

**DEGRADASI ZAT WARNA METHYL ORANGE
MENGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2 -ZEOLIT**

SKRIPSI

Oleh:
BETY DIAN AGUSTIN
0710923030-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

**DEGRADASI ZAT WARNA METHYL ORANGE
MENGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2 -ZEOLIT**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh:

BETY DIAN AGUSTIN

0710923030-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**DEGRADASI ZAT WARNA METHYL ORANGE
MENGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2 -ZEOLIT**

Oleh :
BETY DIAN AGUSTIN
0710923030-92

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Sri Wardhani, M.Si
NIP. 19680226 199203 2 001

Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc
NIP. 19810620 200501 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
Nip. 19630404 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Bety Dian Agustin

NIM : 0710923030

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul : Degradasi Zat Warna *Methyl Orange*

Menggunakan Fotokatalis TiO_2 -Zeolit

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Agustus 2011

Yang menyatakan,

(Bety Dian Agustin)

NIM. 0710923030

DEGRADASI ZAT WARNA *METHYL ORANGE* MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2 -ZEOLIT

ABSTRAK

Kandungan zat warna *methyl orange* yang berlebihan dalam limbah cair tekstil dapat mencemari lingkungan jika langsung dibuang dan tidak diolah dengan baik. Kandungan *methyl orange* dalam limbah cair tekstil dapat dikurangi kadarnya melalui proses degradasi dengan bantuan semikonduktor fotokatalis. Pada penelitian ini telah dilakukan kajian fotodegradasi zat warna *methyl orange* oleh sinar UV dengan menggunakan katalis TiO_2 - zeolit. Proses katalisis dari katalis TiO_2 - zeolit dipengaruhi oleh jumlah konsentrasi TiO_2 yang diimpregnasi pada zeolit, konsentrasi zat warna *methyl orange*, dan lama penyinaran dari sinar UV. Konsentrasi TiO_2 yang diimpregnasi pada zeolit adalah 5, 10, dan 15 mmol/g zeolit. Dengan menggunakan katalis TiO_2 - zeolit dilakukan proses degradasi selama 30, 40, 50, 60, dan 70 menit. Konsentrasi *methyl orange* yang digunakan adalah 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm. Berdasarkan penelitian diperoleh hasil konsentrasi *methyl orange* yang memberikan hasil optimum adalah 40 ppm, waktu reaksi optimum 60 menit dan konsentrasi optimum TiO_2 dalam zeolit adalah 15 mmol/g zeolit. Pada kondisi optimum ini diperoleh jumlah pengurangan konsentrasi *methyl orange* 44,90 %. Karakterisasi dari katalis TiO_2 -zeolit 15 mmol/g zeolit sebagai katalis optimum dengan spektrofotometer inframerah menghasilkan puncak serapan yang melebar pada bilangan gelombang 665,40 cm^{-1} dan 551,10 cm^{-1} menunjukkan adanya TiO_2 . Sedangkan melalui penentuan bilangan metilen biru diperoleh nilai bilangan metilen biru yaitu 134,20 mg/g.

DEGRADATION OF METHYL ORANGE USING TiO_2 - ZEOLITE PHOTOCATALYST

ABSTRACT

The accumulation of methyl orange in water environment can be dangerous to human health, hence the amount of methyl orange in environment have to be controlled. The concentration of methyl orange from textile waste could be reduced through degradation process using semiconductor photocatalyst. In this research, study of methyl orange photodegradation by UV rays using TiO_2 – zeolite catalyst was carried out. The catalytic activity of TiO_2 – zeolite are affected by the amount of TiO_2 concentration that impregnated in zeolite, the concentration of methyl orange, and the time length of UV rays that were given. The concentrations of TiO_2 that impregnated in zeolite were 5, 10, and 15 mmol/g zeolite. The photodegradation by TiO_2 – zeolite were conducted in 30, 40, 50, 60, and 70 minutes. The concentrations of methyl orange used were 20, 40, 60, 80, and 100 ppm. The result shows that optimum concentration of methyl orange was 40 ppm, optimum reaction time was 60 minutes, and the optimum concentration of TiO_2 that impregnated in zeolite was 15 mmol/g zeolite. At this optimum condition, the concentration of methyl orange was reduced until 44.90%. The characterisation of TiO_2 – zeolite catalyst at 15 mmol/g zeolite using infrared spectrophotometer showed broad absorption peaks at 665.40 cm^{-1} and 551.10 cm^{-1} , which indicate the presence of TiO_2 . Moreover, the catalyst has methylene blue number of 134.20 mg/g.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, atas rahmat dan kasihNya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul: **DEGRADASI ZAT WARNA METHYL ORANGE MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2 -ZEOLIT**

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, Msi selaku pembimbing I dan Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc selaku pembimbing II atas bimbingan, pengarahan, dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan skripsi.
2. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
3. Arie Srihardyastutie S.Si, M.Kes. selaku Dosen Penasehat Akademik yang telah memberikan arahan kepada penulis selama menempuh studi di Jurusan Kimia Universitas Brawijaya
4. Dr. Diah Mardiana, MS., Drs. Sutrisno M.Si., Dr. Atikah, Apt.M.Si. dan Dr. Rurini Retnowati, M.Si. selaku Penguji atas bimbingan, pengarahan, dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan akhir skripsi
5. Bapak, Ibu, dan Saudara - saudaraku yang tercinta yang selalu membantu baik moril maupun materiil.
6. Seluruh Bapak dan Ibu dosen yang selama ini membimbing penulis
7. Seluruh staf Pengajaran Kimia dan staf Laboran Kimia yang telah membantu keperluan penulis dalam menyelesaikan skripsi.
8. Rekan-rekan dan keluarga kimia 2007 serta rekan-rekan yang lain atas segala bantuan, dukungan dan doa-nya.

Akhirnya dengan segala keterbatasan, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak untuk perbaikan naskah skripsi ini sehingga dapat berguna bagi pembaca.

Malang, Agustus 2011

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Zeolit sebagai pengemban	5
2.2 Aktivasi Zeolit	6
2.3 TiO ₂ sebagai Fotokatalis	7
2.4 Impregnasi (pengembanan) TiO ₂	9
2.5 Degradasi Zat Warna <i>Methyl Orange</i>	10
2.6 Analisa Kadar <i>Methyl Orange</i> Sisa Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis	13
2.7 Karakterisasi TiO ₂ -Zeolit Menggunakan Spektrofotometer Inframerah	14
2.8 Penentuan Bilangan Metilen Biru	15
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	17
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	17
3.2.1 Bahan penelitian	17
3.2.2 Alat penelitian	17
3.3 Metode Penelitian	17
3.4 Cara Kerja Penelitian	18
3.4.1 Preparasi zeolit alam dengan aktivasi asam	18

3.4.2 Proses impregnasi fotokatalis TiO ₂ -zeolit.	18
3.4.3 Uji fotodegradasi <i>methyl orange</i> melalui variasi lama penyinaran dan konsentrasi <i>methyl orange</i> menggunakan katalis TiO ₂ – zeolit.	19
3.4.4 Uji fotodegradasi <i>methyl orange</i> melalui variasi jumlah TiO ₂ terimpregnasi zeolit.....	19
3.4.5 Pengukuran kadar <i>methyl orange</i> secara spektrofotometri.....	20
3.4.5.1 Penentuan panjang gelombang maksimum .	20
3.4.5.2 Pembuatan kurva baku	20
3.4.5.3 Penentuan kadar <i>methyl orange</i> dengan spektronik-20	20
3.4.6 Karakterisasi katalis TiO ₂ – zeolit	21
3.4.6.1 Penentuan gugus senyawa penyusun TiO ₂ -Zeolit	21
3.4.6.2 Penentuan bilangan metilen biru	21
3.4.6.2.1 Penentuan panjang gelombang maksimum.....	21
3.4.6.2.2 Pembuatan kurva baku metilen biru	21
3.4.6.2.3 Penentuan kadar larutan metilen biru dalam larutan sampel	21
3.5 Analisa Data	22
3.5.1. Penentuan persamaan regresi linier dari grafik kurva baku.....	22
3.5.2 Penentuan konsentrasi metilen biru yang teradsorpsi serta bilangan metilen biru.....	22
3.5.3. Penentuan persen <i>methyl orange</i> terdegradasi.....	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Uji Fotodegradasi <i>Methyl Orange</i> Menggunakan Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit	24
4.1.1 Pengaruh lama penyinaran dan konsentrasi <i>methyl</i> <i>orange</i> terhadap degradasi <i>methyl orange</i>	24
4.1.2 Pengaruh jumlah TiO ₂ terimpregnasi pada zeolit terhadap degradasi <i>methyl orange</i>	27
4.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO ₂ – Zeolit	29
4.2.1 Penentuan gugus fungsi menggunakan	

spektrofotometer inframerah.....	29
4.2.2 Penentuan bilangan metilen biru katalis	
TiO ₂ – zeolit dan zeolit	31
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	33
5.1 Kesimpulan	33
5.2 Saran	33
DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN	38



