



**SINTESIS CuO/SILIKA GEL DARI PASIR KUARSA DAN  
APLIKASINYA PADA REAKSI OKSIDASI FENOL**

Skripsi

diajukan sebagai salah satu syarat  
untuk Memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia

oleh

Ari Setiani

4311411018

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG  
2015**

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan dihadapan sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang

Semarang, 5 Agustus 2015

Pembimbing I



Nuni Widiarti, S.Pd., M.Si

NIP. 197810282006042001

Pembimbing II



Dr. Nanik Wijayati, M.Si

NIP. 196910231996032002

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.

Semarang, 18 Agustus 2015



Asani Arinal Haq  
4311411019

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Sintesis CuO/Silika Gel Dari Pasir Kuarsa dan Aplikasinya Pada Reaksi  
Oksidasi Fenol

disusun oleh :

Ari Setiani

4311411018

telah dipertahankan di hadapan Panitia Sidang Ujian Skripsi Jurusan Kimia  
Fakultas Marematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang  
pada tanggal 10 Agustus 2015



Ketua  
Prof. Dr. Wijanto, M.Si.  
NIP. 196310121988031001

Sekretaris  


Dra. Woro Sumarni, M.Si  
NIP. 196507231993032001

Ketua Penguji  

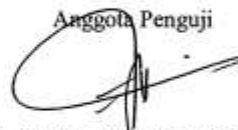

Drs. Kasmui, M.Si  
NIP. 196602271991021001

Anggota Penguji/

Pembimbing



Nuni Widiarti, S.Pd, M.Si  
NIP. 197810282006042001

Anggota Penguji  


Dr. Nanik Wijayati, M.Si  
NIP. 196910231996032002

## **MOTTO**

**“Sesungguhnya setelah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari suatu urusan) kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain”**

**(QS. Al-Insyirah : 6-7)**

**“You see, God helps only people who work hard. That principle is very clear.”**

**(Dr APJ Abdul Kalam)**

## **PERSEMBAHAN**

Mamak dan Bapak tercinta yang dengan tulus memberikan kasih sayang, semangat, dan dorongan pada setiap langkah ini.

Mas dan mbak yang selalu memberikan semangat menyelesaikan skripsi ini.

Bu Nuni dan Bu Nanik yang senantiasa selalu membimbing disetiap tahap ini.

Almamater dan teman-teman seperjuangan, dan semua pembaca yang bersedia meluangkan waktunya untuk membaca tulisan ini.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala nikmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis CuO/Silika Gel Dari Pasir Kuarsa dan Aplikasinya Pada Reaksi Oksidasi Fenol”.

Skripsi ini disusun sebagai syarat untuk mencapai gelar sarjana Sains program studi kimia di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Pada kesempatan ini, perkenankanlah penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan skripsi ini. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. Fathur Rokhman, M.Hum selaku Rektor Universitas Negeri Semarang
2. Prof. Dr. Wiyanto, M.Si selaku Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang
3. Dra. Woro Sumarni, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang
4. Nuni Widiarti, S.Pd, M.Si selaku dosen pembimbing 1 yang telah memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis
5. Dr. Nanik Wijayati, M.Si selaku dosen pembimbing 2 yang telah memberikan arahan, masukan, serta dukungan kepada penulis
6. Drs. Kasmui, M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan, masukan, serta dukungan kepada penulis

7. Bapak dan Ibu dosen di Jurusan Kimia yang telah memberikan dukungan dan ilmu pengetahuan
8. Segenap Karyawan dan Staf Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan dukungan kepada penulis
9. Teman – teman seperjuangan Kimia 2011 serta Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini.

Demikian ucapan terima kasih dari penulis, semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat dan kontribusi positif bagi para pembaca dan perkembangan ilmu pengetahuan.

Semarang, 10 Agustus 2015

Penulis

## ABSTRAK

Ari Setiani. 2015. **Sintesis CuO/Silika Gel Dari Pasir Kuarsa Dan Aplikasinya Pada Reaksi Oksidasi Fenol**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing : Nuni Widiarti, S.Pd., M.Si.

**Kata kunci** : Silika gel, XCuO/Silika gel, Oksidasi fenol.

Telah dilakukan sintesis silika gel dan XCuO/Silika gel dari pasir kuarsa yang selanjutnya diuji sifat katalitiknya pada reaksi oksidasi fenol. Sintesis silika gel dilakukan dengan metode sol-gel. XCuO/Silika gel disintesis dengan metode impregnasi oksida logam CuO dengan variasi loading 1, 2, 4, dan 8 % (b/b). Katalis silika gel dan XCuO/Silika gel dikarakterisasi kristalinitasnya dengan difraksi sinar-X dan analisis luas permukaan dengan metode BET. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa katalis silika gel dan XCuO/Silika gel mempunyai fasa amorf. Hasil pengukuran luas permukaan dengan metode BET pada katalis silika gel dan 4 % CuO/Silika Gel sebesar 222, 068 dan 92, 466 m<sup>2</sup>/g. Aktivitas katalitik katalis silika gel dan XCuO/Silika gel pada reaksi oksidasi fenol telah dilakukan pada semua katalis dengan metode pemanasan microwave. Konversi dan selektivitas produk tertinggi terdapat pada katalis 4% CuO/Silika gel dengan oksidan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pada daya 320 W selama 3 menit yaitu sebesar 11, 56% dan 43, 01%.



## ABSTRACT

Ari Setiani. 2015. **The Synthesis Of CuO/ Silica Gel From Quarts And The Use On The Phenol Oxidation Reaction.** Minithesis. Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Science, Semarang State University

**Keywords** : Silica Gel, XcuO/Silica Gel. Phenol Oxidation.

A synthesis of silica gel and XCuO/ silica gel from quartz was conducted, then its catalytic characteristic on the phenol oxidation reaction was tested. The synthesis of the silica gel was done by using sol-gel methods. XCuO/Silica gel is synthesized with impregnate method of metal oxide CuO with loading variance of 1, 2, 4 and 8% (w/w). Silica gel catalyst and XCuO/ Silica Gel was characterized using XRD to result crystallinity and an analysis of the surface area with BET. The result of the XRD characterization showed that silica gel catalyst and XCuO/ Silica Gel had an amorphous phase. The result of the surface area measurement by using BET methods on silica gel catalyst and 4% CuO/ Silica Gel 222, 068 and 92, 466 m<sup>2</sup>/g. The catalytic activity of the silica gel catalyst and XCuO/ Silica Gel on the phenol oxidation reaction had been done to all catalysts by using microwave heating methods. The highest conversion and selectivity product is in the 4% CuO/Silica Gel catalyst with oxidant H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> on the 320 W power for 3 minutes is 11, 56% and 43, 01%.

## DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR .....	vi
ABSTRAK .....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I : PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Manfaat Penelitian .....	4
BAB II : TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Silika Gel dari Pasir Kuarsa.....	5
2.2 Tembaga dan Oksida Tembaga.....	8
2.3 Oksidasi Fenol .....	9
2.4 Microwave .....	10
2.5 Instrumentasi.....	11
2.5.1 Difraksi Sinar X .....	11
2.5.2 Adsorpsi Nitrogen .....	13
2.5.3 Kromatografi Gas dan <i>GC-MS</i> .....	16
BAB III : METODE PENELITIAN	
3.1 Lokasi Penelitian.....	18

3.2	Populasi dan Sampel .....	18
3.3	Variabel Penelitian .....	18
3.4	Alat dan Bahan .....	19
3.5	Prosedur Penelitian .....	20
<b>BAB IV : HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1	Pembuatan Silika Gel dari Pasir Kuarsa .....	23
4.2	Preparasi Katalis CuO/Silika Gel .....	25
4.3	Hasil Karakterisasi Silika Gel dan CuO/Silika Gel .....	26
4.4	Uji Sifat Katalitik Katalis CuO/Silika Gel pada Reaksi Oksidasi Fenol .....	31
<b>BAB V : PENUTUP</b>		
5.1	Simpulan .....	42
5.2	Saran .....	42
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>		
<b>LAMPIRAN</b>		

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1 Perbandingan luas permukaan katalis.....	30
4.2 Analisis kromatogram peak oksidasi fenol katalis 4% CuO/Silika gel dengan kondisi daya 320 W selama 3 menit.....	33
4.3 Analisis kromatogram peak oksidasi fenol waktu reaksi 3 menit dengan daya 160 W.....	35
4.4 Konversi dan selektivitas hasil reaksi oksidasi fenol pada optimasi daya microwave.....	35
4.5 Konversi dan selektivitas hasil reaksi oksidasi fenol dengan oksidan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> pada optimasi jenis katalis, dengan waktu reaksi 3 menit dan daya 320 W.....	37

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Susunan Tetrahedral SiO <sub>4</sub> pada Silika Gel.....	6
2.2 Reaksi oksidasi fenol.....	9
2.3 Difraksi sinar X.....	13
2.4 Tipe grafik adsorpsi isothermal berdasarkan IUPAC.....	15
2.5 Isoterm adsorpsi N <sub>2</sub> pada suhu 77 K untuk Silika Gel 60 (Merck).....	15
2.6 Skema peralatan Kromatografi Gas.....	16
4.1 XCuO/Silika Gel hasil impregnasi (X= 1, 2, 4, dan 8%)....	25
4.2 Silika gel dan XCuO/Silika gel hasil sintesis setelah kalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam. (X = 1 (B), 2 (C), 4 (D), dan 8 (E)%)......	26
4.3 Pola difaktogram XRD Silika gel , 1% CuO/Silika gel, 2% CuO/Silika gel, 4% CuO/Silika gel dan 8% CuO/Silika gel.....	27
4.4 Pola difraktogram XRD Silika xerogel.....	28
4.5 Pola kromatogram (A) fenol sebelum reaksi (B) hasil reaksi oksidasi fenol dengan katalis 4% CuO/Silika gel.....	32

4.6 Hasil analisa GC-MS katalis 4% CuO/Silika gel dengan kondisi daya 320 W selama 3 menit.....	33
4.7 Hasil analisa GC-MS waktu reaksi 3 menit dengan daya 160 W.....	34
4.8 Konversi dan selektivitas, hasil uji katalitik 4% CuO/Silika gel dengan variasi daya microwave 160, 320, dan 480 W.....	36
4.9 Grafik konversi produk hasil reaksi oksidasi fenol pada optimasi katalis.....	38
4.10 Mekanisme reaksi oksidasi fenol dengan sisi aktif Cu <sup>2+</sup> ....	40

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema cara kerja .....	46
2. Perhitungan pembuatan larutan.....	52
3. Hasil XRD.....	53
4. Hasil karakterisasi luas permukaan dengan metode BET .....	55
5. Hasil analisa dengan kromatografi gas .....	58
6. Hasil analisa dengan GC-MS .....	69
7. Dokumentasi .....	70

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Teknologi katalis merupakan teknologi yang sedang berkembang dengan pesat baik dalam bidang industri maupun akademik. Katalis sangat dibutuhkan di bidang industri karena banyak produk bahan kimia dihasilkan dari reaksi yang menggunakan katalis. Katalis yang digunakan dapat berupa katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen dapat berupa katalis logam tunggal, oksida logam serta katalis berpenyangga (Lubis, 2009).

Oksidasi fenol adalah reaksi yang sangat penting dari sudut pandang industri, karena menghasilkan hydroquinone dan katekol, bahan awal yang penting dalam produksi bahan kimia untuk digunakan dalam agrokimia, farmasi, flavors dan esens aromatik. Sejauh ini, sebagian besar metode yang tersedia untuk produksi katekol, hydroquinone dan asam mukonik tidak selektif atau memberikan hasil yang rendah. Hasil ini menyebabkan adanya penelitian berlanjut dari potensial katalis yang akan digunakan dalam oksidasi fenol (Rocha *et al* , 2003).

Beberapa penelitian yang telah dilaporkan, tembaga, baik sebagai ion logam maupun sebagai oksida logam, mempunyai peran sebagai sisi aktif pada reaksi oksidasi fenol. Wardhani *et al.*, (2008) melaporkan katalis silika mesopori terpillar Cu(II) digunakan untuk oksidasi fenol. Larutan fenol dioksidasi dengan



berbagai macam logam (Cu dan Co) yang diembankan pada alumina. Logam yang menghasilkan hasil oksidasi terbaik adalah CuO.

Penggunaan katalis heterogen dalam reaksi oksidasi fenol telah dipilih oleh para ilmuwan dibanding dengan katalis homogen karena katalis heterogen mudah dipisahkan dari reaktan dan produknya, serta dapat digunakan lagi untuk reaksi berikutnya (Sun *et al.*, 2000) Beberapa katalis heterogen lain yang telah dipelajari aktivitasnya dalam oksidasi fenol diantaranya katalis CuO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang memperoleh hasil konversi fenol sebesar 90 % dengan produksi CO<sub>2</sub> 75 % menggunakan metode *batch* (Fenoglio, 2004). Katalis AlFe-terpilarisasi lempung, dapat digunakan sebagai katalis oksidasi fenol. Pada konsentrasi yang rendah (0,5 mg fenol/100 cm<sup>3</sup>) telah dicapai konversi fenol sebesar 100%, metode yang dipakai adalah *reactor glass batch* dengan aliran udara yang konstan dan lampu halogen Kiss *et al.*, (2004). Endahroyani (2009) melaporkan bahwa katalis TS-1 merupakan salah satu jenis katalis heterogen yang mempunyai kemampuan oksidasi katalitik yang baik terhadap fenol, hasil dari katalis 1Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TS-1 menunjukkan aktivitas yang maksimum dengan jumlah produk hidroquinon yang terbentuk sebesar 25.1268 mmol dengan metode *batch*. Namun, metode preparasi TS-1 yang sulit dan mahal membuat TS-1 kurang diminati untuk reaksi hidroksilasi dari benzene maupun fenol. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dikembangkan penggunaan katalis pendukung silika yang analog dengan sifat TS-1 yang berbahan dasar silika.

