

Pengaruh Kecepatan Pengadukan dan Waktu Kontak Terhadap Penyerapan Fenol Menggunakan Adsorben C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena Hasil Sintesis Limbah Minyak Kayu Manis (*Cinnamomum burmanii*)

Dewi Kristina¹, Sri Benti Etika^{*2}, Edi Nasra³, Budhi Oktavia⁴

^{1,2,3,4}Departemen Kimia, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang Jln. Prof.Dr.Hamka Air Tawar Padang, Indonesia

*sribentietika67@gmail.com

Abstract — Phenol is included in hazardous waste so that its presence in the environment needs to be controlled. Phenol contaminated water can cause liver damage, diarrhea, dark urine, and red blood cell breakdown. To overcome this environmental problem, the adsorption method can be applied using synthesized compounds such as C-CinnamalCalix[4]Resorcinararene (CCCR). CCCR is a derivative of Calix[4]Resorcinararene which can act as a host for cations, anions, and neutral molecules. It has a unique shape that has an active group, which can form hydrogen bonding with phenol solution. The purpose of this study was to determine the optimum conditions with variation in stirring speeds of 50, 100, 150, 200, and 250 rpm and contact times of 45, 60, 75, 105, and 150 minutes. Phenol was analyzed using a UV-Vis spectrophotometer (Specord 210). Adsorption phenol with CCCR obtained optimum conditions at stirring speeds of 200 rpm with an adsorption capacity of 2.016 mg/g and contact times of 60 minutes with an adsorption capacity of 2.079 mg/g.

Keywords — Phenol adsorption, C-CinnamalCalix[4]Resorcinararene (CCCR), Batch method

I. PENDAHULUAN

Kebutuhan masyarakat yang tinggi akan produk-produk hasil industri menjadi dasar atas meningkatnya kegiatan industri di daerah perkotaan. Limbah kimia yang dihasilkan umumnya terdiri dari zat warna, logam berat, dan fenol yang berbahaya bagi makhluk hidup dan lingkungan[1].

Organisasi kesehatan dunia serta Indonesia telah membuat peraturan mengenai pembuangan limbah fenol ke perairan dengan konsentrasi berada dibawah 1ppm[2]. Fenol memiliki bau yang khas berbentuk kristal tak berwarna dengan nama lain asam karbolat. Secara alami, senyawa fenol dapat ditemukan di perairan pada daerah pertambangan batu bara atau minyak bumi. Limbah hasil industri yang terdeteksi mengandung fenol diantaranya yaitu limbah farmasi, plastik, cat, kertas, serta produk hasil kayu[3].

Terpapar fenol dengan konsentrasi rendah berkepanjangan dapat memicu kanker pernapasan, kegagalan fungsi hati, dan penyakit imunitas. Efek paparan fenol pada hewan menunjukkan terjadinya retardasi pertumbuhan, perkembangan abnormal pada keturunannya, serta penurunan berat janin[4].

Teknologi yang diterapkan untuk menghilangkan fenol pada limbah industri digolongkan menjadi metode konvensional dan metoda modern. Metode konvensional

yang telah diterapkan yaitu destilasi uap[5], adsorpsi[6], ekstraksi cair-cair[7], oksidasi uap[8], dan biodegradasi[9]. Sedangkan metode modern yang telah diterapkan yaitu oksidasi elektrokimia[10], UVH₂O₂[11], ozonisasi, reaksi Fenton[12], membran[13], dan secara enzimatik. Namun metode modern ini membutuhkan biaya lebih dan banyak menggunakan bahan kimia[14]. Metode alternatif yang masih berkembang sampai saat ini dalam pengolahan limbah yaitu metode adsorpsi.

Adsorpsi merupakan suatu teknik pemisahan suatu senyawa dari larutan yang nantinya akan terdeposisi pada permukaan padatan dan bidang kontak antara padatan dengan larutan[15]. Proses adsorpsi terjadi saat molekul padatan, cair atau gas dikontakkan dengan adsorbat, sehingga ada gaya yang bekerja didalamnya yaitu gaya hidrostatis atau gaya kohesif serta gaya diantara molekul yang disebut gaya ikatan hidrogen. Selain gaya-gaya tersebut ada beberapa gaya yang tidak seimbang yang terjadi saat adsorben dikontakkan dengan adsorbat, sehingga ada molekul fluida yang terserap tetapi tidak melekat pada permukaan adsorben[16].

