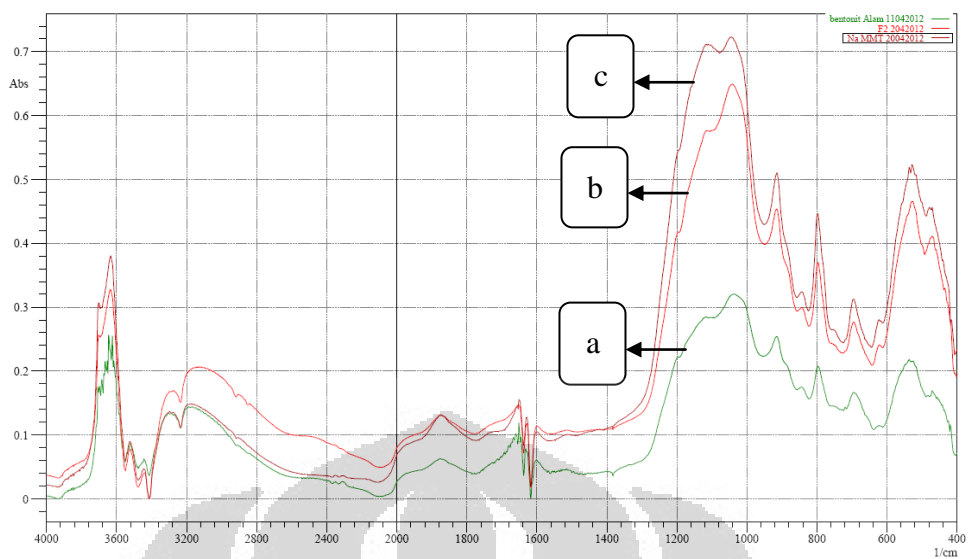
**Gambar 4.6** Pola difraksi *basal spacing organoclay*

Dari Gambar 4.6 terlihat adanya pergeseran *basal spacing* dari *organoclay* 0,5 KTK ke *organoclay* 2 KTK yang mengindikasikan adanya peningkatan *basal spacing* pada *organoclay*.

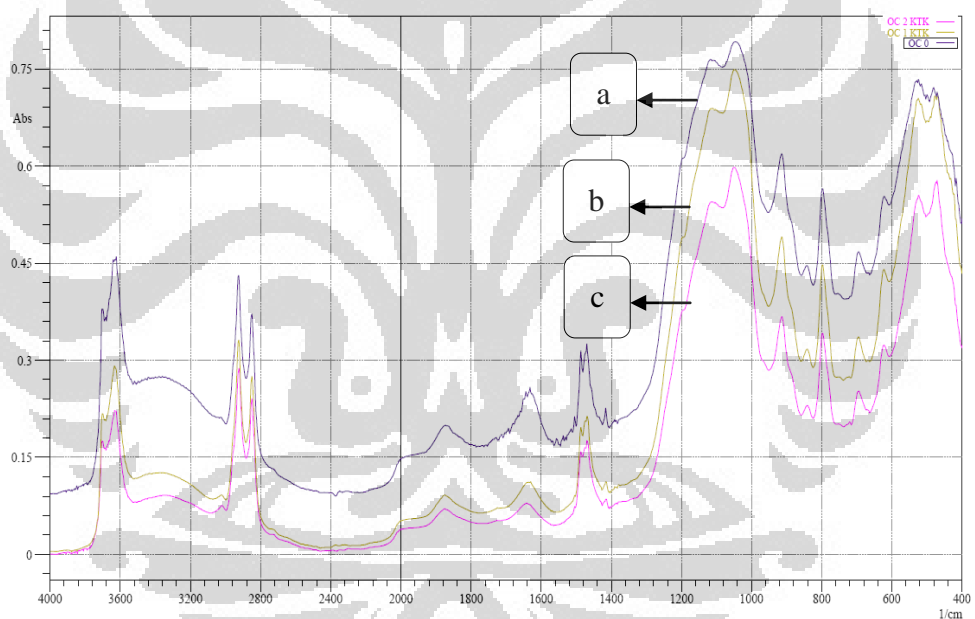
#### 4.4.2 Spektroskopi Infra Merah (FTIR)

Hasil karakterisasi FTIR pada bentonit alam, fraksi 2 dan Na-MMT dapat dilihat pada Gambar 4.7. Dari hasil tersebut terlihat adanya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 500 - 1000 yang merupakan vibrasi dari Si-O dan Al-O. Pada bilangan gelombang  $1627\text{ cm}^{-1}$  muncul pita tekuk dari H-O-H yang terdeformasi. Sedangkan puncak OH struktural pada kerangka silikat bentonit muncul pada sekitar bilangan gelombang  $3600\text{ cm}^{-1}$ .





**Gambar 4.7** FTIR dari a. Bentonit alam, b. Fraksi 2 dan c. Na-MMT



**Gambar 4.8** FTIR dari *organoclay* a. 0,5 KTK, b. 1 KTK dan c. 2 KTK

Gambar 4.8 menunjukkan hasil karakterisasi FTIR dari *organoclay*. Dari gambar tersebut terlihat adanya serapan baru yang muncul pada daerah  $3000\text{ cm}^{-1}$  untuk vibrasi uluran amina dan daerah bilangan gelombang  $1469\text{ cm}^{-1}$  untuk vibrasi tekuk amina. Serapan uluran asimetris dan simetris metilen dari surfaktan muncul pada bilangan gelombang  $2936\text{ cm}^{-1}$  dan  $2860\text{ cm}^{-1}$ .

Secara umum, ketiga *organoclay* mempunyai spektra IR yang mirip. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada perubahan struktur dari bentonit setelah adanya interkalasi oleh surfaktan.

**Tabel 4.5** Puncak-puncak FTIR dari F2, Na-MMT dan *Organoclay*

Jenis Spectra	Fraksi 2 ( $\text{cm}^{-1}$ )	Na-MMT ( $\text{cm}^{-1}$ )	<i>Organoclay</i> ( $\text{cm}^{-1}$ )
Ulur O-H struktural	3633	3631	3633
Ulur O-H dari molekul air	3294	3323	3340
Tekuk H-O-H dari molekul air	1627	1627	1630
Ulur Si-O-Si, deformasi $\text{Al}_2\text{OH}$ , deformasi Al-Mg-OH, Al-O dan Si-O-Fe	914, 694, 528, 470	914, 694, 524, 443	914, 694, 522, 470
Amina Primer $\text{NH}_3^+$ Asimetrik dan Simetrik Uluran Vibrasi	-	-	3000
Vibrasi simetrik dan asimetrik dari C-H pada metilen (- $\text{CH}_2$ )	-	-	2926, 2850
Vibrasi ulur C-H	-	-	1415
Tekuk Si-O	520, 439	520, 439	520, 466
Tekukan $\text{NH}_3^+$ Asimetrik dan Simetrik	-	-	1467

#### 4.4.3 SEM EDX

Dari pengukuran komposisi bentonit dengan EDX dapat diketahui rasio dari Si/Al dan Na/Si. Munculnya unsur Na pada data EDX Na-MMT menunjukkan bahwa telah terjadi penyeragaman kation pada bentonit dan kation Na diasumsikan telah masuk ke dalam interlayer dari bentonit.

**Tabel 4.6** Rasio Si/Al

<b>Sampel</b>	<b>Na (% berat)</b>	<b>Si (% berat)</b>	<b>Al (% berat)</b>	<b>Si/Al</b>	<b>Na/Si</b>
Bentonit Alam	-	24,99	14,35	1,74	-
Fraksi 2	-	26,53	14,22	1,86	-
Na-MMT	0,61	28,51	12,12	2,35	0,021

Dari Tabel 4.6 terlihat adanya peningkatan rasio Si/Al pada Na-MMT yang mengindikasikan bahwa sebagian alumina pada Na-MMT mengalami dealuminasi. Dealuminasi terjadi karena pada saat sintesis Na-MMT digunakan larutan NaCl 1 M yang cenderung bersifat asam. Hal tersebut mengakibatkan rusaknya Al tetrahedral pada struktur bentonit sehingga rasio Si/Al Na-MMT menjadi lebih tinggi dari bentonit alam dan fraksi 2.

## 4.5 Modifikasi Elektroda

### 4.5.1 Preparasi Elektroda

Proses dasar reaksi elektrokimia sangat dipengaruhi beberapa hal, yaitu struktur mikro, kekasaran permukaan elektroda, serta gangguan bagian aktif dari permukaan elektroda akibat adsorpsi senyawa tertentu dan gugus fungsi alamiah yang terdapat pada permukaan elektroda. Oleh karena itu, perlu dilakukan preparasi awal untuk memperhalus permukaan elektroda dan untuk menghilangkan pengotor yang teradsorpsi pada permukaan elektroda. Hal tersebut dilakukan untuk mendapatkan permukaan elektroda yang *reproducible* dan mampu meningkatkan kinetika *transfer* elektron.

Elektroda BDD tidak memerlukan preparasi pada permukaan yang akan dimodifikasi. Tetapi bagian belakang dari elektroda BDD perlu diampelas untuk menghilangkan pengotor berupa lemak atau bahan organik sisa proses deposisi yang dapat mengganggu daya hantar elektroda tersebut. Pembersihan dilakukan dengan sonikasi dalam 1-propanol dan akuademin untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada permukaan elektroda BDD.