Bahan silika yang berasal dari alam telah berhasil dimurnikan oleh beberapa peneliti sebelumnya. Baru-baru ini telah berhasil diperoleh endapan

silika dengan kemurnian tinggi (98, 81%) dari lumpur lapindo (Adziimaa, 2013). Silika jenis lain yang juga telah berhasil disintesis adalah nanosilika dari bahan abu sekam padi dengan kemurnian mencapai 98% dengan menggunakan metode kopresipitasi (Nittaya, *et al.*,2008) dan dari lumpur sidoarjo dengan metode kopresipitasi, kemurnian 95, 7% (Munasir, *et al.*,2010), pasir slopeng dengan metode alkalifusi dengan kemurnian 98% (Munasir, *et al*, 2013).

Dipilihnya pasir kuarsa sebagai bahan baku pembuatan silika gel karena selain memiliki kandungan silika yang tinggi yakni lebih dari 98% ( Prayogo dan Budiman, 2009), pasir kuarsa melimpah di Indonesia namun belum ada pemanfaatan secara maksimal yang menyebabkan harga tawarnya rendah. Pasir kuarsa merupakan salah satu mineral alam yang jumlahnya sangat melimpah di Indonesia selain zeolit, namun pemanfaatannya masih sangat terbatas. Pasir kuarsa mempunyai atom-atom silika yang mirip dengan zeolit namun struktur senyawanya sangat berbeda. Berdasarkan analisis kimia pasir kuarsa yang telah dilakukan oleh banyak peneliti dengan menggunakan difraksi sinar-X diketahui bahwa pasir kuarsa mempunyai komponen utama  $\text{SiO}_2$  dimana atom-atom silika tersusun atas satuan-satuan tetrahedron dengan atom silika sebagai pusat dengan empat atom oksigen terikat pada sudut tetrahedron ( Clark, 1960 ).

Pada studi ini akan dilakukan penelitian untuk memanfaatkan kandungan silika dari pasir kuarsa sebagai bahan baku untuk membuat silika gel yang dimodifikasi dengan CuO. Selanjutnya katalis CuO/Silika Gel akan diuji aktivitas katalitiknya pada reaksi oksidasi fenol dengan metode radiasi *microwave*.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan hal-hal yang diungkapkan diatas, dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik CuO/Silika Gel hasil sintesis dari pasir kuarsa?
2. Bagaimana aktivitas katalitik CuO/Silika Gel hasil sintesis dari pasir kuarsa pada reaksi oksidasi fenol?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah:

1. Mengetahui karakteristik CuO/Silika Gel hasil sintesis dari pasir kuarsa.
2. Mengetahui aktivitas katalitis CuO/Silika Gel pada reaksi oksidasi fenol.

## **1.4 Manfaat Penelitian**

Dalam bidang ilmu pengetahuan penelitian ini diharapkan dapat mengembangkan metode reaksi oksidasi fenol dengan proses yang lebih sederhana dan cepat. Penggunaan katalis yang baru dapat menjadi alternatif untuk pengembangan reaksi oksidasi fenol.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Silika Gel dari Pasir Kuarsa**

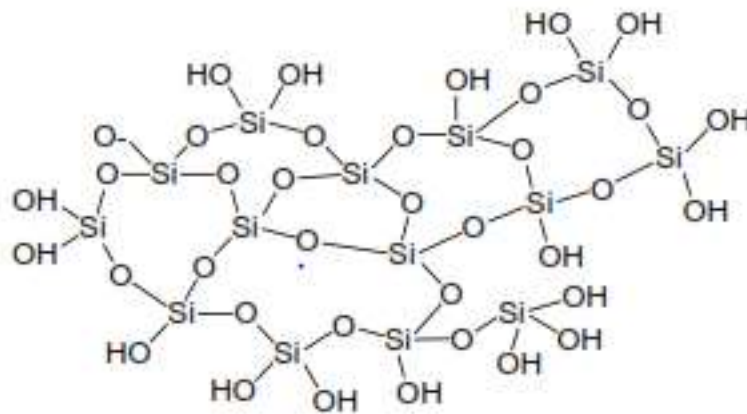
Pasir kuarsa merupakan bahan galian yang terdiri atas kristal-kristal silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama, seperti kuarsa dan bijih batuan. Hasil pelapukan kemudian tercuci dan terbawa oleh air atau angin yang terendapkan di tepi-tepi sungai, danau, atau laut (Pitriani, 2010).

Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ , dan  $\text{K}_2\text{O}$ , berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya, kekerasan 7 (skala Mohs), berat jenis  $2,65 \text{ g/cm}^3$ , titik lebur  $1715 \text{ }^\circ\text{C}$ , bentuk kristal hexagonal, panas spesifik 0.185, dan konduktivitas panas 12-100  $^\circ\text{C}$  (Pitriani, 2010).

Silika amorf non-kristalin dihasilkan dengan cara pendinginan lelehan silika atau pemanasan silika sampai titik pelunakannya di bawah temperatur fusi. Sedangkan kristal silika, terutama kuarsa dibuat dengan metode kristalisasi larutan silika dalam natrium silica atau natrium karbonat pada temperatur yang lebih tinggi untuk menghasilkan kristal kuarsa. Secara alami silika berbentuk amorf dan akan tetap bentuknya apabila dibakar pada suhu 500-600  $^\circ\text{C}$ . Di atas suhu 600-

720°C silika berbentuk kristal dan bila terbakar pada suhu 800-900°C akan berbentuk kuarsa. (Fairus *et al.*, 2009).

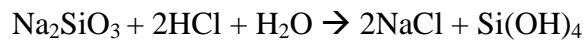
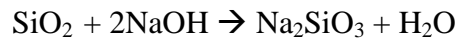
Rumus kimia silika gel secara umum adalah  $\text{SiO}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ . Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation  $\text{Si}^{4+}$  yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion  $\text{O}^{2-}$ . Namun demikian, susunan tetrahedral  $\text{SiO}_4$  pada silika gel tidak beraturan seperti struktur berikut (Sulastri, 2010).



Gambar 2.1 : Susunan Tetrahedral  $\text{SiO}_4$  pada Silika Gel (Sulastri, 2010)

Menurut Munasir (2013), secara prinsip proses ekstraksi silika dari bahan dasar pasir kuarsa ada tiga tahapan. Pertama, preparasi sodium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) dari pasir kuarsa dengan menggunakan NaOH. Kedua, preparasi *silicic acid*,  $\text{Si}(\text{OH})_4$ , pada tahapan ini, larutan sodium silikat direaksikan dengan asam kuat (HCl) hingga terbentuk endapan (silika gel) yang masih tercampur dengan NaCl. Karena  $\text{Si}(\text{OH})_4$  tidak bisa larut dalam asam kuat seperti HCl,  $\text{HNO}_3$ , dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Maka endapan  $\text{Si}(\text{OH})_4$  dapat dipisahkan dari larutannya (NaCl). Ketiga, adalah preparasi  $\text{SiO}_2$  dengan proses pengeringan gel silika  $\text{Si}(\text{OH})_4$ . Dan tahap terakhir

adalah menguapkan air dengan furnace. Proses reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Silika gel banyak dimanfaatkan sebagai adsorben karena mudahnya proses produksi dan memiliki beberapa kelebihan yang lain, seperti inert, hidrofilik, mempunyai kestabilan termal dan mekanik yang tinggi serta relatif tidak mengembang pada pelarut organik jika dibandingkan dengan padatan resin polimer organik. Salah satu kegunaan silika gel yang lazim adalah sebagai penjerap uap air pada bahan-bahan yang bersifat higroskopis. Sifat penjerap ini dikarenakan adanya situs aktif pada permukaan silika gel (Sulastri, 2010) . Selain beberapa kegunaan tersebut, yang sekarang ini masih dikembangkan adalah silika gel sebagai penyangga (support) katalis. Penyangga (support) biasanya digunakan untuk mengatasi masalah *sintering* dan pembentukan racun katalis yang sering terjadi pada katalis logam tunggal dan oksida logam. Penyangga silika dapat digunakan karena memiliki luas permukaan yang besar. Penyangga akan menyebabkan komponen aktif katalis terdispersi dengan merata, meningkatkan luas permukaan untuk kontak dengan reaktannya, meningkatkan kekuatan mekanik, meratakan panas reaksi, dan meningkatkan stabilitas panas (Lubis, 2009).

## 2.2 Tembaga dan Oksida Tembaga

Tembaga sebagai katalis digunakan secara luas karena mempunyai aktivitas dan selektivitas yang tinggi untuk reaksi oksidasi reduksi. Tembaga tersupport dapat digunakan sebagai katalis untuk beberapa variasi diantaranya: hidroksilasi fenol menjadi hidrokuinon dan katekol, bahkan untuk hidroksilasi benzena menjadi fenol. Cu memiliki kemampuan untuk meningkatkan aktivitas katalitik beberapa katalis tidak aktif seperti MCM-41,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{SiO}_2$  serta peranannya sebagai sisi aktif pada hidroksilasi benzena (Widiarti, 2011).

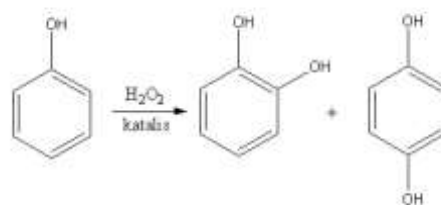
Oksida logam ( $\text{CuO}$ ,  $\text{NiO}$ ,  $\text{CoO}$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{ZnO}$ ) merupakan kelompok penting dari katalis heterogen karena kemo-selektivitasnya tinggi, ramah lingkungan, prosesnya mudah, dan biaya produksi murah. Oksida logam tersebut lebih efisien untuk reaksi formulasi amina, asilasi amina, asilasi fenol, dan asilasi alkohol. Hal ini dikarenakan oksida logam tersebut merupakan makropori yang mempunyai luas permukaan internal dan volume pori yang besar, dimana pori dari oksida logam tersebut dapat mengontrol difusi dari reagen dan produk ke dalam dan ke luar pori (Thakuria dkk, 2007 dalam Widiarti, 2011). Tembaga oksida ( $\text{CuO}$ ) merupakan kristal hitam yang diperoleh melalui pirolisis dari garam-garam nitrat atau garam-garam okso yang lain.  $\text{CuO}$  merupakan padatan ionik yang mempunyai titik lebur diatas  $1200^\circ\text{C}$  (Muslimin, 2009). Oksida tembaga  $\text{CuO}$  merupakan katalis aktif meskipun mempunyai aktivitas reaksi yang rendah pada hidroksilasi benzena atau fenol. Namun oksida logam  $\text{CuO}$  yang dikombinasikan dengan katalis aktif dapat meningkatkan aktivitas dan

selektivitas yang tinggi terhadap reaksi hidroksilasi benzena atau fenol (Widiarti, 2011).

Menurut Wardhani *et al.*, (2008) fenol sangat sulit dioksidasi tanpa bantuan katalis, dan biasanya memerlukan peralatan dan biaya yang sangat mahal. Penambahan katalis dapat meningkatkan laju oksidasi fenol serta menurunkan temperatur dan tekanan secara drastis. Ion-ion logam seperti Cu, Zn, dan Co merupakan logam-logam transisi yang dapat bersifat sebagai asam Lewis sehingga dapat menerima pasangan electron dari reaktan yang akan menyebabkan reaktan menjadi lebih reaktif (Barokah, 2014).

### 2.3 Oksidasi Fenol

Fenol mudah dioksidasi. Sampel yang dibiarkan terpapar ke udara dalam beberapa saat akan berwarna sangat gelap karena terbentuknya produk oksidasi. Produk intermediet yang mungkin adalah *o*- dan *p*-dihidroksibenzena. Kedua senyawa ini diperoleh dari fenol dengan oksidasi elektrolisis dan oksidasi dengan asam *peroxysulfuric*. Karena kedua senyawa ini lebih mudah teroksidasi dibandingkan dengan fenol sendiri, tidak mengherankan bahwa terjadi proses oksidasi lanjut yang menghasilkan produk lainnya (Pongoma, 2010).



Gambar 2.2 Reaksi oksidasi fenol (Pongoma, 2010)



Oksidasi fenol adalah reaksi yang sangat penting dari sudut pandang industri, karena menghasilkan hidroquinon dan katekol, bahan awal yang penting dalam produksi bahan kimia untuk digunakan dalam agrokimia, farmasi, flavors dan esens aromatik. Reaksi ini juga bisa mengakibatkan formasi cis, cis-asam mukonik atau  $\beta$ -substituted asam mukonik jika turunan fenol terlibat dalam oksidasi. Sejauh ini, sebagian besar metode yang tersedia untuk produksi katekol, hidroquinon dan asam mukonik tidak selektif atau memberikan hasil yang rendah. Hasil ini menyebabkan adanya penelitian berlanjut dari potensial katalis yang akan digunakan dalam oksidasi fenol (Rocha *et al* , 2003).

## 2.4 Microwave

Radiasi microwave merupakan bagian dari spektrum elektromagnetik dengan frekuensi antara 300 MHz sampai 300 GHz. Penggunaan microwave di bidang lingkungan diantaranya adalah pada proses pirolisis limbah lumpur (Menendez *et al*, 2002), desulfurisasi batubara (Wicks *et al*, 2001), dan kombinasi dari microwave, oksidan, dan katalis pada AOPs (UV, TiO<sub>2</sub>, proses Fenton, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) dapat meningkatkan degradasi fenol.

Keuntungan utama dari energi yang dihasilkan oleh iradiasi microwave dibandingkan dengan metode pemanasan konvensional adalah energi yang digunakan melalui radiasi dan bukan dari perpindahan panas konduktif dan konveksi. Konversi energi menjadi panas berlangsung merata di seluruh volume dari microwave yang menyerap penukar panas, beban pemanasan atau katalis. Efek termal dan non-termal mempengaruhi reaksi yang dibantu microwave. Efek

termal lain dari radiasi microwave adalah pembentukan "hot spot". Hot spot adalah area yang memiliki suhu yang lebih tinggi dari lingkungan mereka karena interaksi yang lebih besar dengan bidang microwave dan sifat perpindahan panas mereka yang sangat kecil. Peningkatan jumlah OH• radikal dan perubahan karakteristik hidrofilik / hidrofobik dikaitkan dengan efek non-termal radiasi microwave (Mishra *et al.*, 2007).