Salah satu adsorben yang dapat dimanfaatkan yaitu senyawa hasil sintesis seperti kaliksarena, yang mana kaliksarena itu sendiri merupakan makromolekul sintetik senyawa aromatis yang tersusun membentuk oligomer siklis dengan senyawa methilen yang bertindak sebagai

jembatan penghubungnya. Reaksi antara resorsinol dengan aldehid menggunakan katalis asam merupakan metode untuk mensintesis Kaliks[4]Resorsinarena, yang mana Kaliks[4]Resorsinarena ini merupakan turunan dari Kaliksarena[17].

Kaliks[4]Resorsinarena serta turunannya dapat dijadikan sebagai molekul induk untuk anion, kation, dan molekul netral karena bentuk molekul yang unik seperti vas bunga dengan gugus aktif di sekelilingnya. Reaksi antara sinamaldehid dengan resorsinol akan membentuk senyawa makromolekul berupa C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena (CSKR) yang merupakan kaliksarena turunan dari Kaliks[4]Resorsinarena[18].

Pemanfaatan senyawa C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena sebagai adsorben telah dilakukan oleh [19] untuk penyerap kation logam berat Cu^{2+} , serta Pb^{2+} , Cd^{2+} telah dilakukan oleh [20], dan Cr^{3+} [21]. Penggunaan senyawa C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena sebagai adsorben Methanil Yellow[22] dan Rhodamin B[23] juga telah dilakukan. Sehingga peneliti tertarik untuk mengkaji pemanfaatan senyawa C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena hasil sintesis limbah minyak kayu manis (*Cinnamomum burmannii*) sebagai adsorben fenol.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas, kertas saring, ayakan 75 μm , pH meter (Hanna Instruments HI 2211/ORP Meter), shaker, neraca analitik (ABS220-4), spektrofotometer UV-Vis (Specord 210), dan FTIR (Perkin Elmer Universal ATR Sampling Accessorg 735 B). Sedangkan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah senyawa CSKR, fenol, aquades, NaOH 0,1 M, dan HNO_3 0,1 M.

B. Prosedur Kerja

1. Karakterisasi menggunakan FTIR

Gugus fungsi pada senyawa CSKR dilihat menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR, Nicolet 5700, USA).

2. Mencari (λ) maksimum penyerapan Fenol

Larutan fenol 50 mg/L diukur adsorbansinya pada panjang gelombang 200-400 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Adsorbansi tertinggi pada panjang gelombang tertentu menunjukkan panjang gelombang maksimum. Panjang gelombang maksimum ini akan digunakan dalam penentuan konsentrasi pada variabel yang akan diujikan.

3. Penentuan Kecepatan Pengadukan Optimum

Sebanyak 25 mL larutan fenol dengan konsentrasi 50 mg/L pada pH 3 dikontakkan dengan 0,2 gram adsorben. Larutan kemudian di *shaker* selama 60 menit pada variasi kecepatan pengadukan 50, 100, 150, 200, dan 250 rpm. Setelah itu larutan disaring dan ditampung filtratnya untuk diukur konsentrasi fenol yang tidak diserap menggunakan

spektrofotometer UV-Vis, diperoleh kecepatan pengadukan optimum.