#### 4.5.2 Modifikasi Elektroda BDD dengan *organoclay*

Modifikasi elektroda BDD diawali dengan mempersiapkan *organoclay* sebagai bahan pelapis. Tetapi lapisan *organoclay* secara langsung pada permukaan BDD tidak menghasilkan arus. hal ini disebabkan oleh struktur *organoclay* yang terlalu besar akibat modifikasi dengan HDTMABr sehingga berada di luar lapisan difusi BDD. *Organoclay* bukan merupakan penghantar listrik sehingga tidak dapat berfungsi sebagai elektroda. untuk meningkatkan kinetika reaksi pada permukaan BDD, *organoclay* dicampurkan dengan serbuk karbon dan dibuat menjadi pasta dengan bantuan minyak paraffin sebagai perekat.



**Gambar 4.9** Modifikasi Elektroda BDD

**Tabel 4.7** Variasi Modifikasi Elektroda

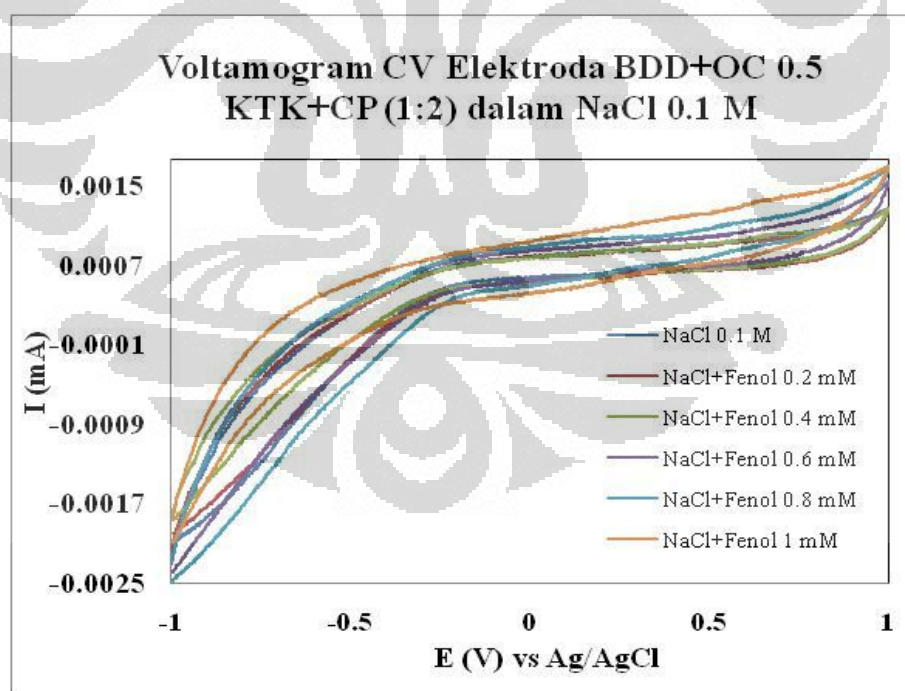
No	Elektroda	Keterangan
1	BDD	BDD tak termodifikasi
2	BDD+CP	BDD terlapisi pasta karbon
3	BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:2)	BDD terlapisi campuran <i>organoclay</i> 0,5 KTK dan karbon dengan perbandingan massa 1:2
4.	BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:3)	BDD terlapisi campuran <i>organoclay</i> 0,5 KTK dan karbon dengan perbandingan massa 1:3
5	BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:4)	BDD terlapisi campuran <i>organoclay</i> 0,5 KTK dan karbon dengan perbandingan massa 1:4
6	BDD+OC 1 KTK+CP (1:3)	BDD terlapisi campuran <i>organoclay</i> 1 KTK dan karbon dengan perbandingan massa 1:3
7	BDD+OC 2 KTK+CP (1:3)	BDD terlapisi campuran <i>organoclay</i> 2 KTK dan karbon dengan perbandingan massa 1:3

## 4.6 Aplikasi untuk deteksi senyawa fenol

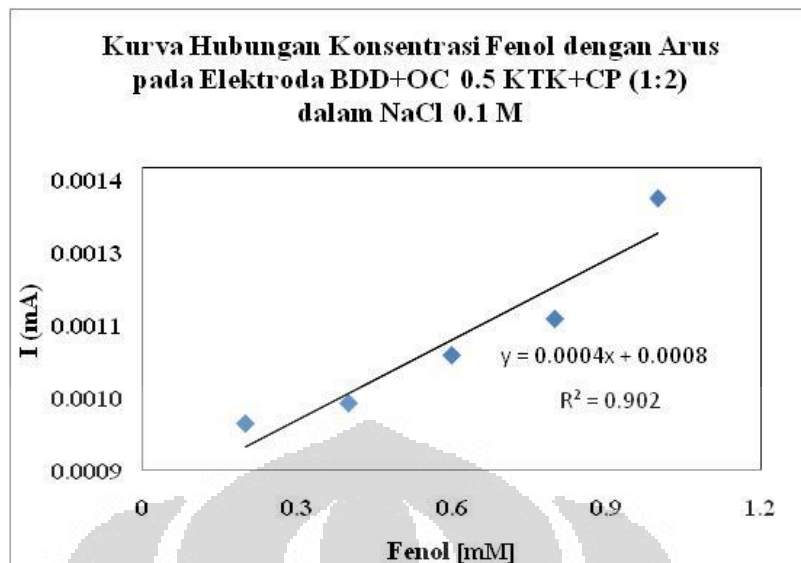
### 4.6.1 Penentuan perbandingan optimum *organoclay* dan karbon

Variasi jumlah *organoclay* dan karbon optimum dilakukan untuk mendapatkan puncak tertinggi pada arus oksidasi fenol. Pada campuran ini, *organoclay* berfungsi sebagai pengadsorb fenol sedangkan karbon berfungsi sebagai penghantar listrik. Reaksi oksidasi fenol diharapkan terjadi pada permukaan BDD. Variasi dilakukan terhadap *organoclay* 0,5 KTK dengan karbon melalui perbandingan 1:2, 1:3 dan 1:4. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -1000 mV sampai 1000 mV (vs Ag/AgCl) dan *scan rate* 100 mV/s. Masing-masing campuran tersebut dilapiskan pada permukaan BDD, lalu dilakukan pengukuran fenol pada konsentrasi 0,2 mM sampai dengan 1 mM dalam larutan NaCl 0,1 M.

Perbandingan antara *organoclay* dan karbon mempengaruhi arus yang dihasilkan dari hasil elektro oksidasi senyawa fenol pada voltamogram (Gambar 4.10 - 4.15).