Teknologi microwave telah menjadi subjek studi ekstensif selama beberapa tahun terakhir dan banyak laporan telah muncul mengenai beberapa aplikasi sintesis yang dibantu microwave. Reaksi yang dibantu microwave dapat sangat efisien, bersih dan memberikan alternatif yang lebih aman untuk reaksi pemanasan konvensional, memungkinkan penurunan waktu reaksi dan konsumsi energi bersama-sama dengan peningkatan hasil dan selektivitas dalam beberapa kasus (Badamali *et al.*, 2009).

## **2.5 Instrumentasi**

### **2.5.1 Difraksi Sinar X (XRD)**

Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik yang memiliki energi tinggi sekitar 200 eV sampai 1 MeV. Sinar X dihasilkan oleh interaksi antara berkas elektron eksternal dengan elektron pada kulit atom. Spektrum Sinar X memiliki panjang gelombang  $10^{-5}$  – 10 nm, berfrekuensi 10<sup>17</sup> -10<sup>20</sup> Hz dan memiliki energi 10<sup>3</sup> -10<sup>6</sup> eV. Panjang gelombang sinar X memiliki orde yang sama dengan jarak antar atom sehingga dapat digunakan sebagai sumber difraksi kristal (Widiarti,2011).

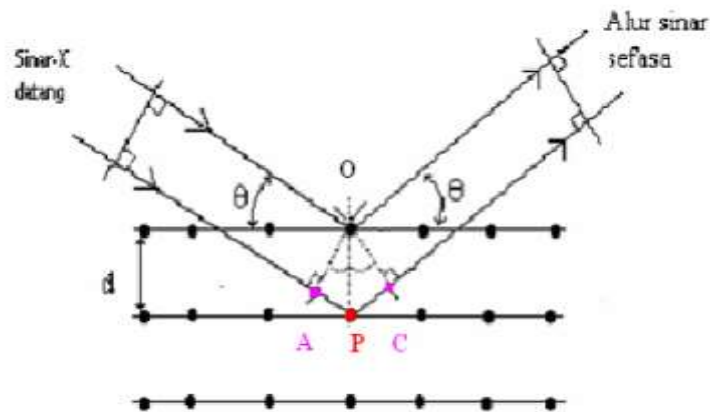
Difraksi sinar-X digunakan untuk memperoleh informasi tentang struktur, komposisi, dan tingkat kristalinitas material. Beberapa aplikasinya adalah mengidentifikasi sampel berdasarkan puncak kristalinitas dan pengukuran kisi kristal. Sampel dapat berupa serbuk, padatan, film atau pita (Sibilia, 1996).

Difraksi tergantung pada struktur kristal dan panjang gelombangnya. Jika panjang gelombang jauh lebih besar dari pada ukuran atom atau konstanta kisi kristal maka tidak akan terjadi peristiwa difraksi karena sinar akan dipantulkan sedangkan jika panjang gelombangnya mendekati atau lebih kecil dari ukuran atom atau kristal maka akan terjadi peristiwa difraksi.

Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg :

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta ; n = 1,2,\dots$$

Dengan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan  $n$  adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan (Widiarti,2011).



Gambar 2.3 : Difraksi sinar X (West, 1984)

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS (Widiarti, 2011).

### 2.5.2 Adsorpsi Nitrogen

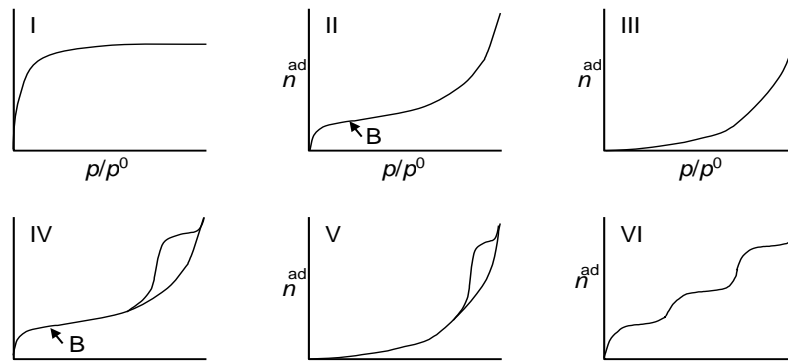
Adsorpsi nitrogen digunakan untuk menentukan luas permukaan dan struktur pori suatu sampel. Luas area spesifik adalah luas area partikel tiap satuan massa atau volume dari material. Pada umumnya, luas area ditentukan melalui

adsorpsi fisis dari gas seperti gas nitrogen atau adsorpsi kimia dari pewarna seperti metilen biru. Pada adsorpsi gas dikenal beberapa istilah sebagai berikut:

- Adsorbat, yaitu fase gas yang teradsorp pada permukaan material
- Adsorben, yaitu fase padatan yang mengadsorp gas, disebut juga substrat

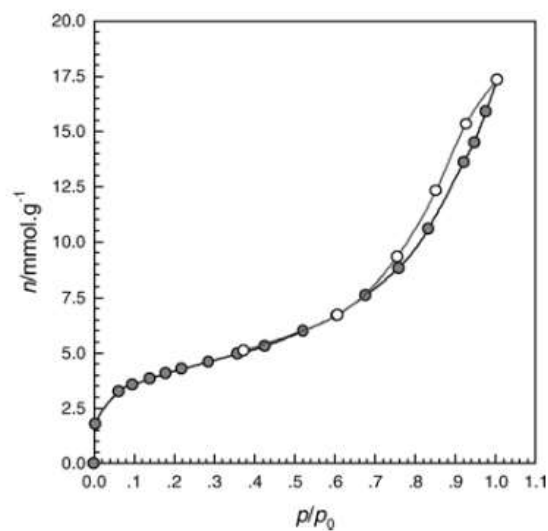
Dalam adsorpsi fisis gas nitrogen dalam jumlah tertentu pada suhu rendah (77 K), dan tekanan vakum diadsorb pada permukaan material berpori. Adsorpsi fisis tidak bergantung pada sifat sampel tetapi hanya bergantung pada luas permukaan dan struktur pori. Luas permukaan material yang dianalisis diukur dari jumlah molekul yang teradsorp pada monolayer. Sedangkan ukuran pori diukur berdasarkan tekanan kondensasi gas dalam pori-pori (Widiarti, 2011).

Grafik adsorpsi isothermal berdasarkan IUPAC mempunyai enam tipe (Gambar 2.3) yaitu: tipe I merupakan tipe yang khas untuk padatan mikropori dan adsorpsi isotherm kimia. Tipe II dan III merupakan padatan yang tak berpori atau padatan yang mempunyai pori makro. Tipe IV merupakan padatan yang mempunyai pori meso, sedangkan tipe V terjadi apabila interaksi antara molekul nitrogen lebih kuat dibandingkan dengan nitrogen dengan padatan. Tipe VI merupakan padatan tak berpori yang mempunyai permukaan seragam.. Adanya pori pada permukaan padatan akan memberikan efek pembatasan jumlah lapisan pada adsorbat dan terjadi fenomena kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler ini menyebabkan terjadinya histerisis (Adamson, 1990).



Gambar 2.4 : Tipe grafik adsorpsi isothermal berdasarkan IUPAC

Contoh grafik isothermal terdapat pada Gambar 2.6 yang diambil dari jurnal Zhou dkk, 2002.



Gambar 2.5 Isotherm adsorpsi  $N_2$  pada suhu 77 K untuk Silika Gel 60 (Merck)

Adsorpsi dan desorpsi isotherm nitrogen pada suhu 77 K ditunjukkan pada Gambar. 2.6. Karena isotherm yang dimiliki fitur Type-II (IUPAC, 1985) dan histeresis yang diamati, silika gel memiliki struktur meso-pori. Luas permukaan yang spesifik dievaluasi oleh persamaan BET (Gregg dan Sing, 1982) adalah  $335 \text{ m}^2/\text{g}$ .

### 2.5.3 Kromatografi Gas dan GC-MS

Kromatografi pada dasarnya merupakan metoda pemisahan yang melibatkan dua macam fasa, yaitu fasa gerak (mobile phase) dan fasa diam (stationary phase). Dalam kromatografi gas yang bertindak sebagai fasa gerak adalah gas, sedangkan yang berfungsi sebagai fasa diam adalah suatu padatan. Fasa diam dalam kromatografi gas, selain berupa partikel-partikel padat adsorbent (kromatografi gas-padat), dikenal pula fasa diam cair (liquid phase) yang terikat pada pendukung padat (kromatografi gas - cair).

Prinsip kerja dari pada kromatografi gas adalah sebagai berikut: cuplikan diinjeksikan ke dalam injektor, aliran gas pembawa akan membawa cuplikan yang telah teruapkan masuk ke dalam kolom. Di dalam kolom akan terjadi pemisahan komponen-komponen cuplikan, selanjutnya komponen cuplikan masuk ke dalam detektor dan dideteksi oleh detektor, dan sinyalnya akan dicatat oleh rekorder.

Gambar 2.5 menunjukkan komponen-komponen dasar peralatan kromatografi gas, yang terdiri atas :

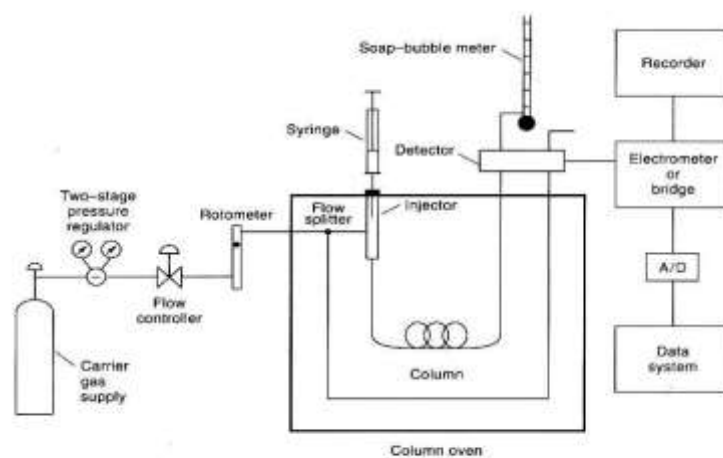


FIGURE 25-1 Schematic of a gas chromatograph.

Gambar 2.6 : Skema peralatan Kromatografi Gas (skoog dan West, 1980)

GC-MS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. Penggunaan kromatografi gas dapat dipadukan dengan spektroskopi massa. Paduan keduanya dapat menghasilkan data yang lebih akurat dalam pengidentifikasian senyawa yang dilengkapi dengan struktur molekulnya.

Informasi yang diperoleh dari kedua teknik ini yang digabung dalam instrumen GC-MS adalah tak lain hasil dari masing-masing spektra. Untuk spektra GC, informasi terpenting yang didapat adalah waktu retensi untuk tiap-tiap senyawa dalam sampel. Sedangkan untuk spektra MS, bisa diperoleh informasi mengenai massa molekul relative dari senyawa sampel tersebut.



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Lokasi Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Kimia Fisika, dan Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

#### **3.2 Populasi dan Sampel**

Populasi dalam penelitian ini adalah pasir kuarsa untuk pembuatan silika gel. Sampel dalam penelitian ini adalah pasir kuarsa dari perusahaan SBCon Semarang.

#### **3.3 Variabel Penelitian**

- 3.3.1** Variabel bebas dalam penelitian ini adalah daya microwave (160, 320, dan 480 W) pada uji katalitik CuO/Silika Gel, waktu reaksi, dan presentasi massa loading CuO (1, 2, 4, dan 8 %) terhadap CuO/Silika Gel.
- 3.3.2** Variabel terikat pada penelitian ini adalah karakteristik katalis CuO/ Silika Gel dan *yield* hidroquinon yang dihasilkan.
- 3.3.3** Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah banyaknya fenol yang direaksikan, jumlah katalis, dan daya microwave pada uji katalitik katalis CuO/Silika Gel.

### **3.4 Alat dan Bahan**

#### **3.4.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Alat-alat gelas (pyrex)
2. Oven Memmet
3. Hotplate Magnetik Stirrer
4. Neraca analitik AND GR-200
5. Ayakan Totanas Ukuran 100 mesh
6. Indikator Universal
7. XRD Philips pW 1800
8. Quantachrome Instrumen Nova Station A untuk adsorsi N<sub>2</sub>
9. Kertas saring
10. Microwave LG
11. Gass Chromatography Hawllett Packard 5890 Series II
12. GC-MS Perkin Elmer GC Clarus 680 MS Clarus SQ 8T

#### **3.4.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Pasir Silika yang diperoleh dari PT SBCon Semarang.
2. HCl (kadar 37% rapatan 1,19 g/m<sup>3</sup>, Mr 36,453 g/mol) (Merck)
3. NaOH (kadar 99,0 %, Mr 60 g/mol) (Merck)
4. Asetonitril (kadar 99,5 %, Mr 41,05 g/mol ) (Merck)
5. Fenol (kadar ≤ 99 %, Mr 94,11 g/mol) (Merck)
6. Aquademin

7.  $\text{H}_2\text{O}_2$  (kadar 30 %) (Merck)
8. Tembaga Nitrat Trihidrat (Mr 241,60 g/mol) (Merck)
9. Aquades

### **3.5 Prosedur Penelitian**

#### **3.5.1 Pemurnian Pasir Silika**

Sebanyak 50 g pasir kuarsa diayak dengan ayakan 100 mesh sehingga diperoleh serbuk homogen. Kemudian pasir kuarsa hasil ayakan direaksikan dengan larutan HCl 4 M sebanyak 100 ml sambil dipanaskan dan distirer dengan kecepatan konstan sampai larutan berwarna kehijauan dan endapan putih. Kemudian larutan disaring dengan kertas saring halus untuk memisahkan filtrat dari endapan (Ramadhan termodifikasi, 2014).