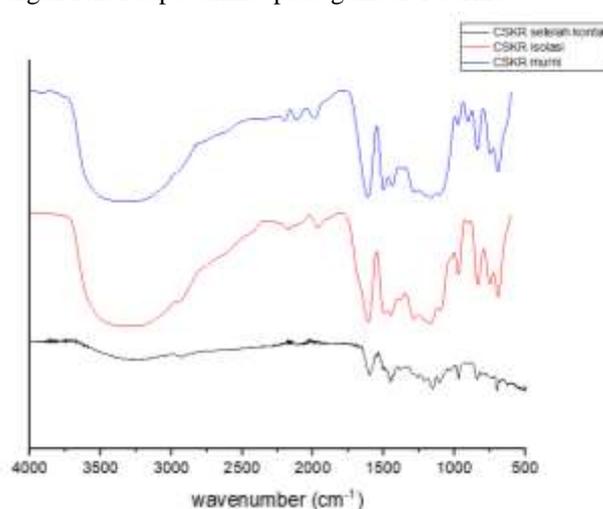
4. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Sebanyak 25 mL larutan fenol dengan konsentrasi 50 mg/L pada pH 3 dikontakkan dengan 0,2 gram adsorben. Lalu di *shaker* pada kecepatan pengadukan optimum selama variasi waktu kontak 45, 60, 75, 105, dan 150 menit. Setelah itu, larutan disaring dan ditampung filtratnya untuk diukur konsentrasi fenol yang tidak diserap menggunakan spektrofotometer UV-Vis, diperoleh waktu kontak optimum.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Karakterisasi FTIR

Spektroskopi FTIR adalah salah satu instrumen yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada CSKR. Adapun data analisis instrumen terhadap adsorben CSKR murni, CSKR hasil sintesis dari sinamaldehid isolasi serta CSKR setelah dikontakkan dengan fenol dapat dilihat pada gambar 1 berikut.



Gambar 1. Hasil FTIR dari Adsorben CSKR Hasil Sintesis Sinamaldehid Murni dan Sinamaldehid Isolasi serta CSKR Hasil Sintesis dari Sinamaldehid Isolasi setelah pengontakkan.

Hasil yang didapatkan menunjukkan adanya gugus OH^- pada bilangan gelombang 3306.68 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1610.56 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus $\text{C}=\text{C}$ aromatis dan $\text{C}=\text{C}$ bending ditunjukkan pada bilangan gelombang 971.98 - 836.05 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1110 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi $\text{O}=\text{S}=\text{O}$ (SO_2) yang menunjukkan adanya gugus SO_3H pada senyawa CSKR. Hasil karakterisasi FTIR CSKR tersebut menunjukkan interpretasi yang mirip dengan hasil FTIR CSKR yang dilakukan oleh [14]. Senyawa CSKR hasil sintesis dari sinamaldehid isolasi sebelum dikontakkan dan setelah dikontakkan dengan fenol mengalami pergeseran bilangan gelombang yang dapat dilihat pada gambar 1. Nilai pergeseran bilangan gelombang tercantum pada tabel 1.

TABEL I
PERGESERAN BILANGAN GELOMBANG GUGUS FUNGSI

	CSKR Murni	CSKR Isolasi	CSKR Isolasi setelah Pengontakan
O-H	3339.51	3306.68	3249.15
C=C aromatis	1612.23 & 1499.92	1610.56 & 1495.95	1600.94 & 1451.46
C=C bending	975.06 – 839.43	971.98 – 836.05	973.10 – 840.98
O=S=O	1108.04	1110	1154.42

Pergeseran bilangan gelombang gugus fungsi ini juga disertai dengan kenaikan nilai persen transmittan dari CSKR isolasi setelah pengontakan dengan fenol. Besarnya nilai persen transmittan dapat dilihat pada tabel 2.

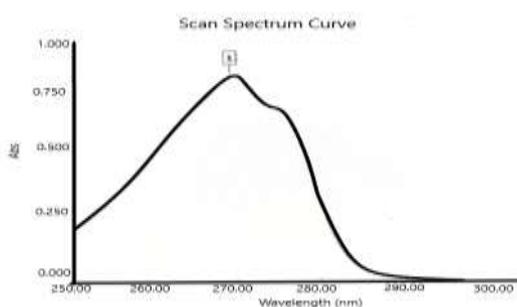
TABEL III
NILAI PERSEN TRANSMITTAN ADSORBEN CSKR

	CSKR Murni	CSKR Isolasi	CSKR Isolasi setelah Pengontakan
O-H	1.76	1.86	74.24
C=C aromatis	11.58	12.60	61.00
C=C bending	44.35	44.65	58.07
O=S=O	6.45	14.61	50.19

Berdasarkan tabel 1 dan 2 diatas, dapat dilihat gugus fungsi yang mengalami penyerapan adalah O-H, C=C aromatis, C=C bending, serta O=S=O yang terdapat dalam adsorben CSKR. Terjadinya pergeseran serapan di berbagai gugus fungsi serta diikuti dengan naiknya nilai persen transmittan pada CSKR ini menandakan bahwa gugus fungsi pada adsorben CSKR ini telah berikatan dengan senyawa fenol.

B. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fenol

Penentuan panjang gelombang maksimum fenol bertujuan untuk mengetahui daerah serapan yang ditunjukkan berupa nilai adsorbansi. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan mengukur larutan fenol konsentrasi 50 mg/L pada rentang 200-400 nm. Berdasarkan hasil analisis spektrofotometer UV-Vis didapatkan panjang gelombang penyerapan fenol yaitu 269 nm. Dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Bilangan gelombang maksimum fenol

C. Penentuan Kecepatan Pengadukan Optimum

Kecepatan pengadukan termasuk faktor penting yang mempengaruhi besarnya kapasitas serapan dari suatu adsorben. Penentuan kecepatan pengadukan optimum ini dilakukan pada pH 3 dengan konsentrasi 50 mg/L serta massa adsorben sebesar 0.2 gram. Variasi kecepatan pengadukan dilakukan pada 50, 100, 150, 200, dan 250 rpm.

Hubungan antara kecepatan pengadukan dengan kapasitas serapan dari CSKR dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap penyerapan fenol oleh adsorben CSKR

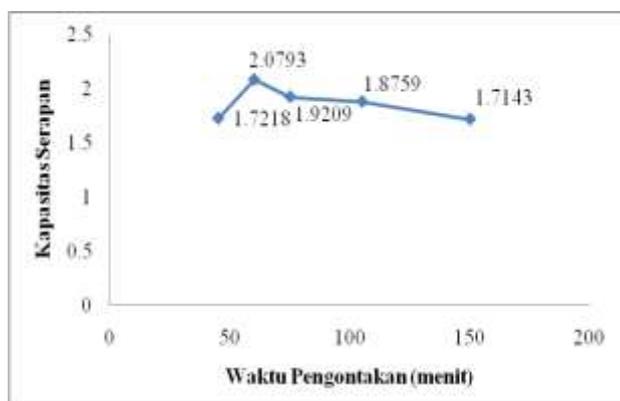
Berdasarkan gambar 3 diatas, terlihat bahwa kecepatan pengadukan mempengaruhi penyerapan fenol oleh adsorben. Kapasitas serapan tertinggi didapatkan pada kecepatan pengadukan 200 rpm yaitu sebesar 2.016 mg/g adsorben. Dapat dilihat dari grafik diatas bahwa kenaikan kapasitas serapan diiringi oleh kecepatan pengadukan yang semakin besar, hal ini dikarenakan semakin besarnya kecepatan pengadukan maka kemungkinan adsorben untuk berkontak dengan adsorbat akan semakin besar pula.

Penurunan kapasitas serapan terjadi pada kecepatan pengadukan paling tinggi yaitu pada 250 rpm dengan kapasitas serapan sebesar 1.776 mg/g. Hal ini dapat terjadi karena pada saat kecepatan pengadukan semakin besar maka kemungkinan adsorben berkontak dengan adsorbat akan semakin besar pula. Namun kemungkinan adsorben akan menyerap adsorbat juga lebih cepat sehingga sisi aktif dari adsorben akan jenuh lebih cepat yang mengakibatkan adsorben tidak bisa lagi menyerap fenol. Karena molekul adsorbat tidak keseluruhan berikatan dengan sisi aktif adsorben sehingga sebagian adsorben akan melepaskan adsorbat yang menyebabkan terjadinya penurunan kapasitas serapan setelah kondisi optimum[24].

D. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Waktu pengontakan adsorben di dalam adsorbat merupakan salah satu faktor yang menentukan proses adsorpsi. Penentuan waktu kontak optimum ini dilakukan pada pH 3 dengan konsentrasi 50 mg/L serta massa adsorben sebesar 0.2 gram. Variasi waktu kontak dilakukan selama 45, 60, 75, 105, dan 150 menit dengan kecepatan pengadukan optimum sebesar 200 rpm.