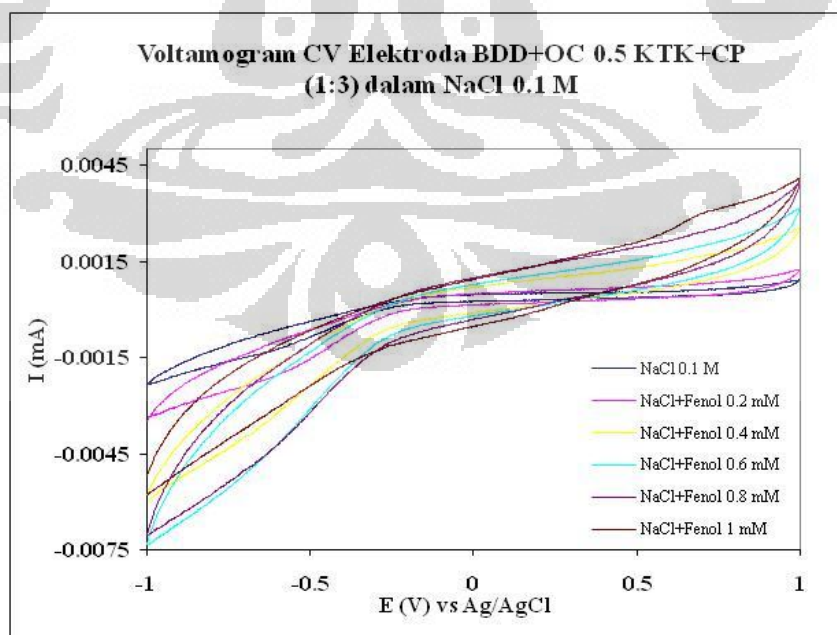


**Gambar 4.10** Voltamogram BDD+(OC 0,5 KTK+CP) (1:2) dalam variasi konsentrasi fenol

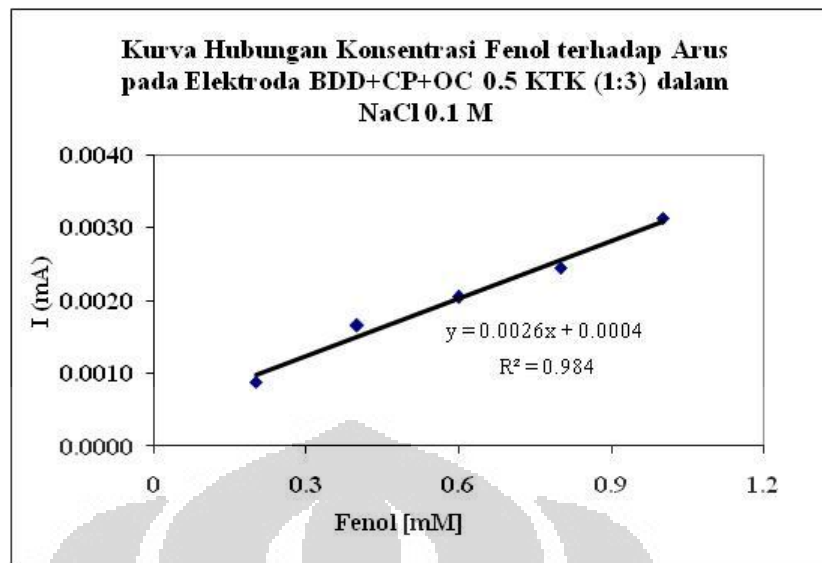


**Gambar 4.11** Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 0,5 KTK+CP) pada perbandingan (1:2)

Gambar 4.10 memperlihatkan adanya arus hasil oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 0,5 KTK+CP pada perbandingan *organoclay* dan karbon 1:2. Hal ini mengindikasikan bahwa elektroda termodifikasi *organoclay* dapat mendeteksi fenol dalam larutan dengan sensitivitas sebesar 0,0004 mM/mA.

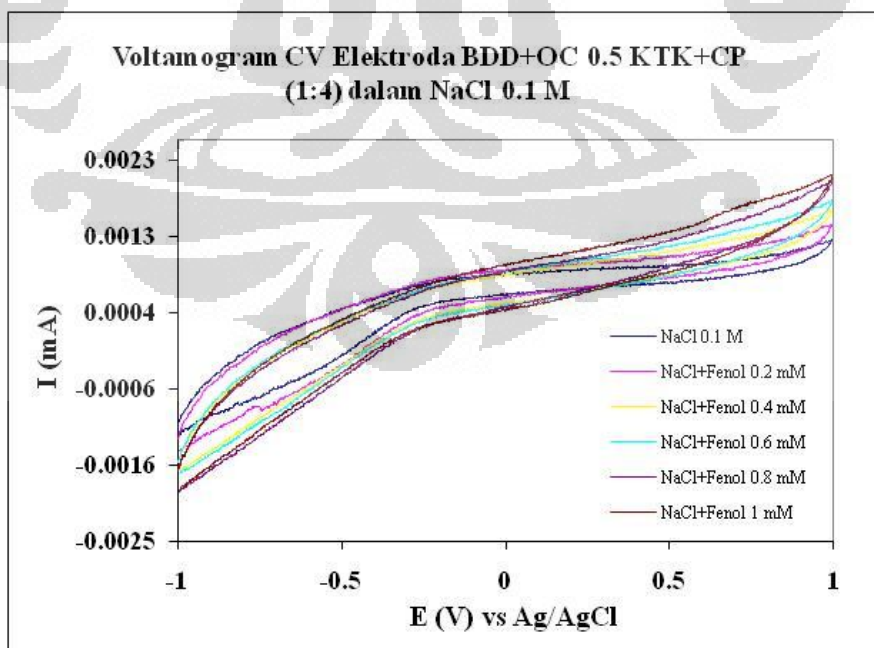


**Gambar 4.12** Voltamogram BDD+(OC 0,5 KTK+CP) (1:3) dalam variasi konsentrasi fenol

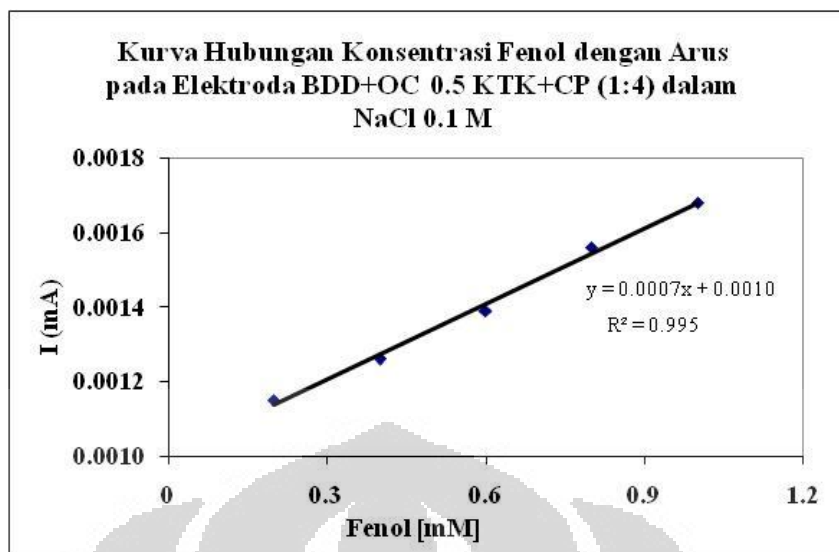


**Gambar 4.13** Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 0,5 KTK+CP) pada perbandingan (1:3)

Gambar 4.12 menunjukkan bahwa pada elektroda BDD+OC 0,5 KTK dengan perbandingan *organoclay* dan karbon 1:3 memiliki arus oksidasi fenol yang lebih tinggi dari BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:2) dengan sensitivitas sebesar 0,0026 mM/mA.



**Gambar 4.14** Voltamogram BDD+(OC 0,5 KTK+CP) (1:4) dalam variasi konsentrasi fenol

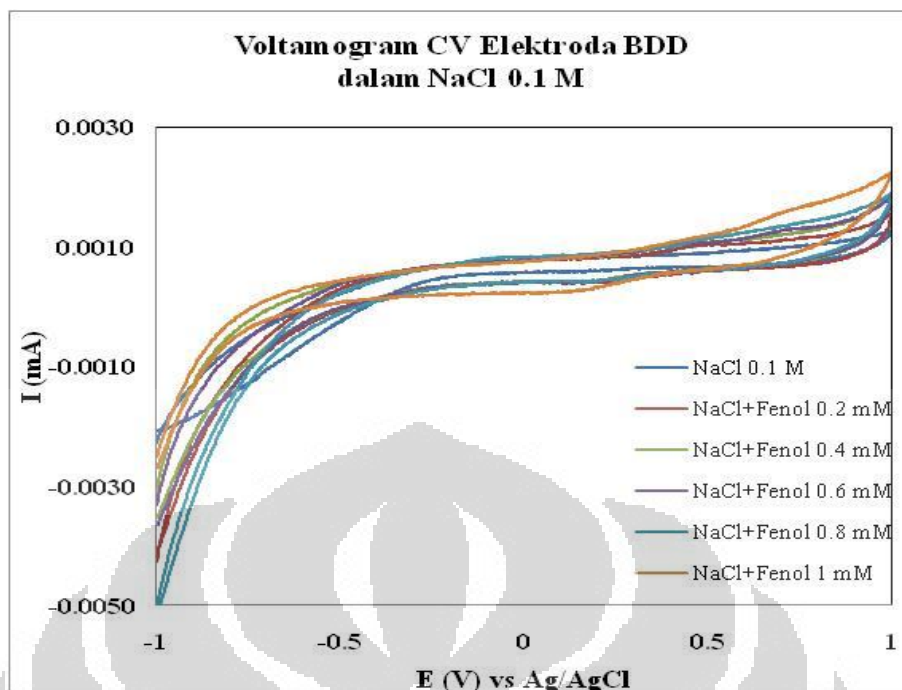


**Gambar 4.15** Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 0,5 KTK+CP) pada perbandingan (1:4)

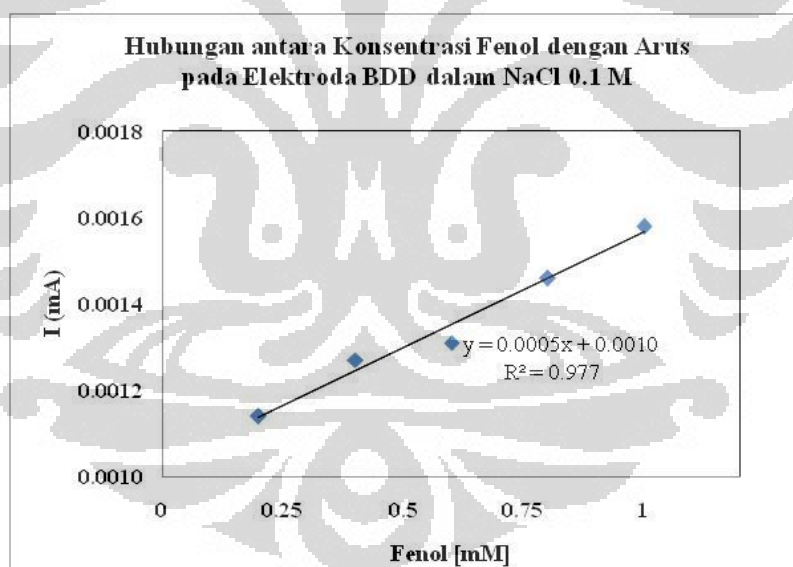
Gambar 4.14 menunjukkan arus oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 0,5 KTK+CP pada perbandingan 1:4. Arus tersebut tidak lebih tinggi dari BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:3) karena *organoclay* pada elektroda ini terlalu sedikit sehingga fenol yang teradsorp pun sedikit dan arus oksidasi fenol pun menjadi rendah.