#### **3.5.2 Pembentukan Natrium Silikat**

Pasir kuarsa hasil pemurnian ditambahkan 250 ml NaOH 4 M kemudian didihkan sambil diaduk dengan pengaduk magnet dengan kecepatan konstan, proses dihentikan saat larutan sudah mendidih dan mengental. Setelah agak dingin, larutan dituangkan ke dalam cawan porselin dan dilebur pada temperatur 500 °C selama 30 menit. Setelah dingin ditambahkan 200 mL akuades, dibiarkan semalam, dan disaring dengan kertas saring halus. Filtrat yang dihasilkan merupakan larutan natrium silikat (Mujiyanti, 2010).

#### **3.5.3 Pembentukan Silika Gel**

Larutan natrium silikat yang berasal dari 50 g pasir kuarsa ini kemudian dititrasi dengan HCl 3 M sambil diaduk dengan pengaduk magnet dengan

kecepatan konstan hingga terbentuk gel dan diteruskan hingga pH netral. Gel yang terbentuk didiamkan semalam, endapan silika lalu dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor yang berupa senyawa garam NaCl., dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selanjutnya digerus dan diayak dengan ayakan 100 mesh (Mujiyanti, 2010 dan Adziimaa, 2013).

### **3.5.4 Preparasi CuO/Silika Gel**

Katalis CuO/Silika Gel disiapkan berdasarkan prosedur (Widiarti, 2011) termodifikasi dengan presentase massa loading CuO 0%; 1%; 2%; 4%; 8% disiapkan dengan metode impregnasi, yaitu dengan memasukkan padatan Silika Gel kedalam larutan  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  yang diperoleh dengan melarutkan padatan tembaga nitrat kedalam aquades. Campuran Silika Gel dan Cu-nitrat diaduk dengan magnetik stirrer pada suhu kamar selama 3 jam, kemudian campuran diuapkan untuk menghilangkan kadar airnya. Padatan yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu  $\pm 110^\circ\text{C}$  selama 12 jam dan dikalsinasi pada suhu  $450^\circ\text{C}$  selama 4 jam.

### **3.5.5 Karakterisasi Katalis**

Analisis struktur padatan Silika/Gel dan CuO/Silika gel dilakukan dengan difraksi sinar X untuk identifikasi fase kristal dan kekristalan katalis dengan radiasi Cu K  $\alpha$  ( $\lambda = 1.5405\text{\AA}$ ) pada 40 kV dan 30 mA,  $2\theta = 5-50^\circ$  dengan kecepatan scan 0,04 o/detik (Widiarti, 2011).

Adsorpsi nitrogen digunakan untuk analisis struktur pori. Sampel sebanyak 0,2 gram diberi perlakuan dengan gas nitrogen dengan laju aliran  $30\text{ cm}^3/\text{menit}$

pada suhu 300 °C selama 1 jam dan didinginkan untuk adsorpsi dan desorpsi nitrogen pada suhu 77 °C (Widiarti, 2011).

### **3.5.6 Uji Aktivitas Katalis**

Uji aktivitas katalitik dilaksanakan berdasarkan prosedur Badamali *et al* (2009) yang dimodifikasi. Uji aktivitas katalitik dilakukan pada semua sampel katalis hasil sintesis melalui reaksi oksidasi fenol dengan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai oksidan menggunakan metode radiasi *microwave*. Uji aktivitas katalitik dilakukan pada katalis 4% CuO/Silika Gel dengan pelarut asetonitril.

Dalam setiap eksperimen 2 g fenol dilarutkan dengan 10 g pelarut dalam labu erlenmeyer, diikuti dengan penambahan 0,3 g katalis. Campuran kemudian diaduk sebentar dan ditambahkan 3 g H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 % ), diaduk. Setelah itu campuran direaksikan dalam *microwave* dengan daya 160 W dan dengan variasi waktu 1, 2, 3, 4, dan 5 menit, dan setelah mengetahui hasil optimum dari variasi pertama (waktu) selanjutnya dilakukan variasi katalis untuk reaksi oksidasi fenol . Analisa hasil reaksi dilakukan dengan teknik kromatografi gas (KG). Analisis kualitatif dilakukan dengan membandingkan waktu retensi puncak-puncak kromatogram dari produk reaksi dengan larutan standar fenol.

## **BAB V**

### **SIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Simpulan**

1. Katalis Silika gel dan XCuO/Silika gel hasil sintesis mempunyai struktur amorf dengan luas permukaan aktif pada katalis silika gel dan 4% CuO/Silika gel sebesar 222, 07 dan 92, 46 m<sup>2</sup>/g.
2. Katalis silika gel dan XCuO/Silika gel dapat digunakan sebagai katalis reaksi oksidasi fenol yang menghasilkan produk hidroquinon, katekol, dan benzoquinon. Kondisi optimum reaksi oksidasi fenol teramati pada katalis 4% CuO/Silika gel dengan oksidan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> saat reaksi berlangsung 3 menit dengan daya 320 W dengan konversi fenol dan selektivitas terhadap hidroquinon sebesar 11, 56 % dan 43, 01%.

#### **5.2 Saran**

1. Disarankan adanya penelitian lebih lanjut untuk mengetahui pengaruh penggunaan microwave pada reaksi organik yang lain.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A.W., 1990, *Physical Chemistry of Surfaces*, John Wiley & Sons, Inc, New York.
- Adziimaa, A. F., D. D. Risanti, dan L. J. Mawarni. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *JURNAL TEKNIK POMITS Vol. 1(1): 1-6*
- Badamali, S. K., R. Luque., J. H. Clark., S. W. Breeden. 2009. Microwave assisted oxidation of a lignin model phenolic monomer using Co(salen)/SBA-15. *Catalysis Communications 10 1010–1013*.
- Barokah, S. 2014. *Aktifitas Fotokatalitik CuO/ZnO Pada Reaksi Oksidasi Fenol. Skripsi*. Semarang : FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Endahroyani, C. 2009. *Uji Aktivitas Katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TS-1 pada Reaksi Hidroksilasi Fenol*. Tesis. Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Fairus, S., Haryanto., Sugita, M.H., Sudrajat, A. 2009. Proses Pembuatan Waterglass Dari Pasir Silika Dengan pelebur Natrium Hidroksida. *Jurusan teknik kimia Institut Teknologi Nasional Bandung*, 8(2):56-62
- Firdaus, L.H., A.R. Wicaksono., Widayat. 2013. Pembuatan Katalis H-Zeolit Dengan Impregnasi KI/KIO<sub>3</sub> Dan Uji Kinerja Katalis Untuk Produksi Biodiesel. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2(2):148-154.
- Gregg, S.J. and K.S.W. Sing, 1982. *Adsorption, Surface Area and Porosity*, 2nd ed., Academic Press, London.
- IUPAC, “Commission on Collid and Surface Chemistry Including Catalysis,” 1985. *Pure Appl. Chem.*, **57**, 603.
- Latif, C., Triwikantoro, dan Munasir. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Struktur Silika. *JURNAL SAINS DAN SENI POMITS* , 3(1), 2337-3520.
- Lesbani, A. 2011. Studi Interaksi Vanadium Dan Nikel Dengan Pasir Kuarsa. *Jurnal Penelitian Sains*. Jurusan Kimia Universitas Sriwijaya, 14(4):14410
- Lestari, M. W., S. H. Saputro dan S. Wahyuni. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO<sub>2</sub> Yang Diaplikasikan Pada Proses Degradasi Fenol. *Indo. J. Chem. Sci.* 2 (2).

- Lubis, S. 2009. Preparasi Katalis Cu/Silika Gel dari Kristobalit Alam Sabang serta Uji Aktivitasnya pada Reaksi Dehidrogenasi Etanol. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* 7(1):29-35.
- Martinez, J.R., S. P.Sanchez, G. O.Zarzosa, F. Rui, Y. Chumakov. 2006. Rietveld refinement of amorphous SiO<sub>2</sub> prepared via sol-gel method. *Materials Letters* 60 : 3526-3529.
- Mujiyanti, D.R., Nuryono, E. S. Kunarti. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi Dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Jurnal : Sains dan Terapan Kimia*, 4(2):150-167.
- Munasir, A. M. A., Triwikantoro, 2010. *Sintesis Silika Amorf Dari Bahan Alam Lumpur Sidoarjo dengan Metode Kopresipitasi*, Prosiding Seminar Nasional UNNES Semarang.
- Munasir, S. A., Triwikantoro, M. Zainuri, Darminto. 2013. Synthesis of Silica Nanopowder from Slopeng Natural Sands via Alkalifussion Route., *AIP Conf. Proc.* 1555, 28; doi: 10.1063/1.4820986
- Muslimin. 2009. *Sintesis Nanosized CuO/ZnO dan Pemanfaatannya sebagai Sumber Energi Alternatif Solar Cell*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Nuntiya, N. T. A. A. 2008. Preparation Of Nanosilica Powder From Rice Husk Ash By Precipitation Method. *Chiang Mai J. Sci.* , 35(1) : 206-211 35 (1)(Nano Silica): 6.
- Pan, Jingxue, Chao Wang, Shipeng Guo, Jinhua Li, Zhengyu Yang. 2008. Cu Supported Over Al-Pillared Interlayer Clays Catalysts For Direct Hydroxylation Of Benzene To Phenol. *Catalysis Communications* 9: 176–181.
- Parida, K. M., Rath, D., .2007., Structural Properties and Catalytic Oxidation of Benzene to Phenol over CuO-Impregnated Mesoporous Silika. *Applied Catalysis A: General*, Vol. 321: 101-108.
- Pirutko, L.V., A. K. Uriarte, V.S. Chernyavsky, A.S. Kharitonov, G.I Panov. 2001. Preparation and catalytic study of metal modified in the oxidation of benzene to phenol by N<sub>2</sub>O. *Microporous and Mesoporous Materials* 48 : 345-353.
- Pitriani, P. 2010. *Sintesis dan Aplikasi Kitosan dari Cangkang Rajungan (Portunus pelagicus) Sebagai Penyerap Ion Besi (Fe) dan Ion Mangan (Mn) Untuk Pemurnian Natrium Silikat*. Skripsi. Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, Jakarta.
- Pongoma, B. 2010. *The investigation of alternative processes for the oxidation of phenol*. Dissertation. Faculty of Science at the Nelson Mandela Metropolitan University.