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur kerangka senyawa aluminosilikat 5
Gambar 2.2	Aktivasi zeolit dengan HCl 7
Gambar 2.3	Proses fotokonduksi pada permukaan fotokatalis semikonduktor menghasilkan radikal hidroksil 9
Gambar 2.4	<i>Methyl orange</i> sebagai senyawa azo aromatik... 11
Gambar 2.5	Tahapan reaksi degradasi senyawa azo <i>methyl orange</i> 12
Gambar 2.6	Struktur metilen biru 16
Gambar 4.1.	Grafik konsentrasi <i>methyl orange</i> terhadap lama penyinaran (menit) menggunakan fotokatalis TiO ₂ – zeolit 10 mmol/g zeolit dan sinar UV ... 25
Gambar 4.2.	Grafik pengurangan jumlah <i>methyl orange</i> terhadap konsentrasi <i>methyl orange</i> menggunakan fotokatalis TiO ₂ – zeolit 10 mmol/g zeolit dan waktu reaksi 60 menit 26
Gambar 4.3.	Grafik pengurangan jumlah <i>methyl orange</i> terhadap jumlah TiO ₂ terimpregnasi/g zeolit dengan konsentrasi <i>methyl orange</i> 40 ppm dan waktu reaksi 60 menit..... 27
Gambar 4.4	Diagram perbandingan hasil uji fotodegradasi <i>methyl orange</i> menggunakan berbagai perlakuan selama 60 menit dan <i>methyl orange</i> 40 ppm..... 29
Gambar 4.5	Spektra katalis TiO ₂ – zeolit 15 mmol/g zeolit dan zeolit alam teraktivasi..... 31
Gambar 4.6.	Grafik bilangan metilen biru katalis TiO ₂ – zeolit dan zeolit 32
Gambar L.3.1	Grafik penentuan panjang gelombang maksimum <i>methyl orange</i> 46
Gambar L.3.2	Grafik kurva baku <i>methyl orange</i> 48
Gambar L.5.1	Grafik penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru 67
Gambar L.5.2	Kurva baku larutan metilen biru 68
Gambar L.6.1	Kotak reaktor untuk uji fotokatalitik 72

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Perbandingan serapan gugus fungsional dari zeolit alam dan TiO_2 -zeolit	30
Tabel L.1.1 Pembuatan katalis TiO_2 – zeolit dengan impregnasi logam TiO_2 pada zeolit	38
Tabel L.1.2 Pembuatan larutan <i>methyl orange</i> berbagai konsentrasi, pengenceran dari larutan <i>methyl orange</i> 1000 mg/L	38
Tabel L.1.3 Pembuatan larutan kurva baku <i>methyl orange</i> dengan berbagai konsentrasi, dibuat dengan pengenceran dari larutan <i>methyl orange</i> 100 mg/L	39
Tabel L.1.4 Pembuatan larutan metilen biru 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 ppm	41
Tabel L.3.1 Data absorbansi larutan <i>methyl orange</i> konsentrasi 6 ppm pada berbagai panjang gelombang	46
Tabel L.3.2 Perhitungan regresi kurva baku <i>methyl orange</i>	47
Tabel L.3.3 Data absorbansi dan pH larutan kurva baku <i>methyl orange</i>	48
Tabel L.4.1 Hasil uji fotodegradasi <i>methyl orange</i> menggunakan variasi lama penyinaran dan konsentrasi <i>methyl orange</i>	49
Tabel L.4.2 Hasil uji degradasi <i>methyl orange</i> menggunakan variasi jumlah TiO_2 terimpregnasi pada zeolit	56
Tabel L.4.3 Hasil uji degradasi <i>methyl orange</i> menggunakan berbagai perlakuan	65
Tabel L.4.4 Perbedaan persen degradasi hasil uji degradasi <i>methyl orange</i> menggunakan berbagai perlakuan	58
Tabel L.5.1. Data penentuan kurva baku larutan metilen biru pada berbagai konsentrasi.....	68
Tabel L.5.2. Data adsorpsi metilen biru oleh katalis TiO_2 - zeolit	69

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Perhitungan dan Pembuatan Larutan..... 38
Lampiran 2	Diagram Alir Penelitian 42
Lampiran 3	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Pembuatan Kurva Baku <i>Methyl Orange</i> 46
Lampiran 4	Data Hasil Penelitian 49
Lampiran 5	Penentuan bilangan metilen biru katalis TiO_2 – zeolit menggunakan metode metilen biru 67
Lampiran 6	Kotak Reaktor Untuk Uji Fotokatalitik 72



BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Salah satu dampak negatif dari perkembangan industri tekstil adalah menghasilkan limbah cair yang dapat mencemari lingkungan. Dengan sifat toksisitas tinggi dan sulit untuk diuraikan (*non-biodegradable*), limbah tekstil ini menjadi masalah baru jika langsung dibuang ke lingkungan (Christina dkk., 2007). Salah satu penyebab tingginya tingkat pencemaran adalah banyaknya zat warna tekstil yang digunakan (Manurung, 2004). Zat warna tekstil umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus benzena dengan sifat *non-biodegradable*. Dengan kandungan sekitar 60 % - 70 % zat warna azo dalam limbah tekstil sangat berpengaruh sebagai zat pencemar. Salah satu zat warna azo yang sering digunakan sebagai pewarna tekstil adalah *methyl orange* (Christina dkk., 2007).

Beberapa metode pengolahan limbah zat warna yang sering digunakan antara lain koagulasi, flokulasi, oksidasi maupun ozonisasi, namun memerlukan biaya tinggi (Gong, 2007 dalam Nurani, 2010). Beberapa penelitian menunjukkan hasil efektif dalam degradasi senyawa organik, terutama zat warna menggunakan semikonduktor fotokatalis (Rokhmah, 2010). Semikonduktor fotokatalis mempunyai kelebihan antara lain adalah biayanya murah, prosesnya relatif cepat, tidak beracun dan punya kemampuan penggunaan jangka panjang (Dhamayanti dkk., 2005). Diantara semikonduktor lain seperti Al_2O_3 , ZnO , CdO , dan SnO_2 (Wahyuni dkk., 2003), TiO_2 merupakan semikonduktor dengan kinerja terbaik karena efisiensi oksidasinya tinggi, murah dan produk samping yang tidak terlalu signifikan (Darajat dkk., 2008).

Penggunaan semikonduktor TiO_2 dengan radiasi sinar UV dapat mengeksitasi elektron pada pita valensi TiO_2 menuju ke pita konduksi sehingga menghasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Elektron dan *hole* tersebut bereaksi dengan O_2 terlarut dan H_2O untuk menghasilkan spesies oksigen aktif seperti superoksida radikal dan hidroksil radikal yang dapat mendegradasi senyawa organik (Rokhmah, 2010).

Beberapa penelitian menunjukkan adanya peningkatan efisiensi fotodegradasi senyawa organik oleh semikonduktor yang diimbangkan pada suatu adsorben seperti karbon aktif (Rokhmah, 2010) dan zeolit (Wijaya dkk., 2006). Pengembangan akan memberikan dasar yang stabil sehingga dapat memperpanjang waktu pakai dan luas permukaan pengembangan yang besar akan meningkatkan dispersi logam. Keuntungan menggunakan zeolit sebagai pengembangan karena zeolit memiliki struktur berpori dan luas permukaan spesifik tinggi. Zeolit merupakan suatu adsorben yang memiliki struktur kimia terdiri dari silika alumina terhidrat dan mengandung kation yang dapat dipertukarkan (Srihapsari, 2006).

Disebutkan pada penelitian Slamet (2008) mengenai peningkatan aktivitas fotokatalis dengan pengembangan zeolit, yaitu menggunakan TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit dan meningkat sebanyak 50% dibandingkan dengan TiO_2 yang tidak diimbangkan. Sedangkan penelitian Wijaya (2006) menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit untuk degradasi zat warna *congo red*, diperoleh pengurangan konsentrasi *congo red* sebesar 99% selama 60 menit.

Menurut Rashed dan El-Amin (2007), konsentrasi *methyl orange* memberikan pengaruh pada proses fotodegradasi menggunakan katalis oksida logam, dengan kenaikan konsentrasi *methyl orange* dari konsentrasi 10^{-7} M hingga 10^{-4} M maka persen degradasi *methyl orange* akan menurun. Pemberian sinar UV pada semikonduktor dapat menghasilkan $\bullet\text{OH}$ yang berfungsi sebagai oksidator untuk mendegradasi *methyl orange* (Dhamayanti, dkk., 2005). Berdasarkan penelitian Jia (2010) disebutkan bahwa semakin banyak konsentrasi oksida logam TiO_2 sebagai sumber penghasil $\bullet\text{OH}$ akan meningkatkan kecepatan degradasi dalam proses fotodegradasi polutan zat warna. Sedangkan Dhamayanti, dkk. (2005) menyebutkan bahwa lama penyinaran dengan sinar UV akan mempengaruhi aktivitas fotokatalitik, semakin lama penyinaran akan berpengaruh terhadap banyaknya $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan karena jumlah foton yang mengenai sistem bertambah banyak.

Belum ada kajian mengenai pengaruh variasi jumlah oksida logam TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit disertai dengan variasi konsentrasi *methyl orange*. Oleh karena itu, penelitian ini akan mengkaji kemampuan fotokatalis TiO_2 -zeolit yang digunakan untuk degradasi zat warna *methyl orange* dengan parameter yaitu variasi

lama penyinaran, konsentrasi *methyl orange* dan jumlah oksida logam TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit, serta dilakukan karakterisasi untuk mengetahui telah terbentuknya fotokatalis TiO_2 -zeolit melalui spektrofotometer inframerah dan untuk mengetahui pengaruh proses adsorpsi fotokatalis pada saat proses fotodegradasi dilakukan penentuan bilangan metilen biru.