Sebagai pembandingan, dilakukan pengukuran voltametri siklik untuk elektroda BDD polos dan elektroda BDD yang dilapisi pasta karbon. Voltamogram kedua elektroda tersebut dalam mendeteksi senyawa fenol dapat dilihat pada Gambar 4.16 - 4.19. Sedangkan ringkasan perbandingan variasi antara elektroda ditunjukkan pada Tabel 4.8.





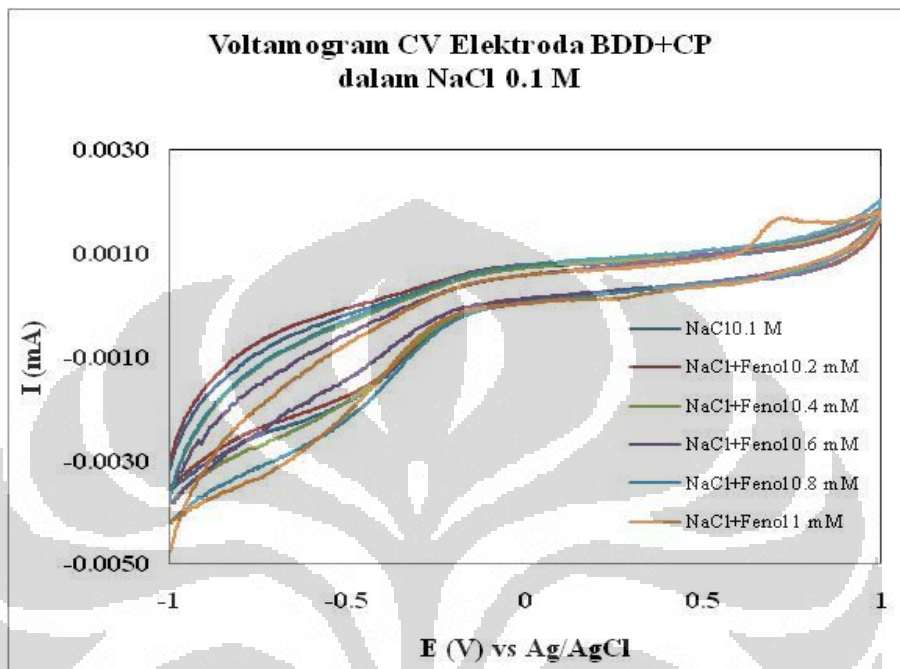
**Gambar 4.16** Voltamogram BDD dalam variasi konsentrasi fenol



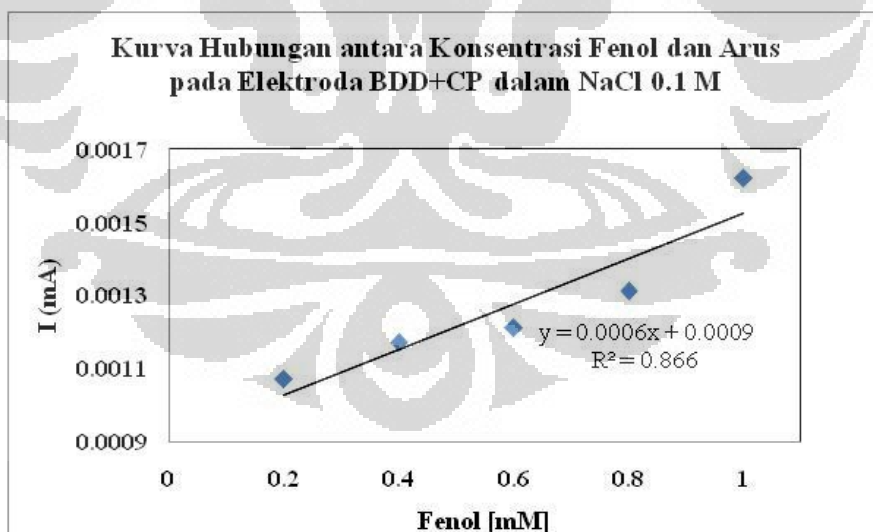
**Gambar 4.17** Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada elektroda BDD

Gambar 4.16 menunjukkan bahwa elektroda BDD tanpa modifikasi dapat mendeteksi senyawa fenol. Arus oksidasi fenol pada elektroda ini cenderung lemah karena fenol yang teroksidasi pada permukaan elektroda sedikit. Sedangkan pada Gambar 4.18 terlihat bahwa pelapisan karbon pasta pada elektroda BDD

tidak terlalu berpengaruh terhadap arus oksidasi fenol. hal tersebut karena karbon tidak mempunyai daya adsorb terhadap fenol. Karbon pada permukaan elektroda BDD hanya berfungsi untuk meningkatkan konduktivitas dari elektroda BDD.



**Gambar 4.18** Voltamogram BDD+CP dalam variasi konsentrasi fenol



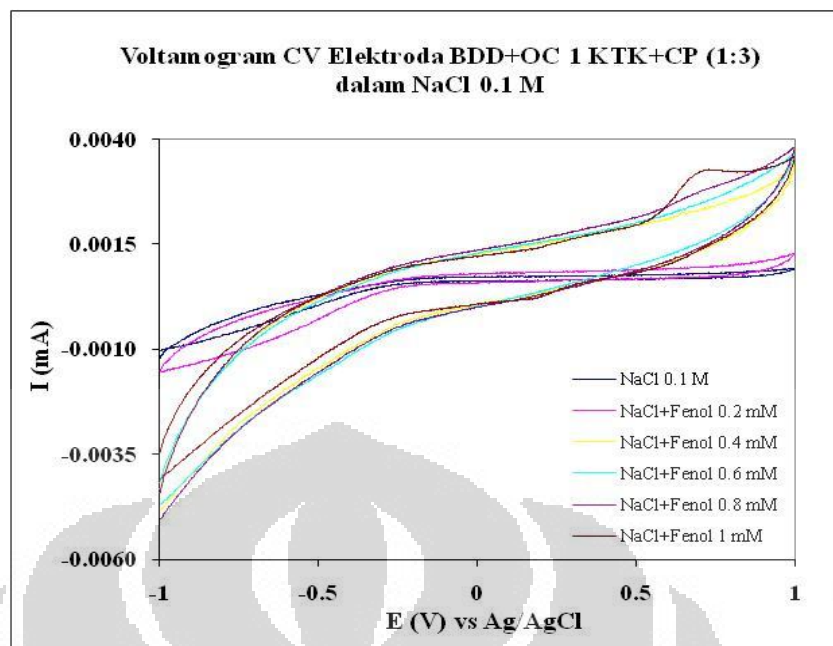
**Gambar 4.19** Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada elektroda BDD+CP

**Tabel 4.8** Ringkasan kinerja elektrokimia beberapa variasi elektroda terhadap oksidasi fenol

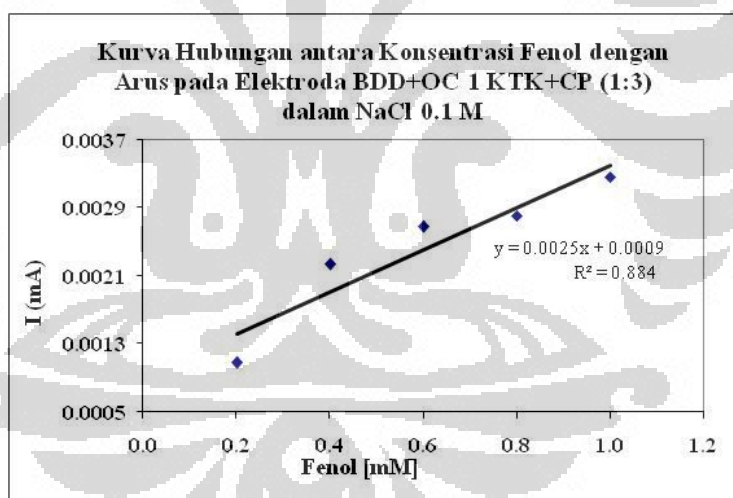
No	Jenis elektroda	Arus background [mA]	Sensitivitas [mM/mA]
1	BDD tak termodifikasi	0,000964	0,0005
2	BDD+CP	0,000981	0,0006
3	BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:2)	0,000976	0,0004
4	BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:3)	0,000879	0,0026
5	BDD+OC 0,5 KTK+CP (1:4)	0,000865	0,0007
6	BDD+OC 1 KTK+CP (1:3)	0,000786	0,0025
7	BDD+OC 2 KTK+CP (1:3)	0,000674	0,0042