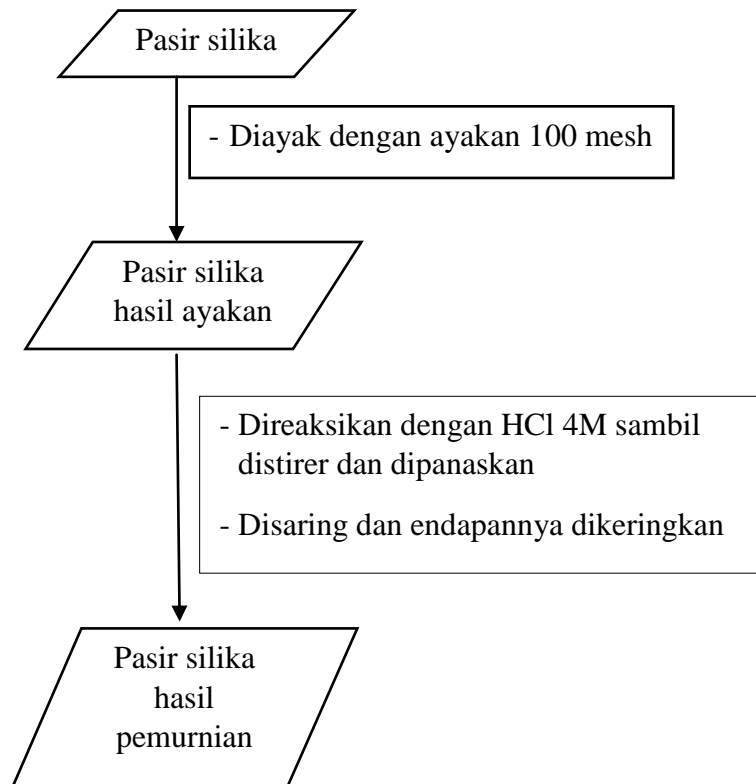


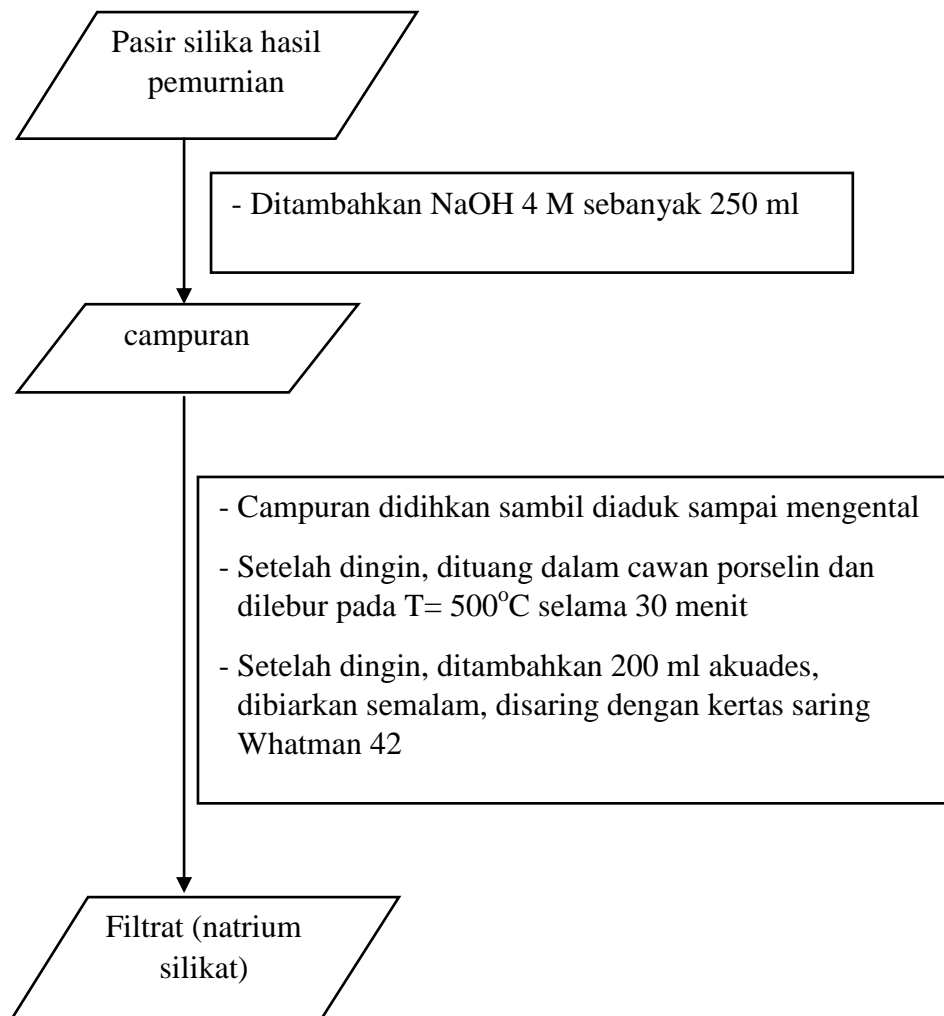
- Prayogo, T. dan Budiman, B. 2009. Survey Potensi Pasir Kuarsa Di Daerah Ketapang Propinsi Kalimantan Barat. *Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia* 11 (2): 126-132.
- Ramadhan N.I., Munasir, Trikiwantoro. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk SiO<sub>2</sub> dengan Variasi pH dan Molaritas Berbahan Dasar Pasir Bancar, Tuban. *Jurnal sains dan seni pomits* 3(1) : 2337-3520
- Remya, N. and J.G. Lin. 2011. Current Status of Microwave Application in Wastewater Treatment-A Review. *Chemical Engineering Journal* 166 : 797-813.
- Rocha, G.O., J. Rocha., and Z. Lin. 2003. Study of catalyst selectivity in the oxidation of phenol. *Catalysis Letters* 89:1-2.
- Sibilia, P. .1996, *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*, 2<sup>nd</sup> Edition, John Willey-VCH, New York.
- Skoog, D.A., West, D.M, 1980, *Principles of Instrumental Analysis*, Second Edition, Sounders College, Philadelphia.
- Sulastri, S. dan S. Kristianingrum. 2010. *Berbagai Macam Senyawa Silika : Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan*. Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta
- Sun, J., Meng, X., Shi, Y., Wang, R., Feng, S., Jiang, D., Xu, R., Xiao .2000., “A Novel Catalyst of Cu–Bi–V–O Complex in Phenol Hydroxylation with Hydrogen Peroxide”, *Journal of Catalysis*, 193 : 199–206.
- Wardhani, S., D. Purwonugroho dan D. Margiana. 2008. Phenol Oxidation Using Natural Zeolite Supported Metal Ion Catalyst. *Journal of Indo.J.Chem.* 2 : 215-218.
- Widiarti, N., E. Ratna., F. Hamzah., D. Prasetyoko. 2011. Preparation, Characterization and catalytic activity of CuO/TS-1 on benzene hydroxylation, *Makara* 15 : 135-147.
- Zhou, L., S. Bai., Y. Zhou And B. Yang. 2002. *Adsorption of Nitrogen on Silica Gel Over a Large Range of Temperatures*. Adsorption 8: 79–87. Kluwer Academic Publishers. *Manufactured in The Netherlands*

## LAMPIRAN

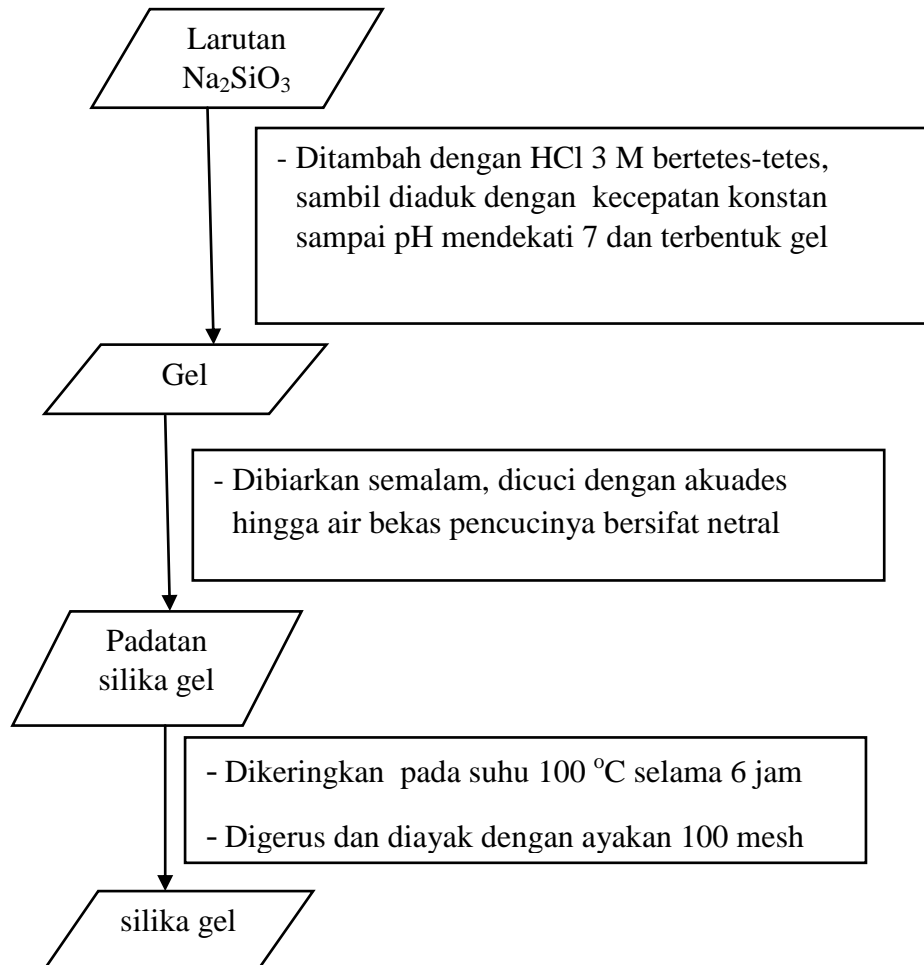
### Lampiran 1. Skema Cara Kerja

#### a. Pemurnian Pasir Silika

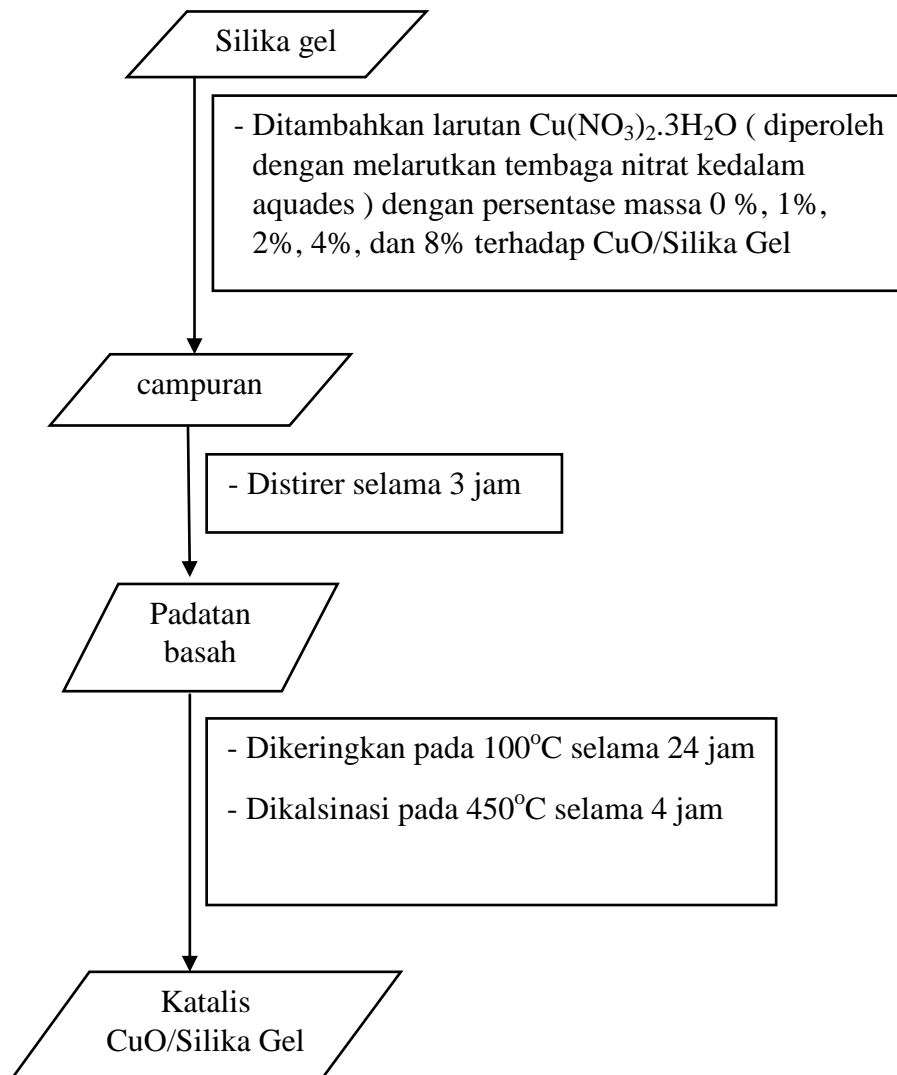


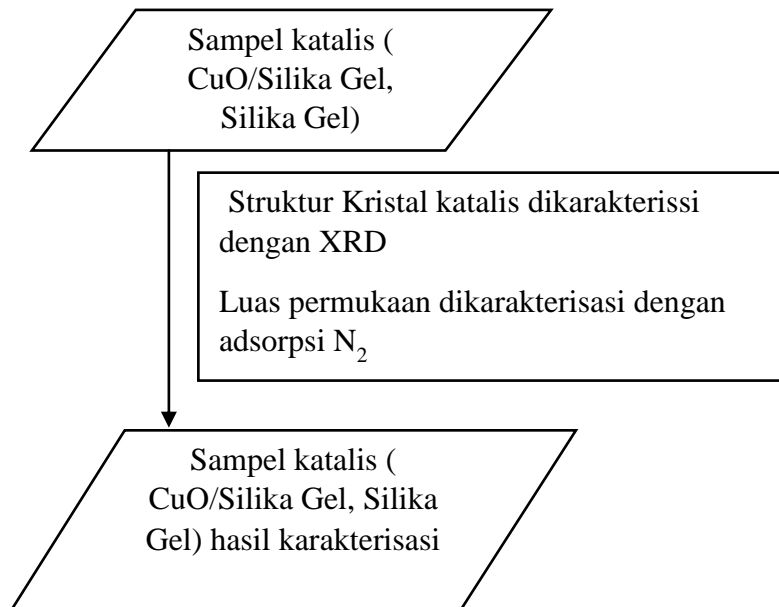
**b. Pembentukan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$** 

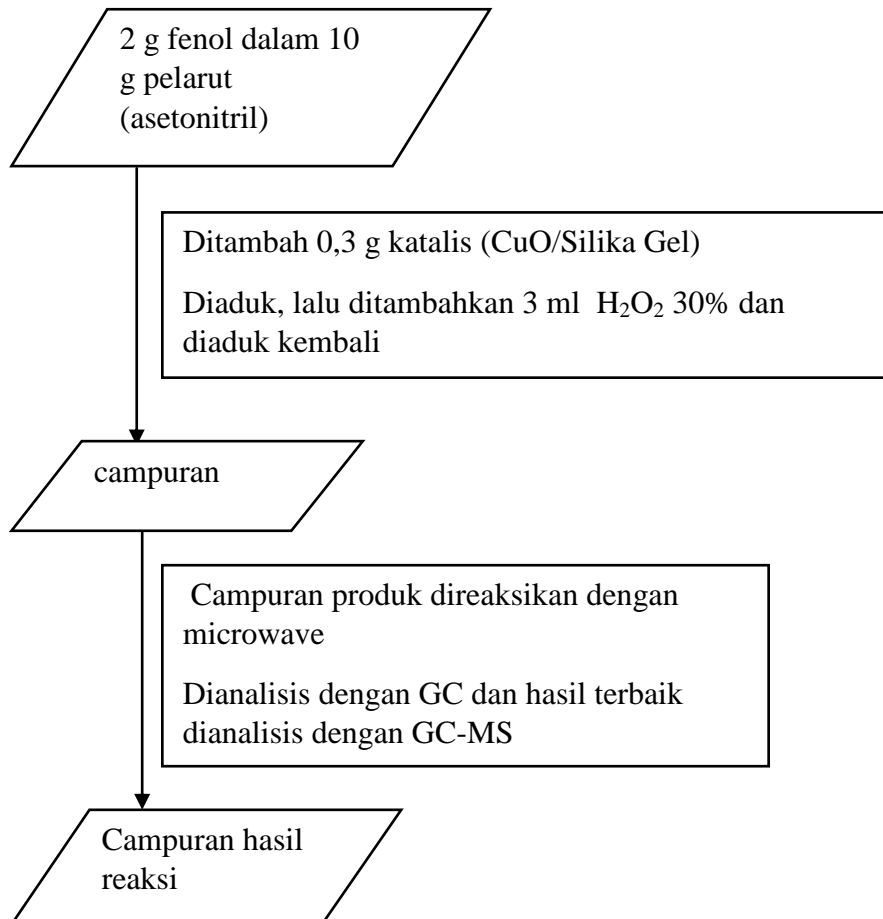
### c. Pembentukan Silika Gel



#### d. Preparasi CuO/Silika Gel



**e. Karakterisasi Katalis**

**f. Uji Aktivitas Katalis**

## Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan

### a. Pembuatan Larutan HCl 2 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$\frac{\rho \times \% \times 10}{Mr} \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$\frac{1.19 \times 37 \times 10}{36.5} \times V_1 = 2 \times 100$$

$$V_1 = 16.5796 \text{ mL}$$

Setelah didapatkan volume HCl induk yang harus diambil, memasukkan ke dalam labu takar 100 mL yang telah berisi aquades.