1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dikemukakan di atas, dapat dirumuskan permasalahan:

1. Bagaimana pengaruh variasi lama penyinaran, konsentrasi *methyl orange*, dan jumlah oksida logam TiO_2 dalam mendegradasi zat warna *methyl orange* menggunakan sinar UV?
2. Bagaimana hasil karakterisasi TiO_2 -zeolit menggunakan spektrofotometer inframerah dan penentuan bilangan metilen biru?

1.3. Batasan Masalah

Berdasarkan perumusan masalah di atas maka batasan masalah penelitian ini:

1. Zeolit yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam dari Turen.
2. Variasi jumlah konsentrasi TiO_2 yang diimpregnasi ke dalam zeolit adalah 5, 10, dan 15 mmol TiO_2 / g zeolit
3. Instrumentasi yang digunakan antara lain spektrofotometer inframerah dan spektronik-20
4. Karakterisasi dengan spektrofotometer inframerah dilakukan pada katalis TiO_2 -zeolit yang memberikan hasil degradasi *methyl orange* optimum.

1.4. Tujuan

Dari perumusan masalah tersebut, penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui pengaruh variasi lama penyinaran, konsentrasi *methyl orange* dan jumlah oksida logam TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit menggunakan fotokatalis TiO_2 -

zeolit dalam mendegradasi zat warna *methyl orange* menggunakan radiasi sinar UV

2. Mengetahui hasil karakterisasi fotokatalis TiO_2 - zeolit menggunakan spektrofotometer inframerah dan penentuan bilangan metilen biru menggunakan metode metilen biru.

1.5. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan alternatif efektif dalam mengurangi kadar zat warna *methyl orange* dengan proses fotodegradasi dari fotokatalis TiO_2 - zeolit.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Zeolit sebagai Pengemban

Zeolit merupakan material berpori yang penggunaannya sangat luas. Kegunaan zeolit didasarkan atas kemampuannya melakukan pertukaran ion (*ion exchanger*), adsorpsi (*adsorption*) dan katalisator (*katalist*). Zeolit memiliki bentuk kristal yang sangat teratur dengan rongga yang saling berhubungan ke segala arah yang menyebabkan luas permukaan zeolit sangat besar sehingga sangat baik digunakan sebagai adsorben. Selain sebagai adsorben, zeolit juga dapat digunakan sebagai katalis. Keberadaan zeolit sebagai mineral bumi di Indonesia cukup berlimpah dan di negara-negara maju telah banyak dipakai di berbagai bidang (Sujarwadi, 1997).

Zeolit memiliki struktur kristal aluminasilikat yang berbentuk rangka (*framework*) tiga dimensi, mempunyai rongga dan saluran serta mengandung ion-ion logam seperti Na, K, Mg, Ca dan Fe serta molekul air. Struktur zeolit berdasarkan pada unit sel kristal yang paling kecil adalah sebagai berikut (Sujarwadi, 1997):



Dimana :

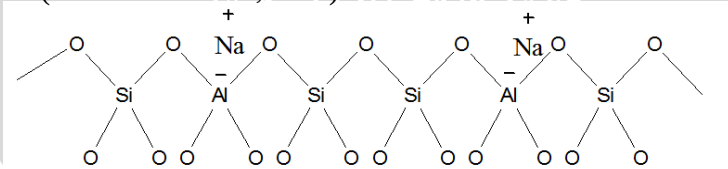
M : kation (biasanya Na, K, Mg atau Ca)

n : valensi kation

x,y : jumlah total tetrahedral per unit sel

w : banyaknya molekul air yang terkandung

Struktur kerangka senyawa aluminosilikat terdiri dari dua bagian yaitu bagian netral dan bagian bermuatan, seperti pada Gambar 2.1 berikut (Smart dan Moore, 1992) :



Gambar 2.1 Struktur kerangka senyawa aluminosilikat

Zeolit sebagai katalis mempunyai keunggulan yang disebabkan karena struktur kristal yang sangat teratur, ukuran pori yang seragam dan adanya gugus hidroksil yang sangat asam yang merupakan situs aktif dalam katalisis (Setyawan dan Handoko, 2002). Pemakaian zeolit sebagai katalis telah banyak digunakan, salah satunya sebagai katalis dalam proses konversi senyawa ABE menjadi hidrokarbon (Setiadi dan Pratiwi, 2007), pengembunan dengan logam Cr (Setyawan dan Handoko, 2002) dan pengembunan dengan Fe_2O_3 untuk meningkatkan keasamannya (Trisunaryanti dkk, 2007). Keuntungan menggunakan zeolit sebagai pengembunan karena zeolit memiliki struktur berpori dan luas permukaan spesifik tinggi (Setyawan dan Handoko, 2002).

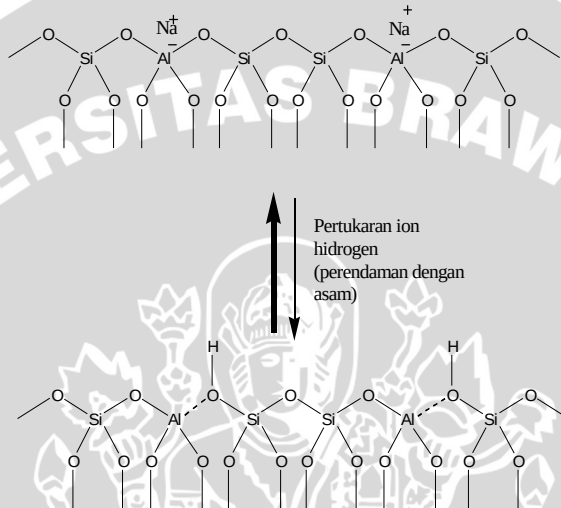
Metode pembuatan katalis logam-pengembunan yang sering digunakan adalah impregnasi. Setyawan dan Handoko (2002) telah melakukan preparasi katalis Cr/zeolit alam dengan metode impregnasi. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa impregnasi logam pada pengembunan dapat meningkatkan keasaman dan luas permukaan spesifik.

2.2. Aktivasi Zeolit

Kualitas zeolit alam dapat ditingkatkan melalui proses aktivasi. Aktivasi ini dapat dilakukan dengan dua cara, yang pertama secara fisik dengan cara pemanasan (kalsinasi), pemanasan ini dapat menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit sehingga jumlah pori dan luas permukaan spesifiknya bertambah (Suyartono dan Husaini, 1991). Yang kedua dengan cara penambahan zat kimia. Reagen kimia yang dapat digunakan untuk proses aktivasi zeolit alam adalah larutan asam. Setianingsih (2001) telah melakukan aktivasi zeolit dengan menggunakan HCl. Ada pula yang telah mempelajari aktivasi zeolit menggunakan HCl dengan berbagai variasi konsentrasi dimana daya adsorpsi optimum zeolit pada konsentrasi 0,4 M (Nirwana, 2002).

Aktivasi dengan penambahan asam dimaksudkan untuk menggantikan semua kation-kation yang ada pada zeolit dengan ion H^+ . Ion H^+ tersebut yang akan mengaktifkan permukaan zeolit. Terbentuknya zeolit yang teraktivasi ini akan mempercepat pembentukan asam Lewis sehingga dapat menyerap kation dibandingkan dengan zeolit tanpa aktivasi (Suyartono dan Husaini,

1991). Selain itu, aktivasi menggunakan asam dapat membersihkan permukaan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali tukar kation Na^+ , K^+ , Ca^+ yang keluar dari zeolit. Reaksi pergantian ion logam yang ada dalam zeolit dengan ion hidrogen akibat dari aktivasi zeolit dengan HCl yaitu (Edward dan Rees, 1987):



Gambar 2.2 Aktivasi zeolit dengan HCl

2.3. TiO_2 sebagai Fotokatalis

TiO_2 merupakan salah satu katalis yang paling stabil mempunyai sifat inert yang baik secara biologis maupun secara kimia, stabil terhadap korosi dan merupakan oksidator kuat (Zilfa dkk., 2009).

TiO_2 digunakan sebagai fotokatalis karena mempunyai aktivitas fotokatalis yang tinggi, mudah didapat serta mempunyai kestabilan kimia dan ketahanan fotokorosi yang baik dalam semua kondisi reaksi (Slamet dkk., 2008). Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan bahwa aktivitas TiO_2 dapat dimanfaatkan untuk fotodegradasi zat warna dan senyawa organik dari limbah cair industri tekstil (Zilfa dkk., 2009).