#### 4.6.2 Variasi KTK *organoclay* pada modifikasi elektroda BDD

Setelah diperoleh perbandingan optimum *organoclay* dan karbon, dilakukan untuk variasi KTK dari *organoclay*, yaitu pada 1 KTK dan 2 KTK. Elektroda BDD dimodifikasi dengan *organoclay* 1 dan 2 KTK dengan perbandingan *organoclay* dan karbon (1:3). Hasil voltametri siklik menunjukkan bahwa elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3) mempunyai respon paling bagus terhadap fenol. Berdasarkan data XRD, *organoclay* 2 KTK mempunyai *basal spacing* sebesar 19,19 Å sehingga memungkinkan mengadsorb fenol lebih banyak dari *organoclay* lainnya. Voltamogram voltametri siklik untuk variasi KTK dapat dilihat pada Gambar 4.20 - 4.23

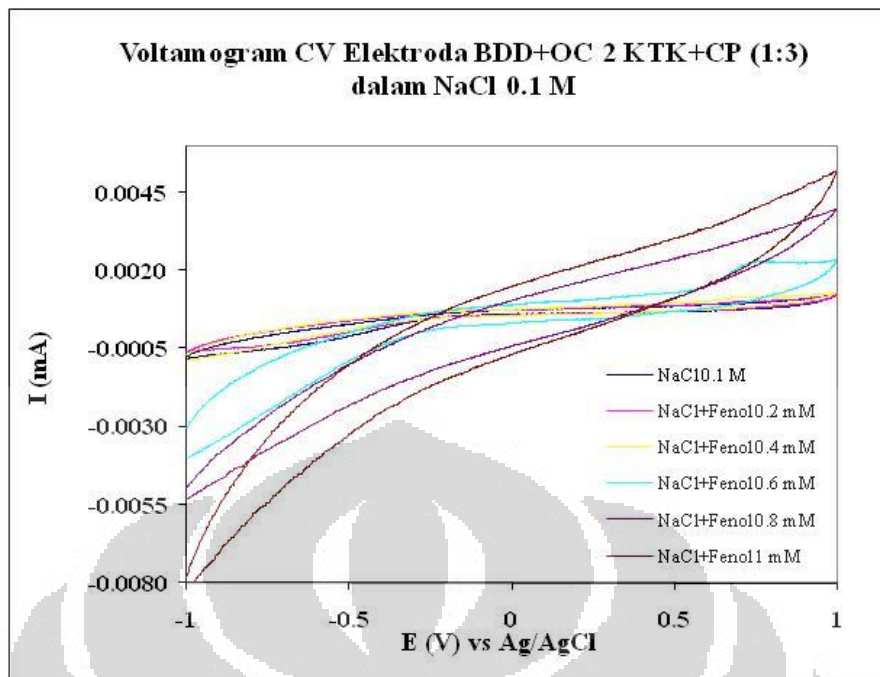


**Gambar 4.20** Voltamogram BDD+(OC 1 KTK+CP) (1:3) dalam variasi konsentrasi fenol

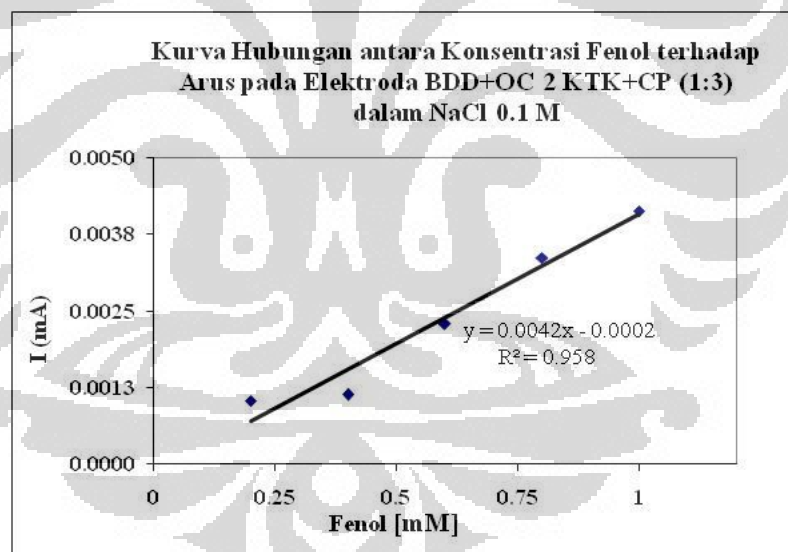


**Gambar 4.21** Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 1 KTK+CP) pada perbandingan (1:3)

Daya adsorpsi *organoclay* mempengaruhi arus yang dihasilkan dari oksidasi fenol. Hal ini berhubungan dengan *basal spacing* dari *organoclay* yang digunakan untuk modifikasi elektroda BDD. Elektroda BDD+OC 1 KTK+CP (1:3) menghasilkan arus oksidasi fenol lebih tinggi daripada elektroda termodifikasi *organoclay* 0,5 KTK.



**Gambar 4.22** Voltamogram BDD+(OC 2 KTK+CP) (1:3) dalam variasi konsentrasi fenol



**Gambar 4.23** Hubungan antara konsentrasi fenol dengan arus pada BDD+(OC 2 KTK+CP) pada perbandingan (1:3)

Arus oksidasi fenol elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3) lebih tinggi dari BDD+OC 1 KTK+CP (1:3). Hal tersebut berhubungan dengan *basal spacing* di mana *basal spacing organoclay* 1 KTK lebih kecil dari *organoclay* 2 KTK, yaitu sebesar 19,15 Å. Sedangkan *basal spacing organoclay* 2 KTK sebesar 19,19 Å.

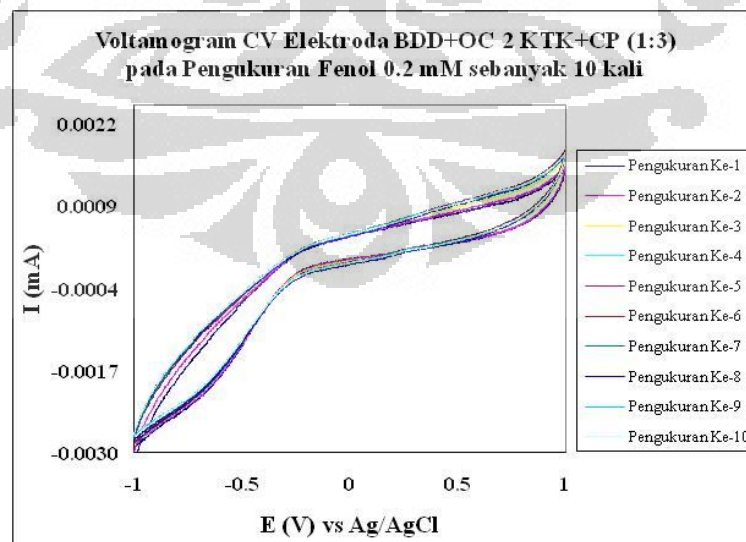
#### 4.7 Penentuan Batas Deteksi Elektroda BDD+OC 2 KTK+CP

Batas deteksi dalam penelitian ini merupakan kadar minimum fenol yang dapat terdeteksi oleh elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3) dan mempunyai respon arus sebesar arus blanko. Batas deteksi didapatkan dengan menjumlahkan respon arus elektroda BDD termodifikasi *organoclay* tanpa adanya fenol dengan tiga kali simpangan baku blanko (standar deviasi).

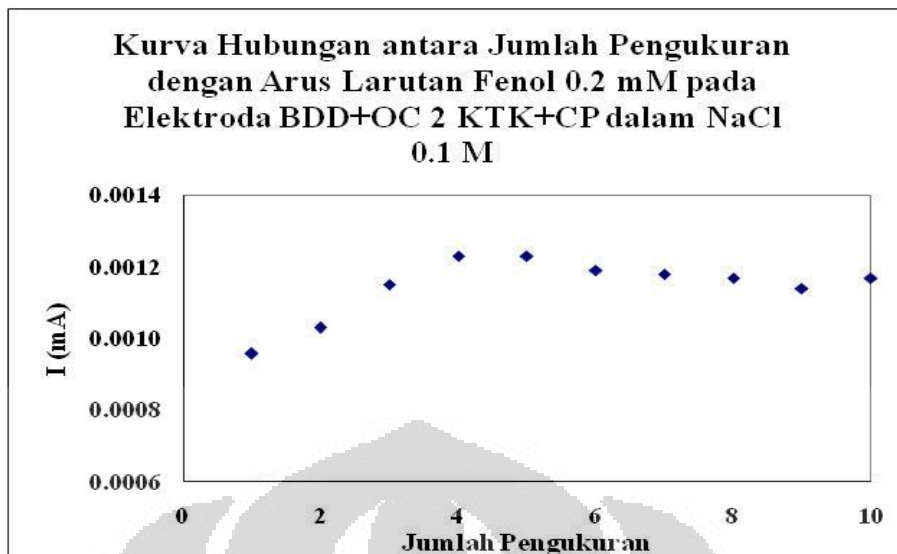
Konsentrasi fenol yang memberikan respon linier digunakan untuk menentukan batas deteksi dari elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3). Berdasarkan perhitungan pada Lampiran 7 diperoleh batas deteksi fenol pada elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3) sebesar 0,017 mM. Nilai tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi terendah fenol yang dapat dideteksi oleh elektroda BDD+OC 2 KTK+OC (1:3) sebanyak 0,017 mM.