### b. Pembuatan Larutan HCl 3 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$\frac{\rho \times \% \times 10}{Mr} \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$\frac{1.19 \times 37 \times 10}{36.5} \times V_1 = 3 \times 100$$

$$V_1 = 24.8694 \text{ mL}$$

Setelah didapatkan volume HCl induk yang harus diambil, memasukkan ke dalam labu takar 100 mL yang telah berisi aquades.

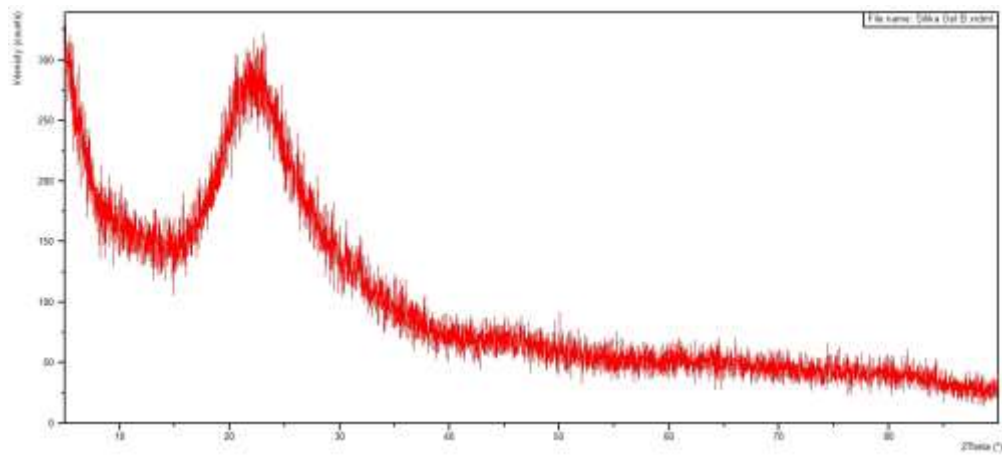
### c. Penghitungan Kadar Pasir Kuarsa

$$\begin{aligned} \% \text{ SiO}_2 &= \frac{(\text{massa pasir kering} + \text{massa kertas saring}) - \text{massa kertas saring}}{\text{massa pasir kuarsa awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{82.7612 - 19.5468}{75.0505} \times 100 \% \\ &= 84.23 \% \end{aligned}$$

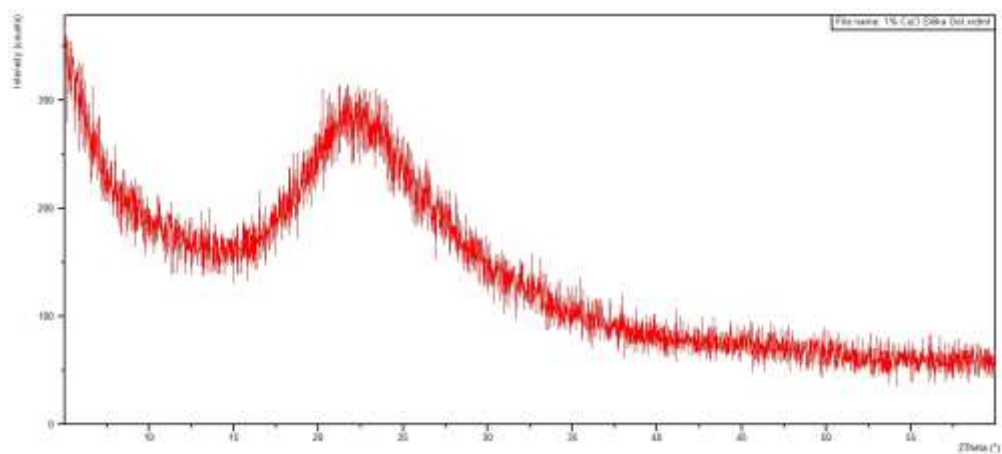


### Lampiran 3. Hasil XRD

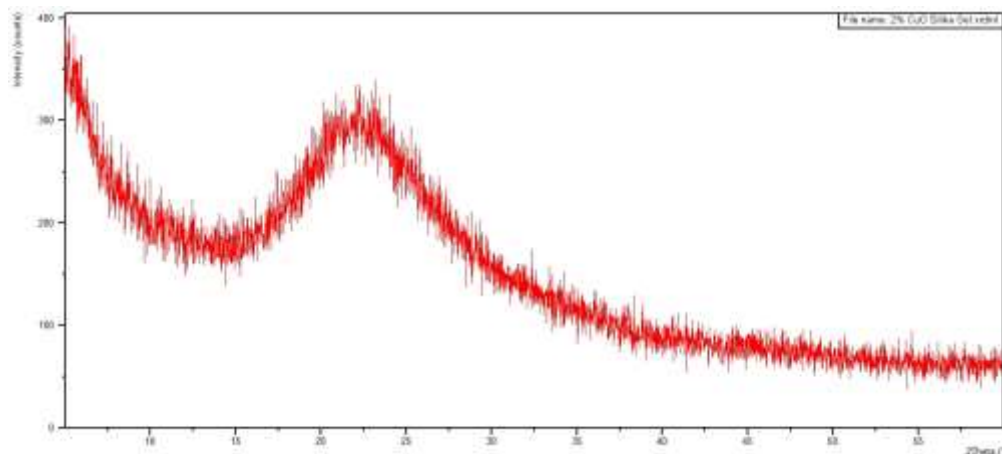
#### a. Hasil XRD Silika gel



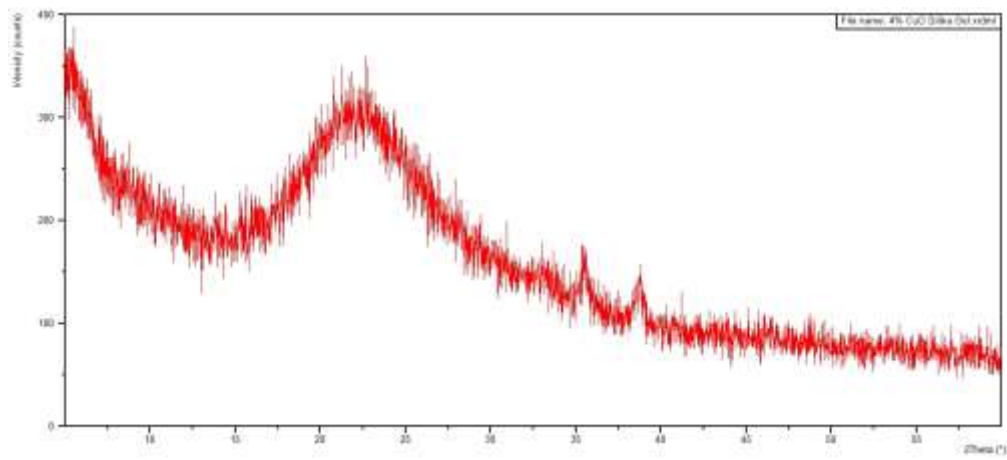
#### b. Hasil XRD katalis 1 % CuO/Silika gel



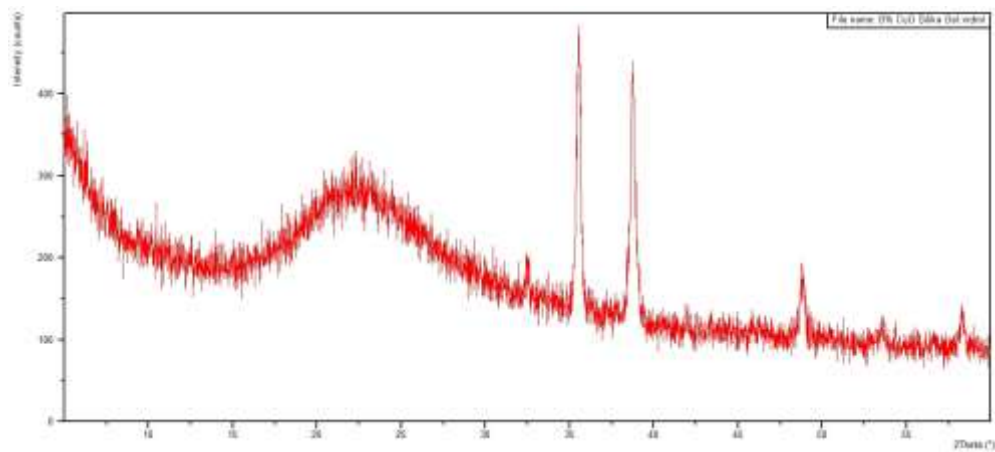
#### c. Hasil XRD katalis 2 % CuO/Silika gel



**d. Hasil XRD katalis 4 % CuO/Silika gel**



**e. Hasil XRD katalis 8 % CuO/Silika gel**



## Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Luas Permukaan dengan metode BET



 **PDF Complete**  
 Your complimentary use period has ended. Thank you for using PDF Complete.  
 Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

NOVAWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA Instruments  
 007, Quantachrome Instruments  
 version 10.01



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator: NOVA UNS	Date: 2015/07/03	Operator: NOVA UNS	Date: 7/3/2015
Sample ID: Susanti UNNES	Filename:	C:\QC\data\Physicstrbl\03072015 Silika gel kering.qps	
Sample Desc: Silika gel kering	Comment:		
Sample weight: 0.0704 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 200.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)	
Analysis Time: 61.6 min	End of run: 2015/07/03 12:50:49	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 92			

### Multi-Point BET

#### Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
Molec. Wt.:	28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
		Liquid Density:	0.808 g/cc

#### Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
4.73110e-02	49.6050	7.9899e-01	1.99970e-01	64.3107	3.0322e+00
7.51500e-02	53.5090	1.2132e+00	2.20906e-01	66.0932	3.4341e+00
9.57220e-02	55.8975	1.5152e+00	2.45619e-01	67.8129	3.8450e+00
1.24837e-01	56.7152	1.9430e+00	2.71261e-01	69.5355	4.2831e+00
1.46971e-01	60.5621	2.2750e+00	2.90255e-01	71.2425	4.7270e+00
1.71012e-01	62.4571	2.6427e+00			

#### BET summary

Slope =	15.676
Intercept =	5.855e-03
Correlation coefficient, r =	0.999474
C constant =	2670.530
Surface Area =	222.068 m <sup>2</sup> /g

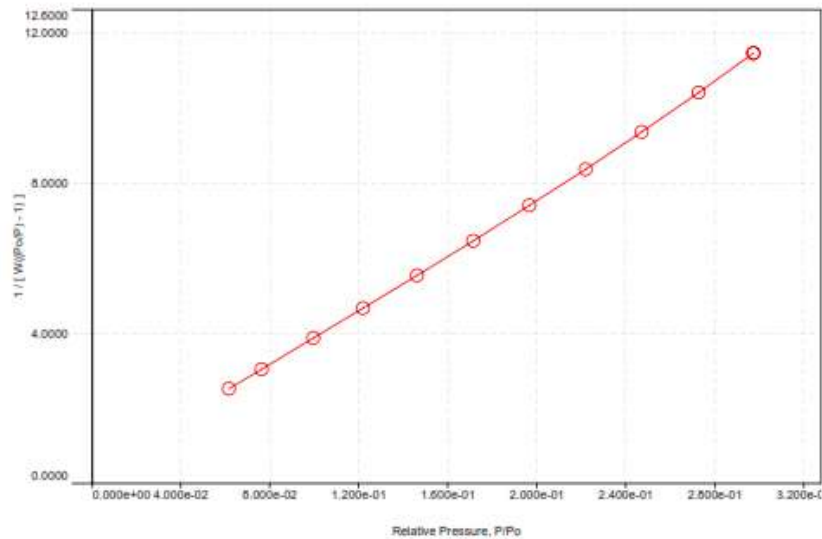
Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA Instruments  
©1994-2006, Quantachrome Instruments  
version 2.2



<b>Analysis</b>	<b>Date:</b> 2015/06/22	<b>Report</b>	<b>Date:</b> 3/22/2015
Operator: A. Wijayanto	Filename: C:\QC\data\Physisorb\GAA 090 2015.qps	Operator: Indra Nalfyarto	
Sample ID: SAA.090.2015	Comment: terkabrasi	Sample Volume: 0.03282 cc	
Sample Desc: CuO/Silika Gel	Outgas Temp: 300.0 C	Bath Temp: 77.3 K	
Sample weight: 0.1477 g	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Outgas Time: 3.0 hrs	End of run: 2015/06/22 13:15:27	Instrument: Nova Station A.	
Analysis gas: Nitrogen			
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)			
Analysis Time: 49.9 min			
Cell ID: 95			

### Multi-Point BET Plot

Data Reduction Parameters			
Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350 K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
		Liquid Density:	0.808 g/cc



BET summary	
Slope =	37.546
Intercept =	1.167e-01
Correlation coefficient, r =	0.999606
C constant =	322.675
Surface Area =	82.466 m <sup>2</sup> /g

## Lampiran 5. Hasil Analisis dengan Kromatografi Gas

- a. Variasi waktu (P=160 W ; fenol = 2 g ; katalis (4% CuO/Silika gel) =0,3 g ; H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> =3 g ; asetonitril = 10 g)

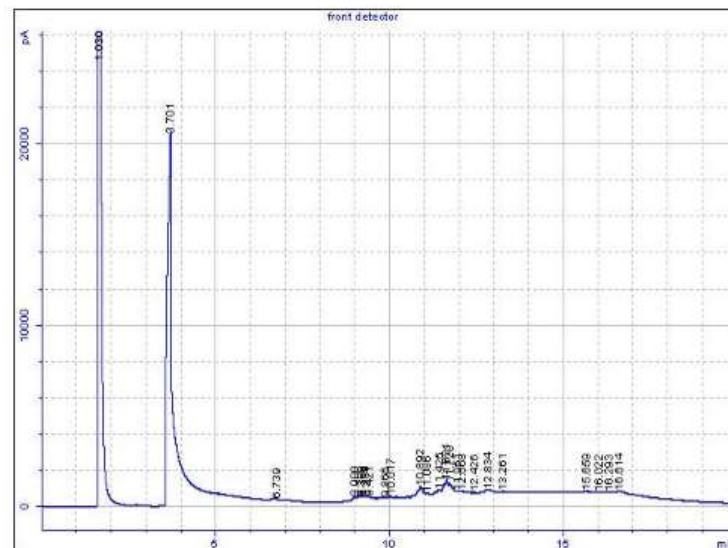
### 1. Waktu 1 menit

Report date: Friday, May 22, 2015 1:02:31 PM

Page 1 of 2

#### Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE30
Sample note:	oksidasi fenol
Submission time:	Friday, May 22, 2015 9:25:11 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, May 22, 2015 9:29:39 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Tri Handayania
Method last saved:	Friday, May 22, 2015 1:02:21 PM