Titanium Polimorf TiO_2 ada tiga jenis, yaitu anatase, brookite dan rutile. Rutile merupakan struktur kristal yang benar-benar stabil dari titania. Anatase bersifat metastabil. Anatase TiO_2 berguna sebagai pigmen dan fotokatalis. (Rokhmah, 2010). Namun celah pita

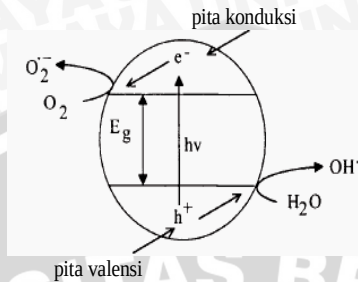
pada rutil adalah 3,05 eV lebih rendah daripada perbedaan celah pita pada anatase, yaitu 3,29 eV. Sehingga menyebabkan adanya perbedaan permukaan aktif yang terbentuk ketika permukaan TiO₂ terkena pemanasan pada temperatur tinggi. Bagian permukaan ini disebut sisi aktif tempat terjadinya aktivitas adsorpsi (Ismunandar, 2006).

Dalam reaksi fotodegradasi, fotokatalis oksida logam berperan sebagai penyedia radikal OH jika oksida tersebut dikenai radiasi sinar UV. Radikal ini akan bertindak sebagai oksidator yang sangat efektif untuk mendegradasi senyawa-senyawa organik (Wahyuni, 2003). Reaksi yang berlangsung pada oksida logam TiO₂ saat digunakan untuk degradasi *methyl orange* adalah sebagai berikut (Barka,N., 2010):



Persamaan 2.1 menunjukkan bahwa elektron pada semikonduktor TiO₂ akan mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi dan meninggalkan hole positif (h^+) pada pita valensi setelah dikenai radiasi foton ($h\nu$). Elektron pada pita konduksi akan bereaksi dengan O₂ terlarut menghasilkan radikal superoksida ($\bullet\text{O}_2$) seperti pada Persamaan 2.2, sedangkan hole positif (h^+) bereaksi dengan H₂O menghasilkan radikal $\bullet\text{OH}$ dan H⁺. Radikal $\bullet\text{OH}$ ini yang akan berperan sebagai oksidator dalam degradasi *methyl orange* dan menghasilkan intermediet yang selanjutnya bereaksi dengan $\bullet\text{OH}$ kembali dan menghasilkan CO₂ dan H₂O (Persamaan 2.4 dan 2.5).

Proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi setelah menyerap foton (fotokonduksi) membentuk pasangan h^+_{pv} dan e^-_{pk} dapat terjadi sebagai berikut (Darajat, dkk., 2008)



Gambar 2.3 Proses fotokonduksi pada permukaan fotokatalis semikonduktor menghasilkan radikal hidroksil

2.4. Impregnasi (pengembanan) TiO_2

Pembuatan katalis berpengembanan meliputi dua tahap yaitu tahap memasukkan logam ke dalam pengembanan dan tahap aktivasi. Tahap memasukkan logam ke dalam pengembanan umumnya dikerjakan dengan metode impregnasi (Foger, 1984).

Prinsip metode impregnasi adalah pencampuran larutan garam dengan pengembanan kemudian dilanjutkan dengan pengeringan sehingga inti aktif terdispersi di permukaan pengembanan. Pengeringan biasanya dilakukan pada temperatur $100\text{--}120^\circ\text{C}$ yang bertujuan untuk menghilangkan bahan pelarut yang digunakan pada tahap impregnasi. Terdapat dua macam metode impregnasi yaitu (Foger, 1984):

1. Impregnasi dengan pembasahan. Pada metode ini pengembanan dibasahi dengan sejumlah larutan yang mengandung senyawa logam yang sesuai dengan volume pori pengembanan. Kemudian dikeringkan.
2. Impregnasi dengan perendaman. Bahan penyangga dicelupkan dalam larutan senyawa logam. Larutan diaduk selama beberapa waktu tertentu, disaring dan hasilnya dikeringkan. Cairan induknya dapat dimanfaatkan kembali. Setelah logam menempel pada pengembanan, kemudian dikeringkan dan dikalsinasi.

Wijaya (2006) melakukan pengembanan dengan cara membuat larutan oligomer terlebih dahulu, yaitu dari campuran 20 mL TiCl_4 9,01 M dan 4 mL HCl 6,0 M kemudian ditambahkan akuades dan diperam (aging) selama 8 jam. Pengembanan pada zeolit dilakukan dengan mencampurkan sedikit demi sedikit larutan oligomer pada

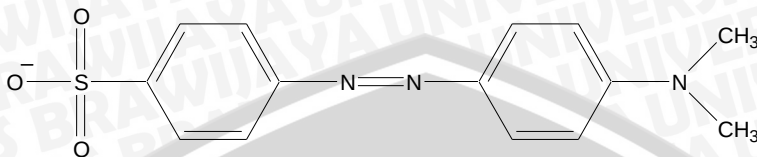
zeolit yang telah dicuci kemudian diaduk dengan kuat dan dipisahkan dengan sentrifugasi.

Fatimah (2006) melakukan pengembanan TiO_2 pada zeolit dengan menggunakan teknik dispersi mekanik titan dioksida ke dalam pori-pori dan permukaan zeolit alam yang diikuti dengan kalsinasi pada temperatur tinggi. Dilakukan dengan mencampurkan 100 g zeolit dengan 5 g TiO_2 dan ditambah 100 mL ethanol absolut sambil diaduk dengan pengaduk magnet kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 120 °C dan selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 400-500 °C .

Pengembanan TiO_2 pada zeolit menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik padatan dimungkinkan terjadi karena agregasi oksida Ti pada permukaan padatan sehingga menutupi pori-pori zeolit alam. Agregasi yang terjadi menyebabkan pembentukan rongga oksida Ti sendiri ditunjukkan dengan peningkatan rerata jejari pori dari TiO_2 /zeolit (Fatimah, dkk., 2005). Kemampuan fotokatalitik oksida logam akan meningkat jika ukuran partikel sangat kecil karena semakin kecil ukuran partikel, maka nilai E_g akan semakin besar. Partikel ini hanya dapat dipreparasi di dalam suatu *host material*, misalnya zeolit atau montmorillonit. *Host material* itu dapat membatasi partikel oksida tersebut (Dhamayanti, dkk., 2005).

2.5. Degradasi Zat Warna *Methyl Orange*

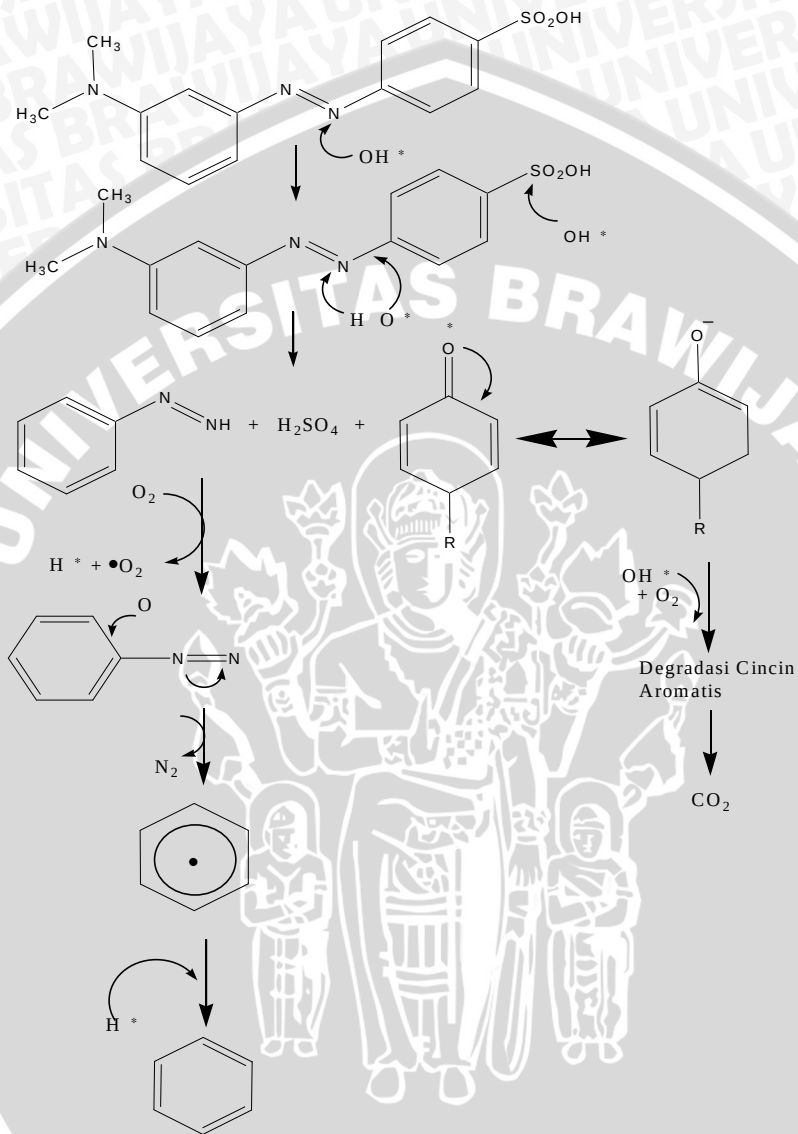
Methyl orange merupakan salah satu senyawa kimia azo aromatik yang diklasifikasikan sebagai zat kimia berbahaya karena bersifat karsinogenik. Golongan senyawa azo adalah golongan senyawa yang banyak digunakan dalam industri tekstil, kertas, farmasi maupun di laboratorium. Senyawa azo merupakan senyawa organik dengan rumus umum $\text{ArN}=\text{NAr}'$ atau $\text{RN}=\text{NR}'$, dimana Ar dan Ar' adalah gugus aromatik, sedangkan R dan R' adalah gugus alkil. Umumnya senyawa azo berwarna yang disebabkan adanya gugus azo $-\text{N}=\text{N}-$ dan karena itu banyak digunakan sebagai zat warna (Fessenden dan Fessenden, 1984). Akan tetapi kebanyakan zat warna azo bersifat karsinogenik dan termasuk senyawa *non-biodegradable* (Wang, dkk., 2005). Struktur *methyl orange* seperti yang terlihat pada Gambar 2.4:



Gambar 2.4 *Methyl orange* sebagai senyawa azo aromatik

Dalam dunia industri, *methyl orange* digunakan sebagai zat pewarna tekstil, sementara itu di laboratorium *methyl orange* digunakan sebagai indikator pada titrasi basa lemah dengan asam kuat, yang memiliki rentang pH berada di antara pH 3,1 (berwarna merah) sampai dengan pH 4,4 (berwarna orange-kuning) (Wang, dkk., 2005).