#### 4.8 Penentuan *Reproducibility* Elektroda BDD+OC 2 KTK+CP

*Reproducibility* diukur untuk menentukan kedapatulangan pengukuran fenol menggunakan elektroda yang dikembangkan. Penentuan *reproducibility* dilakukan untuk mengetahui presisi dari data yang diperoleh. Larutan fenol 0,2 mM diukur sebanyak 10 kali dengan elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3). Respon arus terhadap jumlah pengukuran fenol 0,2 mM terlihat pada Gambar 4.24 dan Gambar 4.25.



**Gambar 4.24** Voltamogram BDD+(OC 2 KTK+CP) (1:3) pada fenol 0.2 mM sebanyak 10 kali pengukuran.



**Gambar 4.25** Hubungan antara jumlah pengukuran dengan arus larutan fenol 0.2 mM pada BDD+(OC 2 KTK+CP) pada perbandingan (1:3)

Dari kedua gambar terlihat bahwa arus meningkat dari pengukuran pertama sampai pengukuran ke-4. hal ini kemungkinan disebabkan oleh tidak irreversibelnya reaksi adsorpsi yang menetap pada bentonit sehingga terakumulasi pada pengukuran berikutnya. Tetapi setelah pengukuran ke-5, arus cenderung stabil menunjukkan bahwa adsorpsi yang menetap pada bentonit tidak mengganggu pengukuran fenol berikutnya. Dari hasil perhitungan diperoleh nilai standar deviasi relatif (RSD) elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3) sebesar 7,181 %. Semakin kecil nilai RSD yang diperoleh, maka presisi data akan semakin baik.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah :

1. Modifikasi elektroda BDD dengan *organoclay* HDTMA-Bentonit berhasil dilakukan dengan bantuan karbon untuk meningkatkan sifat konduktif dari *organoclay*.
2. Elektroda BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit dapat digunakan sebagai elektroda kerja pada voltametri siklik untuk mendeteksi senyawa fenol dalam larutan NaCl 0,1 M.
3. Kondisi optimum diperoleh pada elektroda BDD yang dimodifikasi dengan perbandingan *organoclay* dan karbon 1:3 untuk *organoclay* 2 KTK.
4. Elektroda BDD termodifikasi *organoclay* HDTMA-Bentonit memberikan arus yang lebih tinggi pada pendeteksian senyawa fenol dibandingkan elektroda BDD tak termodifikasi dengan sensitivitas sebesar 0.0042 mM/mA.
5. Limit deteksi elektroda termodifikasi *organoclay* sebesar 0.017 mM dan *reproducibility*nya sebesar 7.181 %.

#### 5.2 Saran

Penelitian selanjutnya disarankan untuk menentukan ketebalan *organoclay* pada permukaan elektroda BDD dan menentukan pH optimum larutan elektrolit yang digunakan pada pengukuran fenol dalam voltametri siklik.



## DAFTAR PUSTAKA

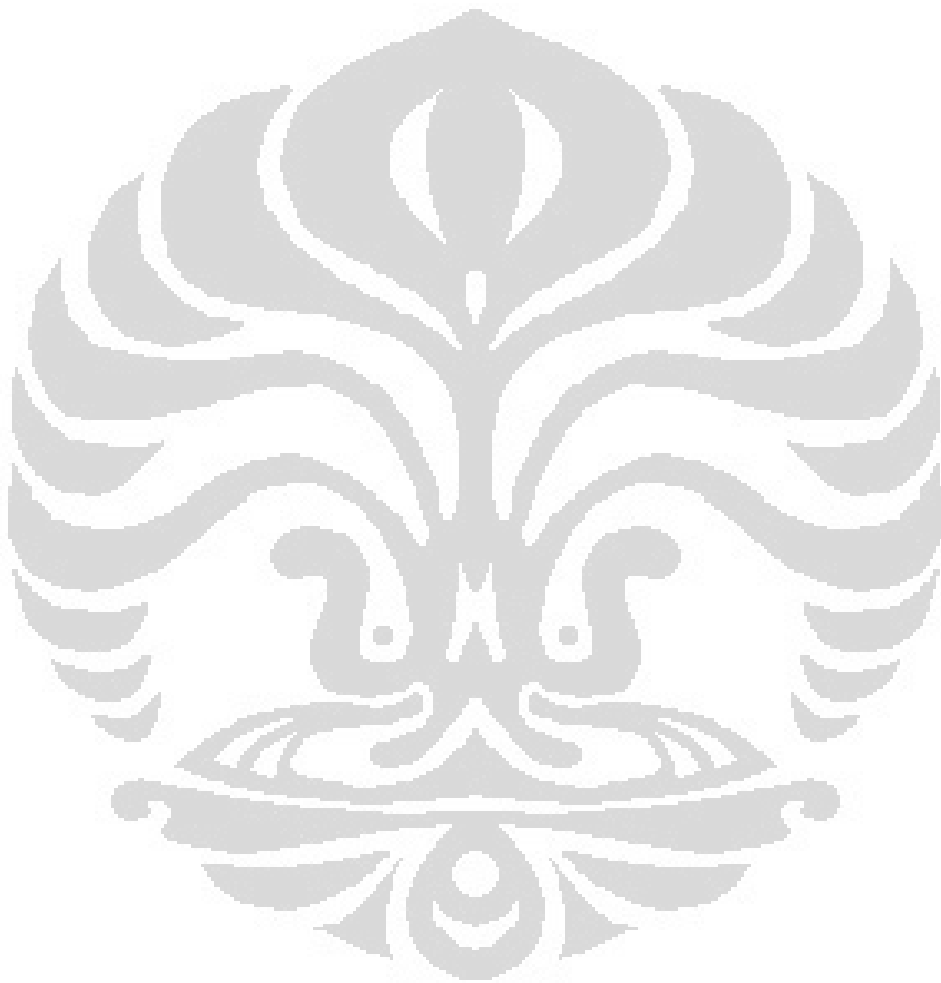
- Bard, Allen J., Larry R. Faulkner. *Electrochemical Methods: Fundamental and Applications, 2<sup>nd</sup> Edition*. John Wiley & Sons, Inc. (2001).
- Bergaya, F., M. Vayer. *CEC of Clays : Measurement by Adsorption of a Copper ethyldiamine Complex*. France; Universite d' Orleans. (1997).
- Fitch, Alanah. *Clay-Modified Electrodes: A Review*. Chicago; Department of Chemistry – Loyola University of Chicago. (1990).
- Fujishima, Akira, Einaga, Yasuaki, Rao N. Tata, Tryk A. Donald. *Diamond Electrochemistry*. Tokyo; BKC Elsevier. (2005).
- Haryani, Diana Nur. *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalsasi Surfaktan Kationik HDTMABr dan ODTMABr Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Molekul Organik*. Depok; Departemen Kimia. FMIPA Universitas Indonesia. (2010).
- [http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical\\_Chemistry/Instrumental\\_Analysis/Cyclic Voltammetry](http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical_Chemistry/Instrumental_Analysis/Cyclic_Voltammetry) Jumat, 4 Mei 2012 pukul 19.00 WIB
- [http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical\\_Chemistry/Instrumental\\_Analysis/Diffraction/Powder\\_X-ray\\_Diffraction](http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical_Chemistry/Instrumental_Analysis/Diffraction/Powder_X-ray_Diffraction) Jumat, 4 Mei 2012 pukul 21.30
- <http://elements.geoscienceworld.org/content/5/2/99/F2.expansion.html> Jumat, 4 Mei 2012 pukul 20.00 WIB
- <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf> Jumat, 4 Mei 2012 pukul 21.30 WIB
- <http://webmineral.com/> Sabtu, 12 Mei 2012 pukul 19.00 WIB
- [http://www.ccl-diamond.com/HTML/Products\\_Electrodes.html](http://www.ccl-diamond.com/HTML/Products_Electrodes.html), Jumat, 4 Mei 2012 pukul 19.30 WIB
- <http://www.currentprotocols.com/WileyCDA/CPUnit/refId-et0502.html> Jumat, 4 Mei 2012 pukul 21.00 WIB
- <http://www.sciencelab.com/msds.php?msdsId=9923367> Jumat, 4 Mei 2012 pukul 20.30 WIB

<https://data.epo.org/publication-server/html-document?PN=EP0950395%20EP%200950395&iDocId=4792218> Minggu, 6 Mei 2012 pukul 19.00 WIB