Hubungan antara waktu kontak dengan kapasitas serapan dari CSKR dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Pengaruh waktu kontak terhadap penyerapan fenol oleh adsorben CSKR

Berdasarkan gambar 4 diatas, dapat dilihat pada waktu pengontakan 45 menit didapatkan kapasitas serapan sebesar 1.7218 mg/g. Kemudian terjadi peningkatan kapasitas serapan pada waktu pengontakan 60 menit sebesar 2.079 mg/g. Kemudian pada waktu pengontakan 75 sampai 150 menit kemampuan adsorpsi cenderung menurun dengan kapasitas serapan berturut-turut sebesar 1.921 mg/g, 1.876 mg/g, dan 1.714 mg/g.

Kenaikan kapasitas serapan dapat terjadi karena pada waktu pengontakan 45 menit, permukaan adsorben belum sepenuhnya jenuh, masih ada sisi aktif pada permukaan adsorben yang belum mengikat adsorbat. Kemudian pada waktu kontak 60 menit proses adsorpsi telah mencapai kesetimbangan karena anion fenolat dapat dengan mudah berikatan dengan sisi aktif adsorben yang belum jenuh saat awal pengontakan. Penurunan kapasitas serapan terjadi pada waktu kontak 75, 105, dan 150 menit, hal ini disebabkan karena adsorben telah melewati waktu kesetimbangan yang menyebabkan sebagian anion fenolat yang telah terikat pada adsorben menjadi terlepas kembali akibat waktu kontak yang melebihi batas optimum.

IV. KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat diambil dari hasil penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Kapasitas serapan optimum berdasarkan variasi kecepatan pengadukan 50, 100, 150, 200, dan 250 rpm dengan pH 3 serta konsentrasi 50 mg/L dikontakkan dengan 0.2 gram CSKR selama 60 menit sebesar 2.016 mg/g pada kecepatan pengadukan 200 rpm.
2. Kapasitas serapan optimum berdasarkan variasi waktu kontak 45, 60, 75, 105, dan 150 menit dengan pH 3 serta konsentrasi 50 mg/L dikontakkan dengan 0.2 gram CSKR pada kecepatan pengadukan optimum 200 rpm sebesar 2.079 mg/g.
3. Adsorben C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena (CSKR) dapat dimanfaatkan sebagai penyerap limbah berbahaya salah satunya adalah fenol.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada Bapak/Ibu dosen yang telah membimbing dan memberi masukan pada penelitian ini. Serta terimakasih kepada pihak laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang yang telah memberikan dukungan pada penelitian ini.