Reaksi degradasi *methyl orange* dapat diperkirakan seperti pada Gambar 2.5. Radikal hidroksil adalah radikal utama yang melakukan inisiasi degradasi pada gugus utama senyawa azo, dengan menghasilkan radikal fenil dan fenoksi. Pada tahap berikutnya dengan adanya oksigen terlarut, akan terjadi abstraksi ion hidrogen dan radikalnya, pada radikal fenil. Pada tahap lebih lanjut akan keluar gas nitrogen yang diikuti dengan proses reduksi pada radikal cincin benzena menjadi senyawa aromatik sederhana. Di sisi lain, gugus radikal fenoksi akan teroksidasi oleh radikal hidroksil menjadi gugus benzena (Christina, dkk., 2007).



Gambar 2.5 Tahapan reaksi degradasi senyawa azo *methyl orange*

2.6. Analisa Kadar *Methyl Orange* Sisa Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

Penyerapan sinar UV-Vis dibatasi pada sejumlah gugus fungsional/gugus kromofor (gugus dengan ikatan tidak jenuh) yang mengandung elektron valensi dengan tingkat eksitasi yang rendah. Dengan melibatkan 3 jenis elektron yaitu : sigma, phi dan non bonding elektron. Kromofor-kromofor organik seperti karbonil, alken, azo, nitrat dan karboksil mampu menyerap sinar ultraviolet dan sinar tampak. Serapan sinar dalam daerah spektrum UV-Vis tergantung pada transisi elektronik antara tingkat energi tertentu. Serapan oleh senyawa-senyawa organik disebabkan adanya elektron valensi yang dapat dieksitasi dari orbital ikatan atau orbital anti ikatan, yaitu $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$. Panjang gelombang sinar yang diserap merupakan ukuran dari tingkatan-tingkatan energi dari orbital-orbital yang bersangkutan. Walaupun demikian pada beberapa struktur elektronik, serapan tidak terjadi pada bagian dari daerah ultraviolet (Mulja dan Syahrani, 1989).

Pada sistem terkonjugasi, orbital π dari masing-masing ikatan rangkap berinteraksi membentuk suatu perangkat baru orbital ikatan dan orbital anti ikatan. Bila sistem terkonjugasi dalam molekul makin panjang (melibatkan lebih banyak atom yang berikatan π), perbedaan energi antara keadaan dasar dan keadaan tereksitasi untuk transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ makin kecil dan absorpsi akan terjadi pada panjang gelombang yang lebih besar (Cresswell dan Campbell, 1982).

Dari hukum Lambert dapat diketahui bahwa absorbansi (A) adalah anti logaritma dari transmitasi (T) (Mulja dan Syahrani, 1989):

$$A = -\log T = \log 1/T = \log I_0/I_1 \quad (2.6)$$

Penggabungan antara hukum Beer dan hukum Lambert menyatakan hubungan antara intensitas sinar yang diteruskan dengan konsentrasi suatu zat yang diamati dalam larutan (Mulja dan Syahrani, 1989):

$$A = -\log T = \log 1/T = \epsilon b c \quad (2.7)$$

Dimana, ϵ : koefisien ekstingsi
 b : tebal kuvet
 c : Konsentrasi

Penentuan kadar sisa *methyl orange* setelah fotodegradasi dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 466 nm (Dhamayanti, 2005).

2.7. Karakterisasi TiO_2 -Zeolit Menggunakan Spektrofotometer Inframerah

Spektrofotometer inframerah dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawa dan menganalisis campuran. Molekul dalam suatu senyawa menjadi sebuah objek yang bergetar karena pergerakan atom-atomnya yang dapat terulur dan menekuk (Khopkar, 1990). Spektroskopi inframerah digunakan untuk penentuan struktur, yakni informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul. Penentuan struktur ini dilakukan dengan melihat plot spektra inframerah yang terdeteksi oleh alat spektrofotometer inframerah. Spektra ini menyatakan jumlah radiasi inframerah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi atau bilangan gelombang (Srihapsari, 2006).

Spektra inframerah memberikan puncak-puncak maksimal yang jelas sebaik puncak minimumnya. Spektra absorpsi dibuat dengan bilangan gelombang pada sumbu x dan persentase transmittan (T) pada sumbu y. Bila dibandingkan dengan daerah UV-Vis, dimana energi dalam daerah ini dibutuhkan untuk transisi elektronik, maka radiasi inframerah hanya terbatas pada perubahan tingkat energi setingkat molekul. (Khopkar, 1990).

Analisis spektra inframerah dikelompokkan menjadi 2 bagian, yaitu pada bilangan gelombang $4000\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$ dan $1250\text{-}350\text{ cm}^{-1}$. Untuk identifikasi struktur dari zeolit diamati bahwa untuk kelompok pertama mengamati gugus yang bukan merupakan identitas spesifik dari struktur zeolit sedangkan kelompok kedua merupakan identitas spesifik dari struktur zeolit. Hasil pengamatan dengan spektrofotometer inframerah menunjukkan puncak-puncak yang spesifik (Srihapsari, 2006).

Karakterisasi zeolit menggunakan spektrofotometer inframerah memiliki pita serapan pada berbagai bilangan gelombang. Pita serapan pada daerah $3413,77\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur O-H dari molekul air (Srihapsari, 2006), dan $1635,52\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk gugus O-H dari molekul H_2O . Puncak $1043,42\text{ cm}^{-1}$ adalah serapan yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetris Si-O atau

Al-O (Srihapsari, 2006). Puncak 794,62 dan 777,26 cm^{-1} merupakan interpretasi dari serapan ikatan pada unit struktur utama zeolit yang berbentuk simetris, vibrasi tekuk Si-O pada jalinan eksternal (kerangka zeolit) (Srihapsari, 2006). Puncak 460,96 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari ikatan Si-O-Si yang merupakan interpretasi dari jalinan internal pada kerangka zeolit (Srihapsari, 2006). Adanya vibrasi Si-O dapat diamati pada beberapa bilangan gelombang, yaitu serapan kecil 1100 cm^{-1} , serapan melebar di daerah mendekati 800 cm^{-1} , dan serapan medium di daerah 500 cm^{-1} (Nyquist dan Kagel, 1971).

Adanya oksida logam TiO_2 dapat dianalisa menggunakan spektrofotometer inframerah yang ditunjukkan dengan adanya puncak yang melebar pada bilangan gelombang 600 – 700 cm^{-1} (Nyquist dan Kagel, 1971). Sedangkan Wijaya (2006) menyebutkan bahwa karakter TiO_2 ditunjukkan pada bilangan gelombang antara 690,5-420 cm^{-1} .

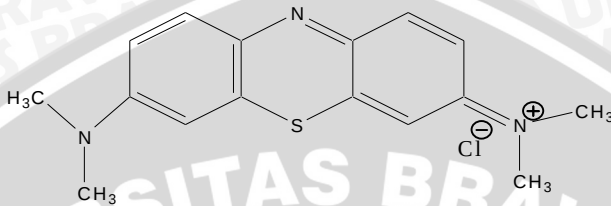
2.8. Penentuan Bilangan Metilen Biru

Dengan menggunakan metilen biru sebagai adsorbat dari katalis atau sampel yang digunakan maka akan diketahui daya adsorpsi dari katalis yang dipengaruhi oleh luas permukaan katalis (Riesthandie, 2010). Daya adsorpsi dari adsorben yang digunakan dapat ditunjukkan oleh bilangan metilen biru. Bilangan metilen biru dapat ditentukan dengan menambahkan adsorben seperti karbon aktif dengan larutan metilen biru dalam erlenmeyer dan kemudian dikocok. Setelah itu disaring dan filtrat diukur dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 625 nm bersama-sama dengan larutan metilen biru sebelum adsorpsi. Data absorbansi yang diperoleh diolah untuk mendapatkan bilangan metilen biru dengan satuan mg/g (Setianingsih, 2008).

Terdapat 3 tahap kerja dalam metode metilen biru, yaitu penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru pada rentang 500-700 nm, kemudian pembuatan kurva baku metilen biru, dan yang terakhir adalah penentuan konsentrasi metilen biru yang terserap (Riesthandie, 2010).