- Irwansyah. *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromida Melalui Interkalasi Metode Ultrasonik*. Depok; Departemen Kimia. FMIPA Universitas Indonesia. (2007).
- Kurniawan, Damar. *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay dengan Metode Ultrasonik sebagai Adsorben p-Klorofenol dan Hidroquinon*. Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia. (2008).
- Marbun, Dessy Sitri. *Studi Pendahuluan Sintesis Zeolit Y dari Kaolin dan Penggunaannya Sebagai Zeolite Modified Electrode (ZME)*. Karya Utama Sarjana Kimia. Universitas Indonesia. (2006).
- Marz, Rahman Arif. *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMBr dan Studi Awal Model Surfaktan Dengan Metode Komputasi Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben*. Depok; Departemen Kimia, FMIPA Universitas Indonesia(2012).
- Mojovic, Z., Jovic Jovicic, A. Milutinovic-Nikolic, et al. *Phenol Determination on HDTMA-Bentonite-based electrodes*. Serbia; Department of Catalysis and Chemical Engineering – University of Belgrade. (2011).
- Mojovic, Z., N. Jovic-Jovicic, P. Bankovic, et al. *Elektrooxidation of phenol on different organo bentonite-based electrodes*. Serbia; Department of Catalysis and Chemical Engineering – University of Belgrade. (2010).
- Naseri, A., Majidi MR. *Cheap and Easy Modification of Glassy Carbon Electrode For Voltametric Determination of Dopamine in The Presence of Ascorbic Acid*. Iran; Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry – University of Tabriz. (2011).
- Newton L. Dias Filho et al. *Voltammetry of Mercury(II) Based on an Organo-Clay Modified Graphite Electrode*. Brazil; Departamento de Fisica e Quimica-Universidade Estadual. (2006)

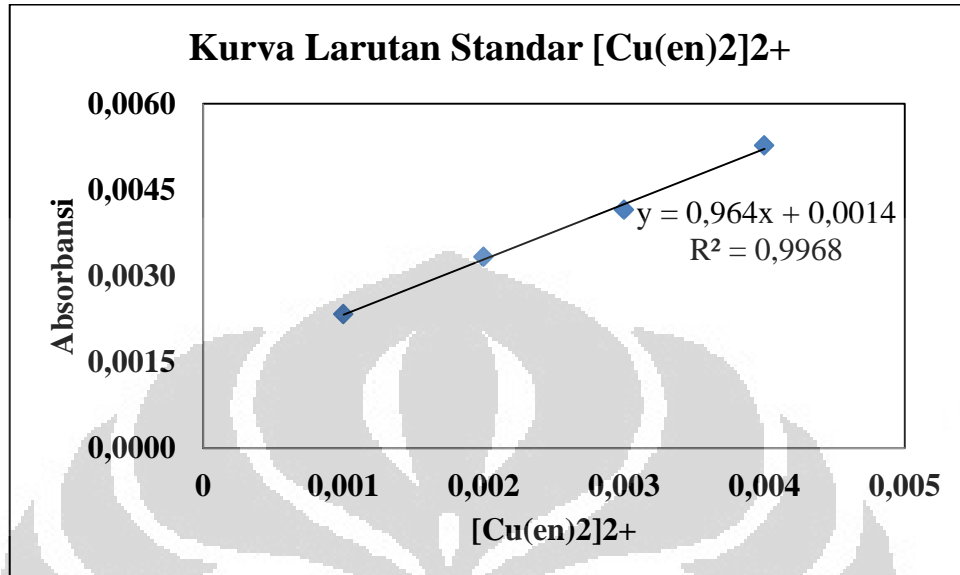
- Notsu, Hideo., Tetsu Tatsuma, Akira Fujishima. *Tyrosinase-Modified Boron Doped Diamond Electrodes for the Determination of Phenol Derivatives*. Japan; Department of Applied Chemistry, School of Engineering, University of Tokyo. (2002).
- Oktaviani, Evi. *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya sebagai Adsorben Fenol*. Depok; Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia. ( 2011)
- Paria, Santanu. *Surfactant-Enhanced Remediation of Organic Contaminated Soil and Water*. India; Department of Chemical Engineering, National Institute of Technology. (2007).
- Ru-hai, Tian., et.al. *Construction of Two-Dimensional Arrays Gold Nanoparticles Monolayer onto Boron-Doped Diamond Electrode Surfaces*. Chem. Mater. (2006), 18, 939-945.
- Tovina, Hany. *Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang Ditumbuhkan pada Permukaan Glassy Carbon*. Depok; Departemen Kimia, FMIPA Universitas Indonesia(2009).
- Tribidasari A. Ivandini, Tata N. Rao, Akira Fujishima dan Yasuaki Einaga. *Electrochemical Oxidation of Oxalic Acid at Highly Boron Doped Diamond Electrodes*. Japan; Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology- Keio University. (2008).
- Wang, Joseph. *Analytical Electrochemistry*, 2<sup>nd</sup> edition. USA: A John Wiley and Sons , Inc. (2000)
- Yang, Song and Greg M.Swain. *Total Inorganic Arsenic Detection in Real Water Sample Using Anodic Stripping Voltammetry and a Gold-Coated Diamond Thin-Film Electrode*. Analytica Chimica Acta. (2007). 593, 7-12.
- Yi, Hongchao., Kangbing Wu, Sengsui Hu, Dafu Cui. *Adsorption Stripping Voltammetry of Phenol at Nafion-Modified Glassy Carbon Electrode in The Presence of Surfactants*. Republic of China; Department of Chemistry – Wuhan University. (2001).

Zhu, H.Y., Z. Ding, C.Q. Lu, G.Q. Lu. *Molecular engineered porous using surfactants*. Australia; Department of Chemical Engineering, The University of Queensland. (2000).



## LAMPIRAN 1

Kurva Standar  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$



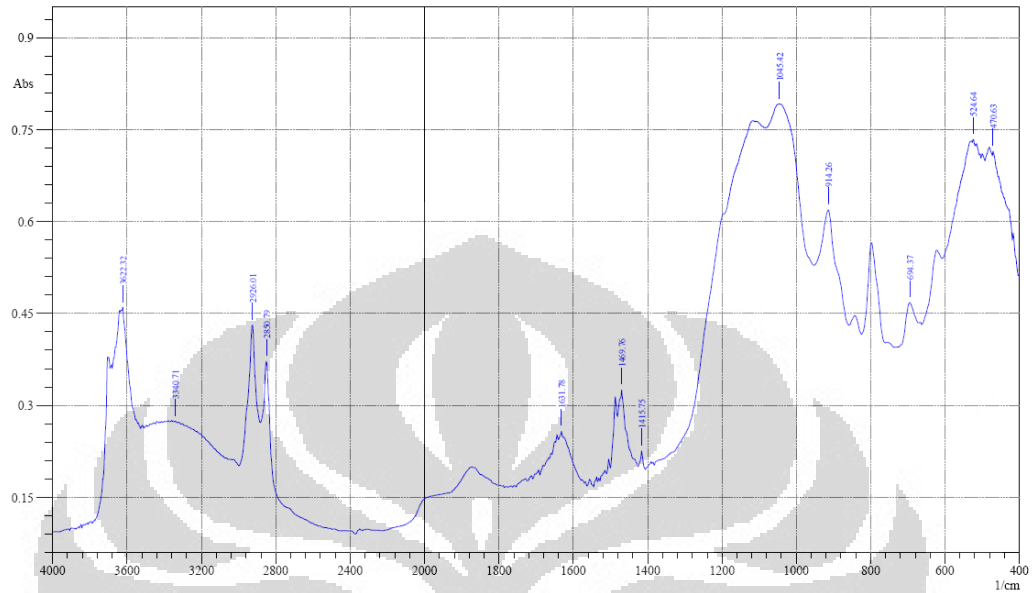
Standar $[\text{Cu(en)}_2]^{2+}$	Absorbansi
0,001 M	0,00233
0,002 M	0,00333
0,003 M	0,00415
0,004 M	0,00527

$$\text{KTK} = \text{Cu(en)}_2^{2+} \text{ total} - \text{Cu(en)}_2^{2+} \text{ tak terserap}$$

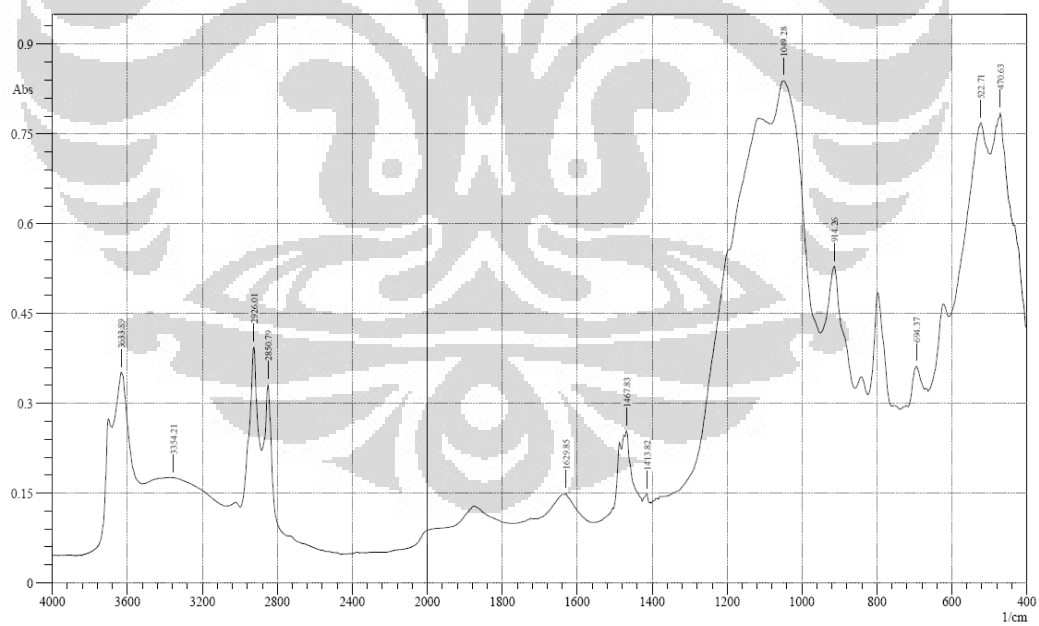
$$\text{Cu(en)}_2^{2+} = \frac{M \text{ Cu(en)}_2^{2+} \times V_{\text{total}} \times \text{muatan kompleks}}{0,1 \text{ gr}}$$