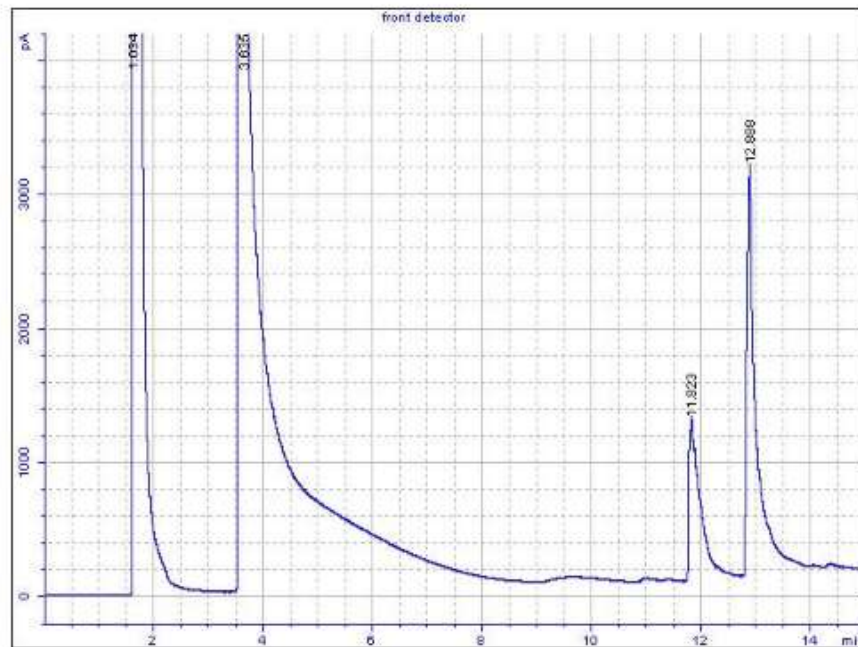
## 2. Waktu 2 menit

Report date: Monday, May 25, 2015 2:20:24 PM

Page 1 of 2

### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE31
Sample note:	2 menit
Submission time:	Monday, May 25, 2015 10:21:55 AM
Operator:	
Injection date:	Monday, May 25, 2015 10:53:26 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Monday, May 25, 2015 2:20:19 PM



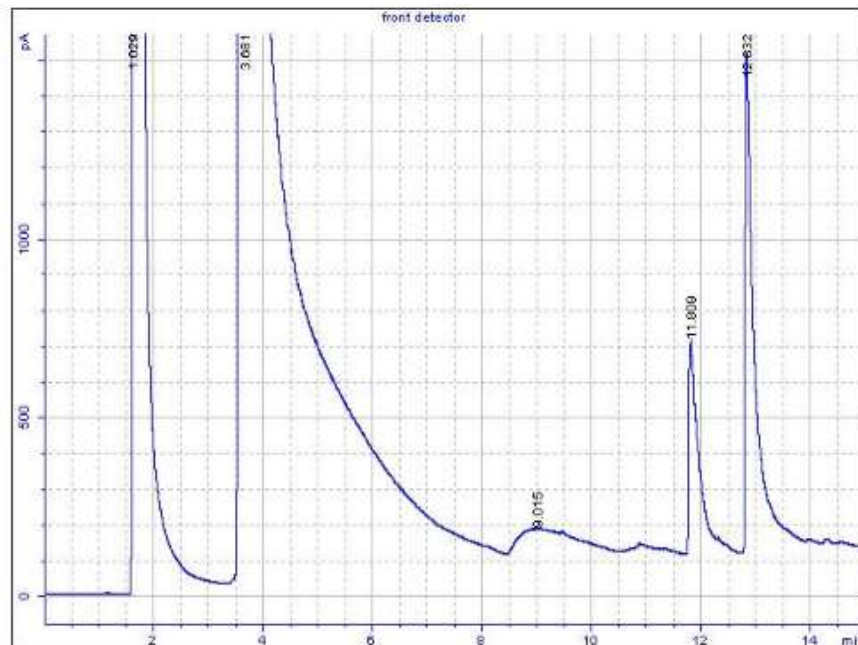
### 3. Waktu 3 menit

Report date: Monday, May 25, 2015 2:21:03 PM

Page 1 of 2

#### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE32
Sample note:	3 menit
Submission time:	Monday, May 25, 2015 10:53:43 AM
Operator:	
Injection date:	Monday, May 25, 2015 11:25:18 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Monday, May 25, 2015 2:20:58 PM





- b. Variasi daya microwave (waktu reaksi 3 menit ; fenol = 2 g ; katalis (4% CuO/Silika gel) =0,3 g ; H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> =3 g ; asetonitril = 10 g)

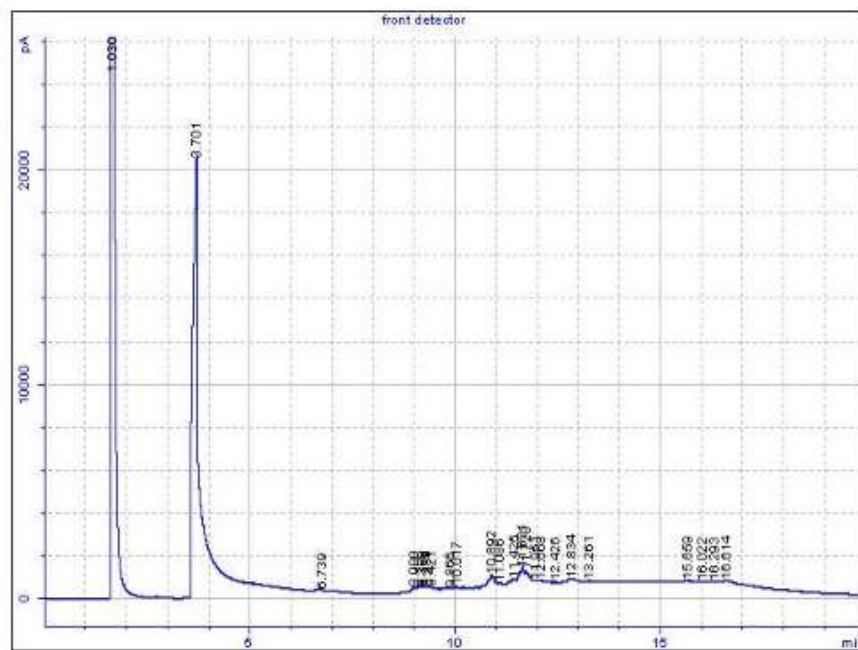
1. 160 W

Report date: Friday, May 22, 2015 1:02:31 PM

Page 1 of 2

Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE30
Sample note:	oksidasi fenol
Submission time:	Friday, May 22, 2015 9:25:11 AM
Operator:	
Injection date:	Friday, May 22, 2015 9:29:39 AM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Tri Handayania
Method last saved:	Friday, May 22, 2015 1:02:21 PM



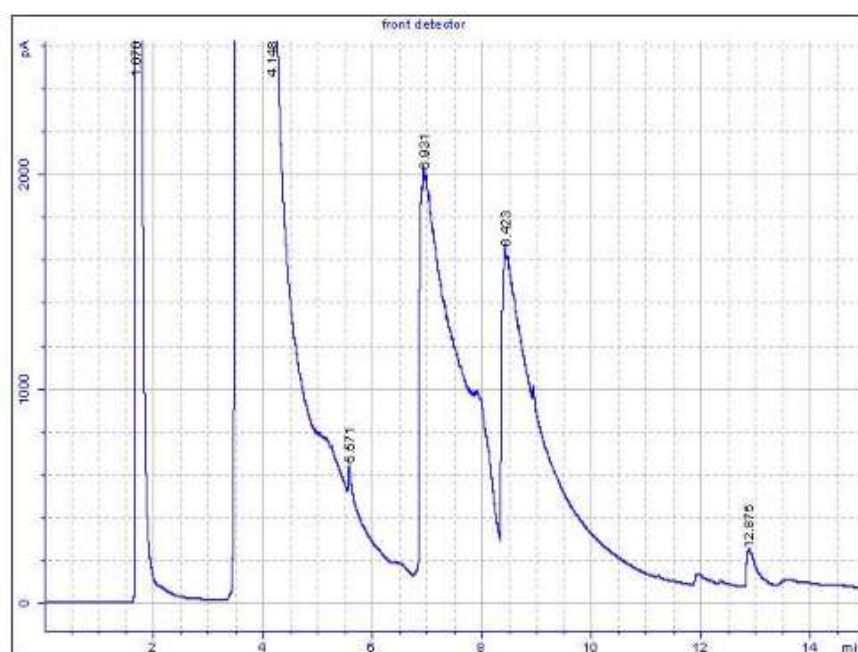
## 2. 320 W

Report date: Wednesday, May 27, 2015 10:38:37 AM

Page 1 of 2

## Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE36
Sample note:	320 watt 3 menit
Submission time:	Tuesday, May 26, 2015 1:11:12 PM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, May 26, 2015 2:31:42 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Wednesday, May 27, 2015 10:38:28 AM



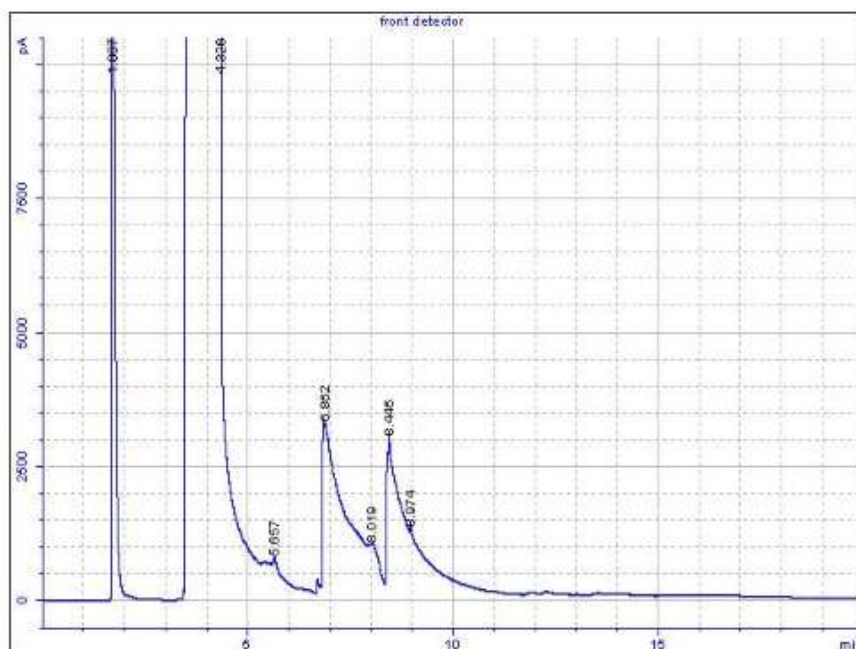
### 3. 480 W

Report date: Friday, June 05, 2015 10:18:04 AM

Page 1 of 2

#### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE40
Sample note:	480 watt 3 mnt
Submission time:	Wednesday, June 03, 2015 11:32:01 AM
Operator:	
Injection date:	Thursday, June 04, 2015 1:32:05 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Friday, June 05, 2015 10:17:59 AM



- c. Variasi katalis (waktu reaksi 3 menit ; fenol = 2 g ; daya microwave = 320 W ; H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = 3 g ; asetonitril = 10 g)

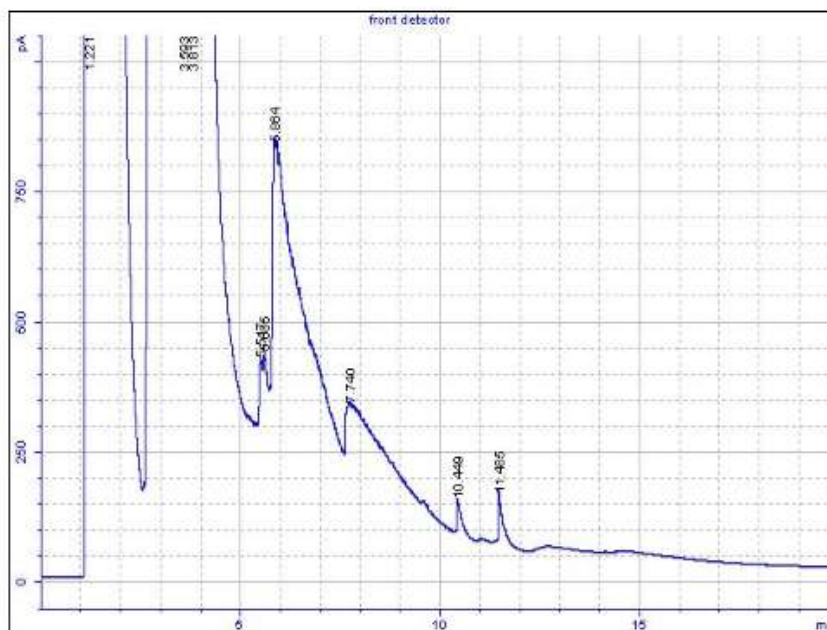
1. Katalis Silika gel

Report date: Thursday, July 09, 2015 10:18:14 AM

Page 1 of 2

Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: -SAMPLE48
Sample note:	0% 320 W -ari s
Submission time:	Wednesday, July 08, 2015 12:13:41 PM
Operator:	
Injection date:	Wednesday, July 08, 2015 12:13:46 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Thursday, July 09, 2015 10:17:54 AM