Metilen biru digunakan untuk menghitung luas permukaan spesifik suatu adsorben dengan ukuran yang sedang (ukuran mesopori) karena metilen biru memiliki penampang lintang sebesar

197,2 Å. Metilen biru memiliki berat molekul (BM) sebesar 319,85 g/mol (Scarlat dan Niculescu, 2003). Struktur metilen biru pada Gambar 2.6:



Gambar 2.6 Struktur metilen biru

Perhitungan bilangan metilen biru (mg/g) dapat dihitung menggunakan persamaan (Sharma, 2009):

$$q_{e(MB)} = \frac{V(C_{awal} - C_{sisa})}{W} \quad (2.8)$$

C_{awal} = konsentrasi metilen biru awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

C_{sisa} = konsentrasi metilen biru akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$C_{sisa} = X \cdot fp$

Dimana,

fp = faktor pengenceran

X = konsentrasi metilen biru pengukuran (ppm)

W = berat sampel (g)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

$q_{e(MB)}$ = bilangan metilen biru (mg/g)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dan perancangan alat dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik, dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang selama tiga bulan mulai bulan Maret sampai bulan Mei 2011.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam Turen Malang dan bahan kimia yang digunakan antara lain: TiO_2 , HCl pekat (37 %, $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$), *methyl orange*, metilen biru, AgNO_3 , ethanol 99 %, ethanol 96 % dan akuades.

3.2.2. Alat penelitian

Alat yang dipergunakan dalam penelitian ini antara lain oven merk Fisher scientific Isotemp oven model 655F, lampu UV 352 nm 10 watt, ayakan (100, 120, dan 200 mesh), labu erlenmeyer (100 mL dan 500 mL), labu ukur (10, mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL, 1000 mL), pH meter (inoLab, Schott Gerate pH-Meter CG 820), pipet tetes, pipet volume (10 mL, 25 mL), pipet ukur (1 mL, 10 mL), gelas beker 250 mL dan 500 mL, pengaduk magnetik, kertas saring, *aluminium foil*, pengaduk, mortar, shaker rotator type H-SR-200, sentrifuge merk Fischer Scientific Centrifuge, timbangan merk Mettler PE 300, spektroskopik-20 merk Bausch & Lomb dan spektrofotometer infra merah merk Shimadzu tipe 8400S.

3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam delapan tahap berkesinambungan antara lain:

1. Preparasi zeolit alam dengan aktivasi asam
2. Proses impregnasi fotokatalis TiO_2 -Zeolit

3. Uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan TiO_2 -zeolit
4. Pengukuran kadar *methyl orange* sisa secara spektrofotometri
5. Karakterisasi TiO_2 -Zeolit menggunakan spektrofotometer inframerah dan penentuan bilangan metilen biru menggunakan metode metilen biru
6. Analisa Data

3.4. Cara Kerja Penelitian

3.4.1. Preparasi zeolit alam dengan aktivasi asam

Preparasi zeolit alam dengan aktivasi asam dilakukan sesuai dengan metode yang dijelaskan oleh Masrifah (2007). Batuan zeolit dipecah dengan palu hingga berbentuk bongkahan. Bongkahan tersebut dihancurkan dengan mortal porselin dan diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh, selanjutnya padatan yang lolos diayak kembali dengan ayakan ukuran 120 mesh. Zeolit yang tertahan pada ayakan kedua inilah yang digunakan untuk penelitian selanjutnya. Zeolit hasil penyaringan dicuci dengan akuades, dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C selama 2 jam. Selanjutnya ditimbang hingga didapatkan massa konstan. Zeolit hasil preparasi ditimbang sebanyak 2 g, direndam dengan 25 mL HCl 0,4 M dalam erlenmeyer dan ditutup menggunakan *aluminium foil* kemudian dikocok dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam. Sampel hasil perendaman dicuci dengan akuades sampai bebas Cl^- . Hal ini dapat diketahui dengan tidak timbulnya endapan putih jika filtrat hasil pencucian ditetesi dengan AgNO_3 0,1M. Sampel dikeringkan dalam oven dengan temperatur 110°C selama 2 jam hingga diperoleh berat konstan.

3.4.2. Proses impregnasi fotokatalis TiO_2 -zeolit

Fotokatalis TiO_2 -zeolit dibuat dengan cara mencampurkan 1 g zeolit yang telah diaktivasi asam dan diayak dengan ayakan ukuran 100-120 mesh, dengan 0,8 g TiO_2 (10 mmol TiO_2 / g zeolit) ditambah dengan 1 mL ethanol 99 % sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. TiO_2 -zeolit yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 5 jam. Setelah kering digerus sampai halus kemudian diayak menggunakan

ayakan 200 mesh. Kemudian dikalsinasi pada temperatur 400-500 °C selama 5 jam. Hasilnya kemudian dianalisis dengan spektrofotometer inframerah. Perlakuan dilakukan kembali untuk TiO_2 dengan konsentrasi 5 mmol dan 15 mmol TiO_2/g zeolit

3.4.3. Uji fotodegradasi *methyl orange* melalui variasi lama penyinaran dan konsentrasi *methyl orange* menggunakan katalis TiO_2 – zeolit.

Pada 50 mL *methyl orange* 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm yang masing-masing dimasukkan dalam beker gelas kimia 250 mL ditambahkan 50 mg TiO_2 -zeolit 10 mmol/g zeolit. Kemudian disinari menggunakan lampu UV dengan waktu penyinaran, yaitu: 30, 40, 50, 60, dan 70 menit. Pada tiap kenaikan waktu, filtrat dari masing-masing larutan dipipet 1 mL dan ditambahkan akuades 5 mL kemudian diukur pH larutan dan disesuaikan dengan pH larutan kurva baku (Tabel L.3.3). Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya larutan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektronik-20 pada panjang gelombang maksimum 470 nm. Semua perlakuan tersebut dilakukan pada temperatur ruangan.

3.4.4. Uji fotodegradasi *methyl orange* melalui variasi jumlah TiO_2 terimregnasi zeolit

Pada 3 buah beker gelas 250 mL dimasukkan 50 mL *methyl orange* dengan konsentrasi *methyl orange* optimum yang dihasilkan pada percobaan 3.4.3 dan masing-masing beker gelas ditambahkan 50 mg TiO_2 -zeolit 5 mmol, 10 mmol dan 15 mmol/g zeolit. Kemudian disinari menggunakan lampu UV dengan waktu penyinaran yaitu: 30, 40, 50, 60, dan 70 menit. Pada tiap kenaikan waktu, filtrat dari masing-masing larutan dipipet 1 mL dan ditambahkan akuades 5 mL kemudian diukur pH larutan dan disesuaikan dengan pH larutan kurva baku (Tabel L.3.3). Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya larutan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektronik-20 pada panjang gelombang maksimum 470 nm. Semua perlakuan tersebut dilakukan pada temperatur ruangan.

Sebagai pembanding dilakukan proses degradasi yang sama menggunakan katalis TiO_2 -zeolit optimum dengan berbagai perlakuan diantaranya degradasi disertai dengan pengocokan, degradasi dengan TiO_2 -Zeolit tanpa menggunakan penyinaran, menggunakan katalis zeolit, dan katalis TiO_2 . Semua perlakuan dilakukan pada temperatur ruangan.

3.4.5. Pengukuran kadar *methyl orange* secara spektrofotometri

3.4.5.1. Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan *methyl orange* 6 ppm dipipet 10 mL dan dimasukkan dalam kuvet. Kemudian diukur absorbansinya dengan spektrometri-20 pada panjang gelombang 400 – 500 nm.

3.4.5.2. Pembuatan kurva baku

Dibuat larutan *methyl orange* dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10, dan 12 ppm. Kemudian diukur pH nya dan digunakan sebagai pH standar. Masing-masing larutan tersebut diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum untuk larutan *methyl orange*. Selanjutnya dibuat kurva baku hubungan antara konsentrasi *methyl orange* sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y.

3.4.5.3. Penentuan kadar *methyl orange* dengan spektrometri-20

Penentuan kadar *methyl orange* untuk semua larutan sampel dilakukan dengan cara filtrat dipipet sebanyak 1 mL, ditambah dengan akuades 5 mL. Larutan tersebut diukur dan diatur pHnya sesuai dengan pH larutan kurva baku menggunakan larutan HCl 0,01M dan NaOH 0,4 M, selanjutnya dituangkan dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrometri-20. Kadar *methyl orange* sisa dapat ditentukan dengan cara memasukkan nilai absorbansi larutan sampel ke dalam persamaan kurva baku.

3.4.6. Karakterisasi katalis TiO₂-zeolit

3.4.6.1. Penentuan gugus senyawa penyusun TiO₂-zeolit

Penentuan gugus fungsi dilakukan menggunakan spektrofotometer inframerah. Sampel padatan dicampur dengan bubuk KBr, kemudian dibuat pelet tipis yang akan diletakkan pada sel dan diukur pada bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹. Spektra yang dihasilkan diidentifikasi berdasarkan informasi gugus fungsi pada literatur.

3.4.6.2. Penentuan bilangan metilen biru

3.4.6.2.1. Penentuan panjang gelombang maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan cara mengukur absorbansi larutan metilen biru 1 ppm pada panjang gelombang yaitu 560-690 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.4.6.2.2. Pembuatan kurva baku metilen biru

Untuk penentuan kurva baku, larutan metilen biru dengan konsentrasi (0, 1, 2, 3, 4, 5, 6) ppm, diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimumnya. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (ppm) sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y sehingga diperoleh persamaan garis lurus $y = ax$.