## LAMPIRAN 2

Data FTIR 0,5 KTK

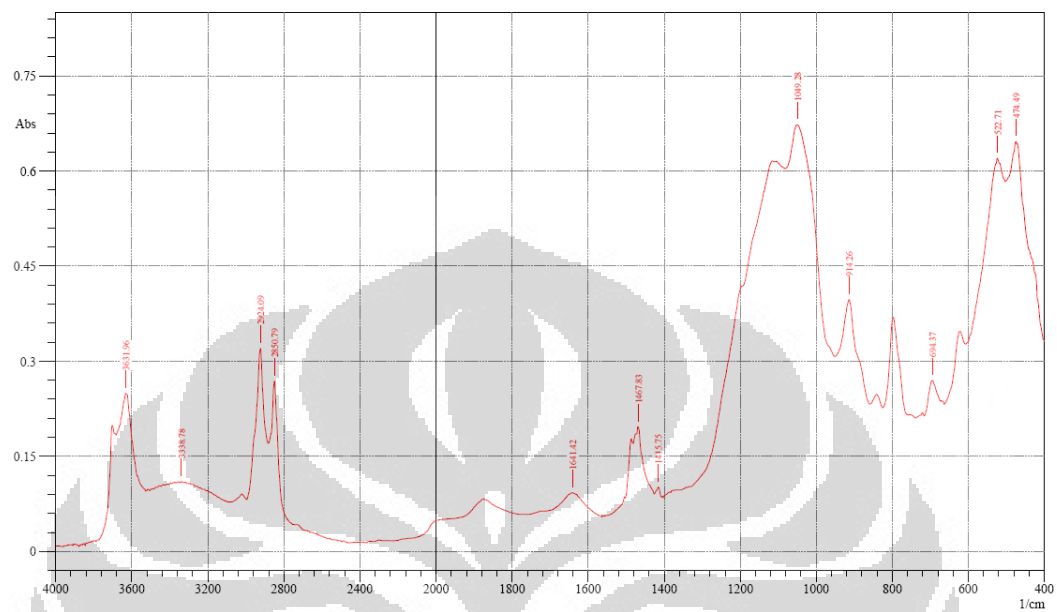


Data FTIR 1 KTK



## LAMPIRAN 3

## Data FTIR 2 KTK



#### LAMPIRAN 4

Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD polos

Fenol [mM]	I (mA)
0,2	0,00114
0,4	0,00127
0,6	0,00131
0,8	0,00146
1	0,00158

Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD+CP

Fenol [mM]	I (mA)
0,2	0,00107
0,4	0,00117
0,6	0,00121
0,8	0,00131
1	0,00162

Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 0,5 KTK+CP

(1:2)

Fenol [mM]	I (mA)
0,2	0,000976
0,4	0,00101
0,6	0,00109
0,8	0,00115
1	0,00135



### LAMPIRAN 5

Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 0,5 KTK+CP

(1:3)

Fenol [mM]	I (mA)
0,2	0,000879
0,4	0,00165
0,6	0,00204
0,8	0,00245
1	0,00312

Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 0,5 KTK+CP

(1:4)

Fenol [mM]	I (mA)
0,2	0,00115
0,4	0,00126
0,6	0,00139
0,8	0,00156
1	0,00168

Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 1 KTK+CP (1:3)

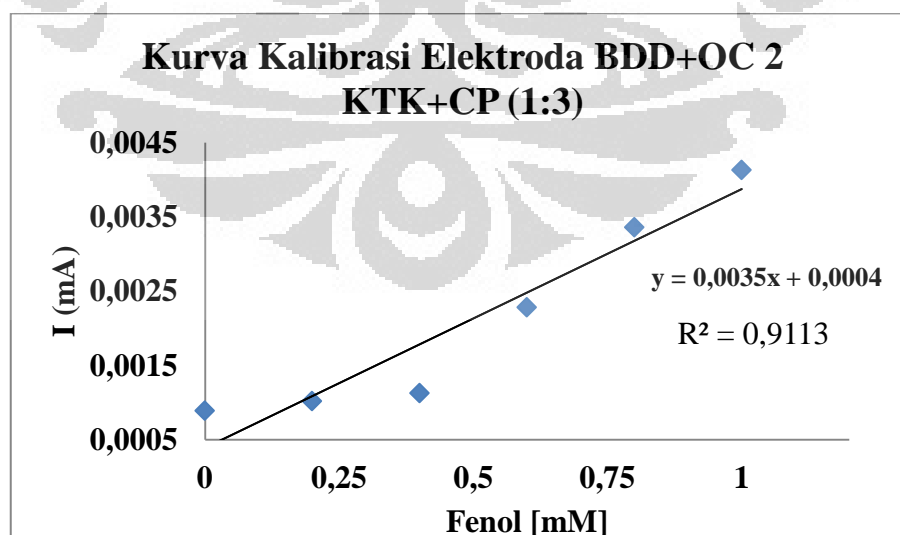
Fenol [mM]	I (mA)
0,2	0,00108
0,4	0,00224
0,6	0,00268
0,8	0,00281
1	0,00327

## LAMPIRAN 6

Data tinggi arus puncak oksidasi fenol pada elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3)

Fenol [mM]	I <sub>1</sub>	I <sub>2</sub>	I <sub>3</sub>	I rata-rata	Sn
0,0	0,00087	0,00089	0,00092	0,00089	0,00002
0,2	0,00098	0,00102	0,00106	0,00102	0,00003
0,4	0,00112	0,00114	0,00112	0,00113	0,00001
0,6	0,00214	0,00208	0,00262	0,00228	0,00024
0,8	0,00336	0,00338	0,00334	0,00336	0,00002
1,0	0,00430	0,00412	0,00397	0,00413	0,00014

Fenol [mM]	I (mA)
0	0,00089
0,2	0,00102
0,4	0,00112
0,6	0,00228
0,8	0,00336
1	0,00413



## LAMPIRAN 7

Penentuan batas deteksi (LOD) pada elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3)

Persamaan garis yang didapat dari hasil plot konsentrasi fenol terhadap arus yang dihasilkan

$$y = 0,00348x + 0,000394$$

Batas deteksi (LOD) ditentukan dengan

$$\text{LOD} = a + 3S_0$$

Dengan  $S_0$  merupakan standar deviasi untuk larutan tanpa larutan fenol

$$\text{LOD} = 0,000394 + 3 (0,0000201)$$

$$\text{LOD} = 0,000454$$

LOD yang diperoleh disubstitusikan sebagai nilai  $y$  pada persamaan garis

$$y = 0,00348x + 0,000394$$

sehingga didapat batas deteksi elektroda terhadap senyawa fenol adalah 0,017 mM.

## LAMPIRAN 8

Data tinggi arus fenol 0,2 mM pada elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3) sebanyak 10 kali pengukuran

Pengukuran	I (mA)
1	0,000957
2	0,00103
3	0,00115
4	0,00123
5	0,00123
6	0,00119
7	0,00118
8	0,00117
9	0,00114
10	0,00117

% RSD dapat diperoleh dari perhitungan :

$$\% \text{ RSD} = \frac{(\text{standar deviasi})}{\text{Arus rata - rata}} \times 100 \%$$

Untuk elektroda BDD+OC 2 KTK+CP (1:3)

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,0000822}{0,001145} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 0,07181 \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 7,181 \%$$

## LAMPIRAN 9

Data EDX Bentonit Alam

Test	C (%)	O (%)	Mg (%)	Al (%)	Si (%)	Ca (%)	Fe (%)
I	5,33	47,35	0,66	15,69	28,80	0,23	1,93
II	4,12	52,21	0,86	15,35	26,02	0,25	1,18
III	14,64	51,61	0,63	12,03	20,19	-	0,90

Data EDX Fraksi 2 Bentonit

Test	C (%)	O (%)	Mg (%)	Al (%)	Si (%)	Ca (%)	Fe (%)
I	7,53	49,14	0,63	14,66	26,36	-	1,68
II	4,59	52,72	0,72	15,14	25,13	0,24	1,23
III	4,67	52,10	0,64	12,87	28,10	0,14	1,49

Data EDX Na-MMT

Test	C (%)	O (%)	Na (%)	Mg (%)	Al (%)	Si (%)	Fe (%)
I	3,69	52,78	0,92	0,60	10,73	30,61	0,68
II	4,22	54,38	0,59	0,65	11,15	27,83	1,18
III	5,58	50,45	0,61	0,42	14,50	27,57	0,88