REFERENSI

- [1] Singh, S., Parveen, N., Gupta, H. (2018). Adsorptive Decontamination of Rhodamine-B from Water using Banana Peel Powder. *Environmental Technology and Innovation*, 189-195.
- [2] Slamet, D. (2008). *Modifikasi Zeolit Alam Lampung dengan Fotokatalis TiO₂ melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Fenol*. Depok: Universitas Indonesia.
- [3] Kumar, N.S., Asif, M., Al-Hazza, M.I. (2018). Adsorptive Removal of Phenolic Compounds from Aqueous Solutions using Pine Cone Biomass: Kinetics and Equilibrium Studies. *Environmental Science and Pollution Research*, 25, 21949-21960.
- [4] Aufa, R. (2017). *Teknik Penyisihan Fenol dari Air Limbah*. Skripsi. Bandung: ITB.
- [5] Sklavos S, G.G. (2015). Use of Solar Distillation for Olive Mill Wastewater Drying and Recovery of Polyphenolic Compounds. *J Environ Manag*, 162, 46-52.
- [6] Mukherjee R, D.S. (2014). Adsorptive Removal of Phenolic Compounds using Cellulose Acetate Phthalate-Alumina Nanoparticle Mixed Matrix Membrane. *J Hazard Mater*, 500, 8-19.
- [7] Abbasi A.e.a. (2014). Cloud Point Extraction of Phenolic Compounds from Pretreated Olive Mill Wastewater. *J Environ Chem Eng*, 2, 1480-6.
- [8] Espinosa de Los Monteros A.e.a. (2015). Catalytic wet Air Oxidation of Phenol Over Metal Catalyst (Ru, Pt) supported on TiO₂-CeO₂ Oxides. *Catal Today*, 258(2), 564-9.
- [9] Rafiei B.e.a. (2014). Bio-Film and Bio-Entrapped Hybrid Membrane Bioreactor in Wastewater Treatment: Comparison of Membrane. *Desalination*, 337(1), 16-22.
- [10] Tasic Z.e.a. (2014). The Mechanism and Kinetics of Degradation of Phenolics in Wastewater using Electrochemical Oxidation. *Int J Electrochem Sci*(9), 3473-90.
- [11] Karci A.e.a. (2013). Degradation and Detoxification of Industrially Important Phenol Derivates in Water by Direct UV-C Photolysis and H/UV-C Process: A comparative Study. *Chem Eng J*, 224(1), 4-9.
- [12] Amor C.e.a. (2015). Combined Treatment Olive Mill Wastewater by Fenton's Reagent and Anaerobic Biological Process. *J Environ Sci Health*, 50, 161-8.
- [13] Loh CH.e.a. (2016). Composite Hollow Fiber Membranes with Different Polydimethylsiloxane Intrusions Into Substrate for Phenol Removal via Extractive Membrane Bioreactor. *J Membr Sci*, 500.
- [14] Sardjono.r. (2007). *Sintesis dan Penggunaan Tetramer Siklis Seri Kaliksresorsinarena, Alkoksikaliksarena, dan Alkenikaliksarena Untuk Adsorpsi Kation Logam Berat*. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- [15] Sarker, T.C., Azam, S.S., El-Gawad, A.M., A. Gaglione, S., & Bonanomi, G. (2017). Sugarcane Bagasse: A Potential Low-Cost Biosorbent for The Removal of Hazardous Materials. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 19, 2343-2362.
- [16] Ginting, P. (2007). *Sistem Pengelolaan Lingkungan dan Limbah Industri*. Bandung: Yrama Widya.
- [17] Sardjono, R., Dwiyanti, G., Aisyah, S., & Khoerunnisa, F. (2012). Sintesis Kaliks[4]Resorsinarena dari Minyak Kayu Manis dan Penggunaannya Untuk Ekstraksi Fasa Padat Logam Berat Hg(II) dan Pb(II). *Jurnal Pengajaran Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 12(1).
- [18] Etika, S.B., Nasra, E., Hafids, A., & Sari, T.K. (2019). Utilization of C-CinnamalCalix[4]Resorsinarena as Adsorbent for Rhodamine-B and Methanil Yellow. *Advances in Biological Sciences Research*, 10.
- [19] Rilaztika, I. (2017). *Sintesis dan Karakterisasi C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena dari Minyak Kayu Manis untuk Kapasitas Retensi Ion Cu(II)*. Padang: Universitas Negeri Padang.

- [20] Nurlaili,(2011).Elongating Conjugated System of Cinnamaldehyde and Its Activity Evaluation as Sunscreen Active Agent.*Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*,7,22-27.
- [21] Susanti,Y.(2019).Sintesis dan Karakterisasi Senyawa C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena (CSKR) menggunakan Minyak Kayu Manis (*Cinnamomum burmanii*) sebagai Adsorben Ion Logam Berat Cr³⁺.*Skripsi*.Padang:Universitas Negeri Padang.
- [22] Aminullah.(2020).Optimasi Senyawa C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena (CSKR) sebagai Adsorben Metanil Yellow.*Skripsi*.Padang:Universitas Negeri Padang.
- [23] Septiana,R.(2020).Optimasi Senyawa C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena (CSKR) sebagai Adsorben Rhodamin B.*Skripsi*.Padang:Universitas Negeri Padang.
- [24] Syafrianda,I.,Yenie,E.,& Daud,S.(2017).Pengaruh Waktu Kontak dan Laju Pengadukan terhadap Adsorpsi Zat Warna pada Air Gambut menggunakan Adsorben Limbah Biosolid Land Application Industri Minyak Kelapa Sawit.*Jom FTEKNIK*,4(2),1-6.