3.4.6.2.3. Penentuan kadar larutan metilen biru dalam larutan sampel

Sampel sebanyak 0,1 g dimasukkan dalam erlenmeyer dan ditambahkan 25 mL larutan metilen biru 800 ppm (dalam ethanol 96 %). Kemudian dikocok dengan kecepatan 125 rpm selama 2 jam. Larutan metilen biru setelah adsorpsi, disentrifugasi selama 1 jam. Supernatan yang telah terpisah dengan endapan dipipet sebanyak 0,1 mL ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan ethanol 96 % hingga tanda batas. Selanjutnya diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Absorbansi pengukuran diplotkan pada persamaan kurva baku

metilen biru untuk menentukan konsentrasi sisa metilen biru dalam sampel.

3.5. Analisa Data

3.5.1. Penentuan persamaan regresi linier dari grafik kurva baku

Penentuan persamaan regresi linier dari grafik kurva baku *methyl orange* menggunakan hubungan konsentrasi dengan absorbansi, dengan persamaan:

$$y = ax \quad (3.1)$$

dimana : y = absorbansi
 x = konsentrasi

Nilai a dihitung melalui persamaan 3.2 berikut ini:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} \quad (3.2)$$

Sedangkan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan :

$$R^2 = \frac{\sum XY}{\sqrt{\sum X^2 \sum Y^2}} \quad (3.3)$$

3.5.2. Penentuan konsentrasi metilen biru yang teradsorpsi serta bilangan metilen biru

Penentuan bilangan metilen biru dapat dihitung menggunakan rumus:

$$q_e \text{ (MB)} = \frac{V (C_{\text{awal}} - C_{\text{sisa}})}{W} \quad (3.4)$$

Dengan:

C_{awal} = konsentrasi metilen biru awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

C_{sisa} = konsentrasi metilen biru akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$C_{\text{sisa}} = X \cdot fp$

Dimana,

Fp = faktor pengenceran

X = konsentrasi metilen biru pengukuran (ppm)

W = berat sampel katalis TiO_2 – zeolit atau zeolit alam (g)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

$q_{e(MB)}$ = bilangan metilen biru (mg/g)

3.5.3. Penentuan persen *methyl orange* terdegradasi

Jumlah *methyl orange* yang terdegradasi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ degradasi} = \frac{C_0(\text{awal}) - C_t}{C_0(\text{awal})} \times 100\% \quad (3.5)$$

Keterangan : C_0 awal = konsentrasi *methyl orange* awal

C_t = konsentrasi *methyl orange* sisa



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini digunakan semikonduktor TiO_2 yang diimpregnasi pada zeolit teraktivasi. Aktivasi asam dimaksudkan untuk menggantikan semua kation-kation yang ada pada zeolit dengan ion H^+ dan meningkatkan luas permukaan (Suyartono dan Husaini, 1991). Selanjutnya fotokatalis dibuat dengan teknik dispersi mekanik TiO_2 ke dalam pori-pori dan permukaan zeolit alam yang diikuti dengan kalsinasi pada temperatur tinggi. Penggunaan oksida logam semikonduktor TiO_2 dengan celah pita sebesar 3,2 eV (anatase) akan menunjukkan aktivitas fotokatalitiknya di bawah sinar UV dengan panjang gelombang kurang dari atau sama dengan 385 nm, sehingga pada penelitian ini penggunaan lampu UV 352 nm atau setara dengan energi sebesar 3,52 eV dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO_2 .

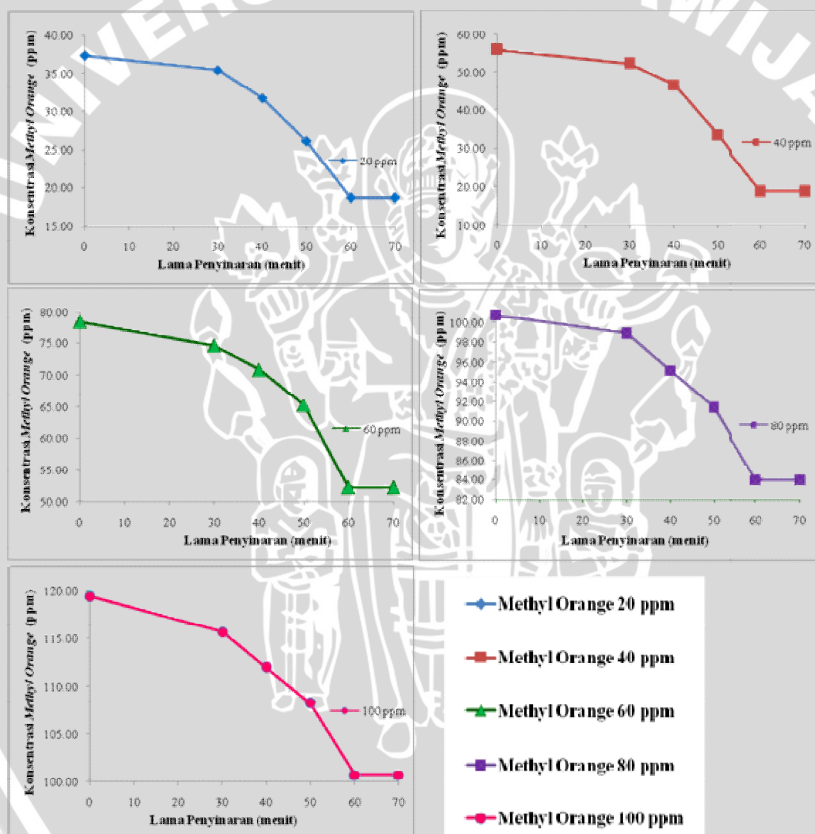
4.1. Uji Fotodegradasi *Methyl Orange* Menggunakan Fotokatalis TiO_2 -Zeolit

4.1.1. Pengaruh lama penyinaran dan konsentrasi *methyl orange* terhadap degradasi *methyl orange*

Pada penelitian ini dilakukan degradasi *methyl orange* menggunakan variasi lama penyinaran dan konsentrasi *methyl orange* menggunakan katalis TiO_2 – zeolit 10 mmol/ g zeolit. Konsentrasi larutan *methyl orange* yang digunakan adalah 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm dengan waktu reaksi yang diberikan adalah 30, 40, 50, 60, dan 70 menit. Berdasarkan Gambar 4.1., adanya kenaikan waktu menyebabkan jumlah konsentrasi *methyl orange* berkurang semakin banyak. Hingga diperoleh waktu optimum pada menit ke-60 yaitu pada saat jumlah *methyl orange* yang berkurang paling banyak dan pada menit ke-70 menunjukkan jumlah konsentrasi *methyl orange* yang sama dengan degradasi pada saat menit ke-60 yang menandakan tidak terjadi degradasi *methyl orange* lebih lanjut.

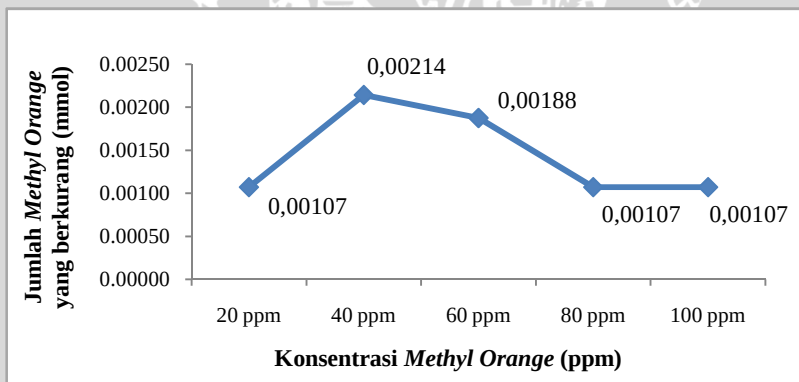
Penelitian Wijaya (2006) menyatakan bahwa lamanya waktu kontak akan mempengaruhi jumlah foton yang mengenai sistem yaitu antara foton (sinar UV) dengan fotokatalis TiO_2 – zeolit untuk mengeksitasi elektron pada pita valensi TiO_2 menuju ke pita

konduksi sehingga menghasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi sesuai dengan persamaan reaksi (2.1). Kemudian elektron dan *hole* tersebut bereaksi dengan O_2 terlarut dan H_2O (persamaan reaksi 2.2 dan 2.3) untuk menghasilkan spesies oksigen aktif seperti superoksida radikal dan hidroksil radikal yang dapat mendegradasi senyawa organik sesuai dengan persamaan reaksi (2.4) dan (2.5). Semakin lama penyinaran maka semakin banyak jumlah $\bullet OH$ yang dihasilkan sehingga interaksi antara adsorbat dengan $\bullet OH$ akan semakin banyak, yang menyebabkan jumlah *methyl orange* semakin berkurang.