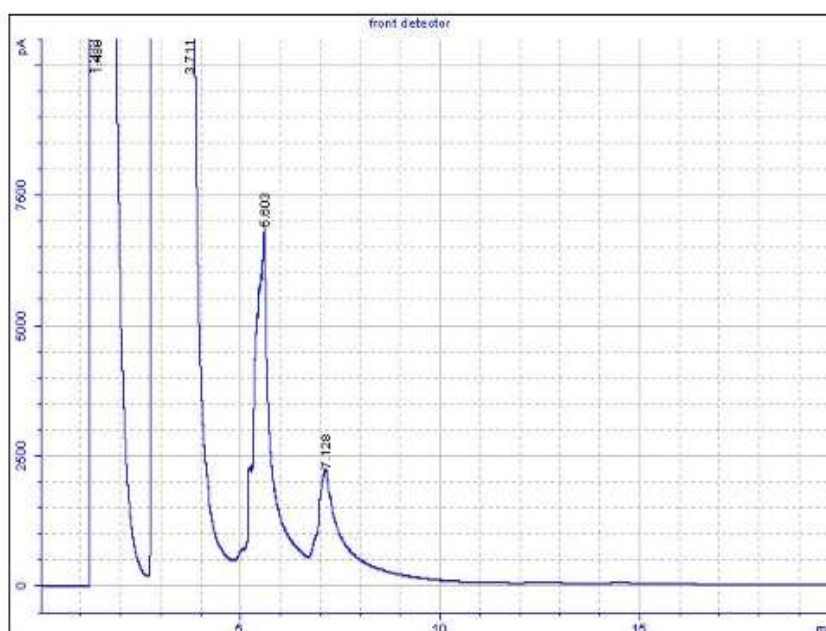
## 2. Katalis 1% CuO/Silika gel

Report date: Thursday, July 09, 2015 10:16:14 AM

Page 1 of 2

### Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: -SAMPLE49
Sample note:	320 w 1% ari s
Submission time:	Wednesday, July 08, 2015 2:19:17 PM
Operator:	
Injection date:	Wednesday, July 08, 2015 2:20:42 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Thursday, July 09, 2015 10:15:44 AM



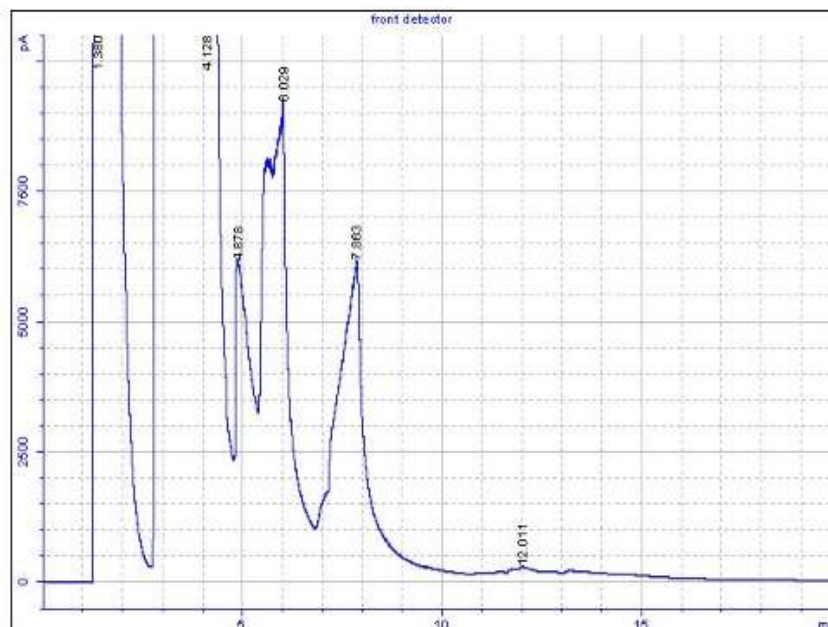
### 3. Katalis 2% CuO/Silika gel

Report date: Thursday, July 09, 2015 10:13:21 AM

Page 1 of 2

#### Agilent Certity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: -SAMPLE50
Sample note:	320 w 2% ari s
Submission time:	Wednesday, July 08, 2015 2:21:11 PM
Operator:	
Injection date:	Wednesday, July 08, 2015 2:44:27 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Thursday, July 09, 2015 10:13:14 AM



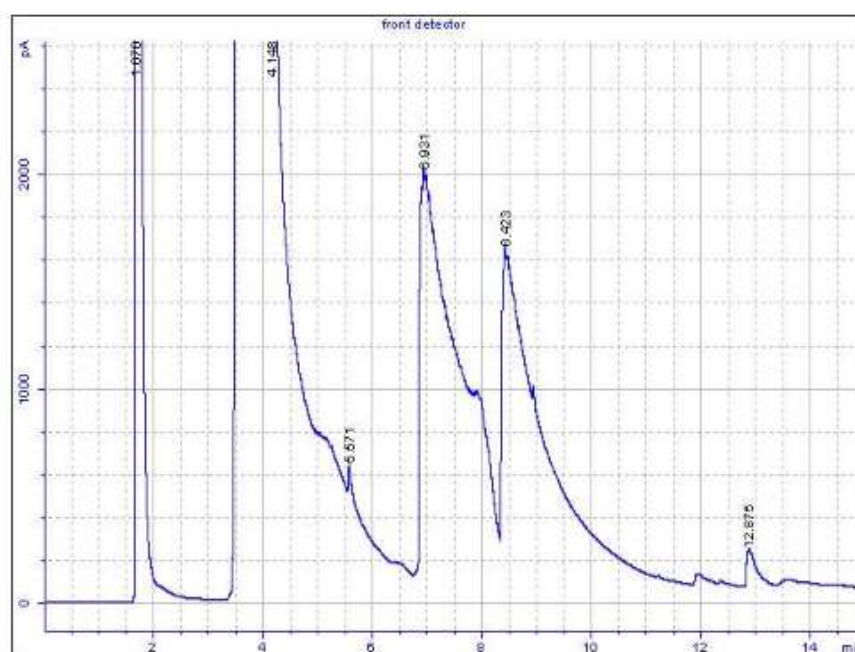
#### 4. Katalis 4% CuO/Silika gel

Report date: Wednesday, May 27, 2015 10:38:37 AM

Page 1 of 2

##### Agilent Cerity QA/QC Report

Sample name:	*Reprocessed: --SAMPLE36
Sample note:	320 watt 3 menit
Submission time:	Tuesday, May 26, 2015 1:11:12 PM
Operator:	
Injection date:	Tuesday, May 26, 2015 2:31:42 PM
GC Description:	GC1
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Wednesday, May 27, 2015 10:38:28 AM



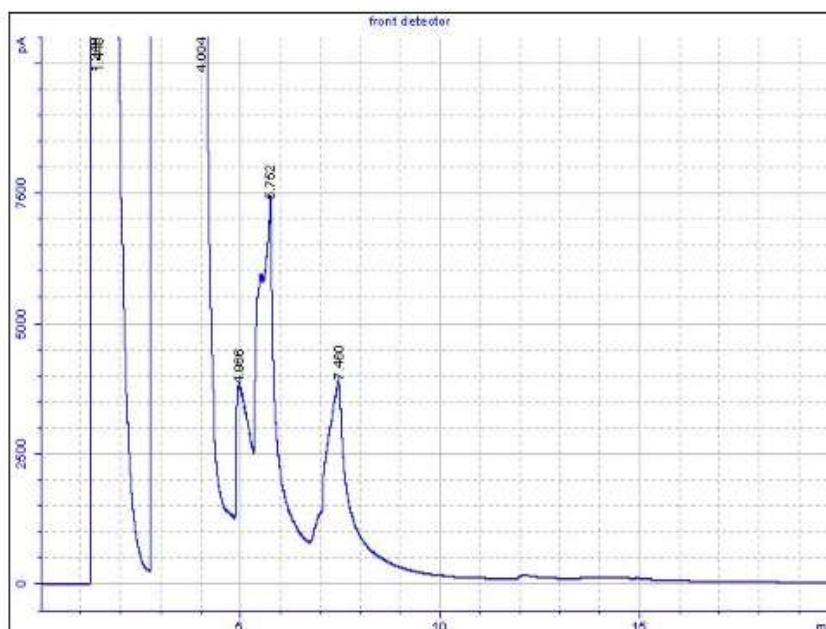
## 5. Katalis 8% CuO/Silika gel

Report date: Thursday, July 09, 2015 10:14:38 AM

Page 1 of 2

### Agilent Certity QA/QC Report

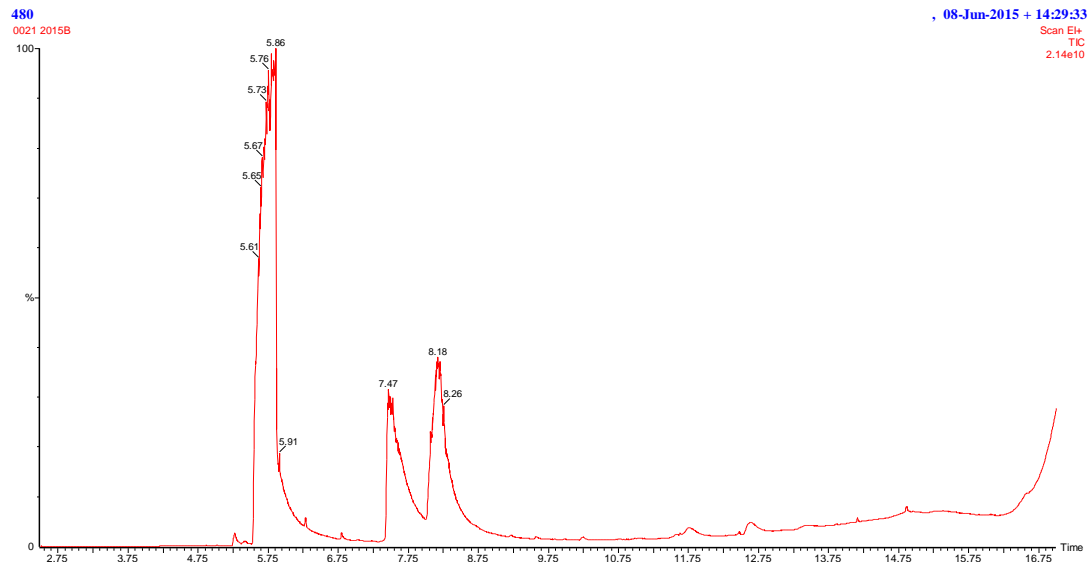
Sample name:	*Reprocessed: -SAMPLE51
Sample note:	320 w 8% ari s
Submission time:	Wednesday, July 08, 2015 2:21:13 PM
Operator:	
Injection date:	Wednesday, July 08, 2015 3:08:23 PM
GC Description:	GC1 - SN: CN10713006
Signal description:	FID1 A, front detector
Method:	Hidroquinone
Method last saved:	Thursday, July 09, 2015 10:14:18 AM





## Lampiran 6. Hasil Analisa GC-MS

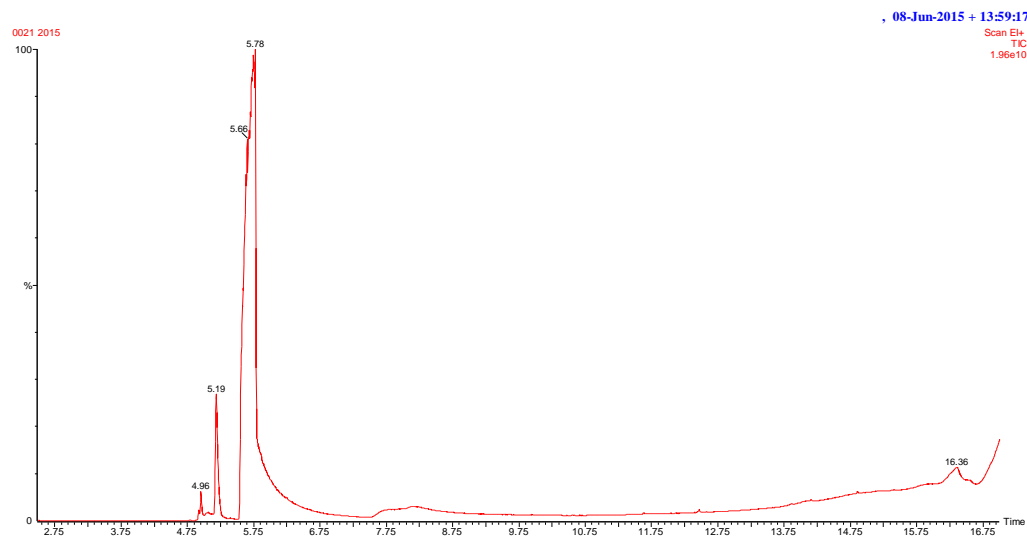
### a. Hasil analisa GC-MS katalis 4% CuO/Silika gel dengan kondisi daya 320 W selama 3 menit



Analisis kromatogram peak oksidasi fenol waktu reaksi 3 menit dengan daya 160 W

RT	Konsentrasi (%)	Komponen
5.86	65.25	2,4-Hexadienenitrile/ (2E,4E)-2,4-Hexadienenitrile
7.47	16.76	1,2-Benzenediol / Pyrocatechol / o-Benzenediol
8.176	17.99	Hydroquinone / 1,4-Benzenediol / p-Benzenediol

### b. Hasil analisa GC-MS katalis 4% CuO/Silika gel dengan kondisi daya 320 W selama 3 menit



Analisis kromatogram peak oksidasi fenol katalis 4% CuO/Silika gel dengan kondisi daya 320 W selama 3 menit

RT	Konsentrasi (%)	Komponen
5.86	65.25	2,4-Hexadienenitrile/ (2E,4E)-2,4-Hexadienenitrile
7.47	16.76	1,2-Benzenediol / Pyrocatechol / o-Benzenediol
8.176	17.99	Hydroquinone / 1,4-Benzenediol / p-Benzenediol

### Lampiran 7. Dokumentasi



Pasir kuarsa



Pasir kuarsa setelah pemurnian



Serbuk silika gel



Microwave untuk oksidasi fenol



Hasil reaksi oksidasi fenol



Katalis setelah diimpregnasi dan dioven



Katalis setelah dikalsinasi