Gambar 4.1. Grafik konsentrasi *methyl orange* terhadap lama penyinaran (menit) menggunakan fotokatalis TiO_2 – zeolit 10 mmol/g zeolit dan radiasi sinar UV

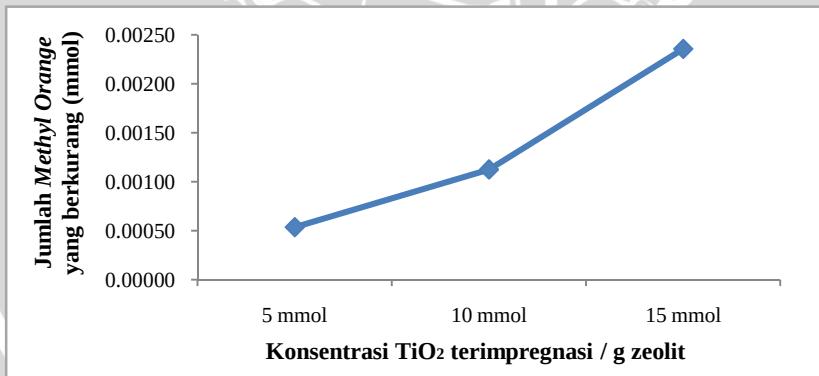
Berdasarkan Gambar 4.1. ditunjukkan bahwa dengan menggunakan konsentrasi *methyl orange* yang berbeda maka dihasilkan waktu optimum yang sama, yaitu pada menit ke-60. Pada saat waktu optimum 60 menit tercapai diperoleh jumlah pengurangan *methyl orange* yang berbeda untuk tiap konsentrasi *methyl orange*. Pada Gambar 4.2. ditunjukkan bahwa *methyl orange* 40 ppm memberikan pengurangan *methyl orange* paling tinggi yaitu sebesar 0,00214 mmol. Peningkatan konsentrasi *methyl orange* dari 20 ppm ke 40 ppm menunjukkan semakin banyak jumlah pengurangan konsentrasi *methyl orange*. Hal ini disebabkan banyaknya sisi aktif dari katalis yang dapat mengenai foton sehingga dapat menghasilkan radikal hidroksil semakin banyak untuk proses fotodegradasi. Setelah tercapai konsentrasi optimum pada *methyl orange* 40 ppm, selanjutnya pada konsentrasi 60 ppm hingga 100 ppm terjadi penurunan jumlah *methyl orange* terdegradasi. Hal ini kemungkinan disebabkan kepekatan konsentrasi *methyl orange* akan menghalangi sinar UV sebagai sumber foton ($h\nu$) untuk sampai pada permukaan fotokatalis sehingga $\bullet\text{OH}$ sebagai oksidator dalam degradasi *methyl orange* yang dihasilkan semakin sedikit dan menyebabkan jumlah pengurangan konsentrasi *methyl orange* menurun.



Gambar 4.2. Grafik pengurangan jumlah *methyl orange* terhadap konsentrasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis TiO_2 – zeolit 10 mmol/g zeolit dan waktu reaksi 60 menit

4.1.2. Pengaruh jumlah TiO_2 terimpregnasi pada zeolit terhadap degradasi *methyl orange*

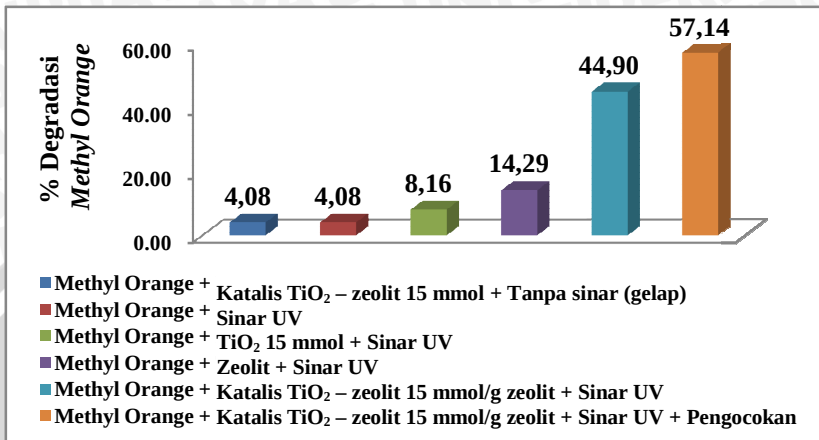
Pembuatan fotokatalis TiO_2 -zeolit dilakukan dengan metode impregnasi. Pengaruh jumlah TiO_2 terhadap degradasi *methyl orange* dinyatakan dalam mmol/g zeolit yang dilakukan melalui variasi jumlah TiO_2 ke dalam tiap gram zeolit. Jumlah TiO_2 yang digunakan adalah 5, 10, dan 15 mmol untuk tiap gram zeolit. Ditunjukkan pada Gambar 4.3 bahwa setelah dilakukan fotodegradasi dengan jumlah TiO_2 yang berbeda menunjukkan bahwa semakin tinggi jumlah jumlah TiO_2 yang diembankan maka semakin banyak jumlah *methyl orange* yang berkurang. Menurut Setyawan dan Handoko (2002), ditinjau dari jumlah logam yang didispersikan pada pengemban, semakin banyak logam yang didispersikan maka kemampuan katalisis dari fotokatalis juga akan meningkat. Hal ini berkaitan dengan jumlah sisi aktif dari katalis yang juga mengalami peningkatan, sehingga interaksi antara *methyl orange* dengan permukaan katalis juga semakin meningkat. Semakin banyaknya jumlah *methyl orange* yang berkurang dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit dimungkinkan pula semakin banyak jumlah TiO_2 , maka jumlah *hole*, radikal hidroksil, dan ion superoksida yang dihasilkan makin banyak sehingga dapat meningkatkan degradasi *methyl orange*.



Gambar 4.3. Grafik pengurangan jumlah *methyl orange* terhadap jumlah TiO_2 terimpregnasi/g zeolit dengan konsentrasi *methyl orange* 40 ppm dan waktu reaksi 60 menit

Dengan menggunakan *methyl orange* konsentrasi 40 ppm dan waktu reaksi 60 menit diberikan berbagai perlakuan untuk menunjukkan pengaruh adanya fotokatalis dan radiasi sinar UV dalam degradasi *methyl orange*. Proses fotodegradasi dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 – zeolit dipengaruhi oleh radiasi sinar UV yang diberikan. Pada Gambar 4.4. diketahui bahwa degradasi *methyl orange* menggunakan katalis TiO_2 -zeolit 15 mmol/g zeolit yang ditambahkan sinar UV dan tanpa sinar UV (gelap) menunjukkan perbedaan yang signifikan. Diperoleh peningkatan persen degradasi sebesar 1000 % yaitu dari 4,08 % menjadi 44,90 %. Pada perlakuan tanpa dikenai sinar (gelap), fotokatalis tidak dapat menghasilkan radikal $\bullet\text{OH}$ yang berperan sebagai oksidator dalam proses fotodegradasi sehingga dimungkinkan pengurangan konsentrasi yang ditunjukkan dari persen degradasi berasal melalui proses adsorpsi katalis TiO_2 -zeolit. Sedangkan dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit, proses adsorpsi dan reaksi degradasi fotokatalitik dapat berlangsung. Rokhmah (2010) menyatakan bahwa reaksi degradasi fotokatalitik terjadi pada permukaan katalis. Diduga zeolit pada fotokatalis TiO_2 - zeolit berperan sebagai adsorben yang mendekatkan molekul *methyl orange* pada permukaan TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit. Dengan adanya adsorpsi *methyl orange* pada permukaan zeolit maka akan memudahkan reaksi antara *methyl orange* dengan permukaan TiO_2 yang terembankan sehingga $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan dapat mendegradasi *methyl orange*.

Sedangkan pengaruh adanya pengembanan TiO_2 pada zeolit dapat diketahui melalui perlakuan hanya menggunakan zeolit atau TiO_2 . Dari perlakuan hanya menggunakan zeolit atau TiO_2 diperoleh persen degradasi berturut-turut adalah 14,29 % dan 8,16 % kemudian akan terjadi peningkatan menjadi 44,90 % dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit. Hal ini menunjukkan proses pengembanan dapat meningkatkan aktivitas TiO_2 sebagai fotokatalis dan memperbesar sisi aktif TiO_2 . Adanya proses pengocokan selama proses fotodegradasi dapat meningkatkan persen degradasi sebanyak 27,3 %, yaitu dari 44,90 % menjadi 57,14 %. Proses pengocokan menyebabkan reaksi fotodegradasi berlangsung merata sehingga memberikan hasil yang lebih baik.



Gambar 4.4. Diagram perbandingan hasil uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan berbagai perlakuan selama 60 menit dan *methyl orange* 40 ppm

4.2. Karakterisasi Fotokatalis TiO_2 – Zeolit

4.2.1. Penentuan gugus fungsi menggunakan spektrofotometer inframerah

Karakterisasi dari katalis TiO_2 – zeolit menggunakan spektrofotometer Inframerah dilakukan pada katalis yang menunjukkan hasil optimum yaitu katalis TiO_2 – zeolit 15 mmol/g zeolit. Spektra inframerah zeolit alam teraktivasi dan TiO_2 -zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.5. Karakteristik serapan gugus fungsional dari zeolit alam teraktivasi dan TiO_2 -zeolit dapat dilihat pada Tabel 4.1. yang menunjukkan beberapa perubahan struktur dari penggunaan zeolit alam teraktivasi, sebelum dan sesudah diimpregnasi menggunakan TiO_2 .

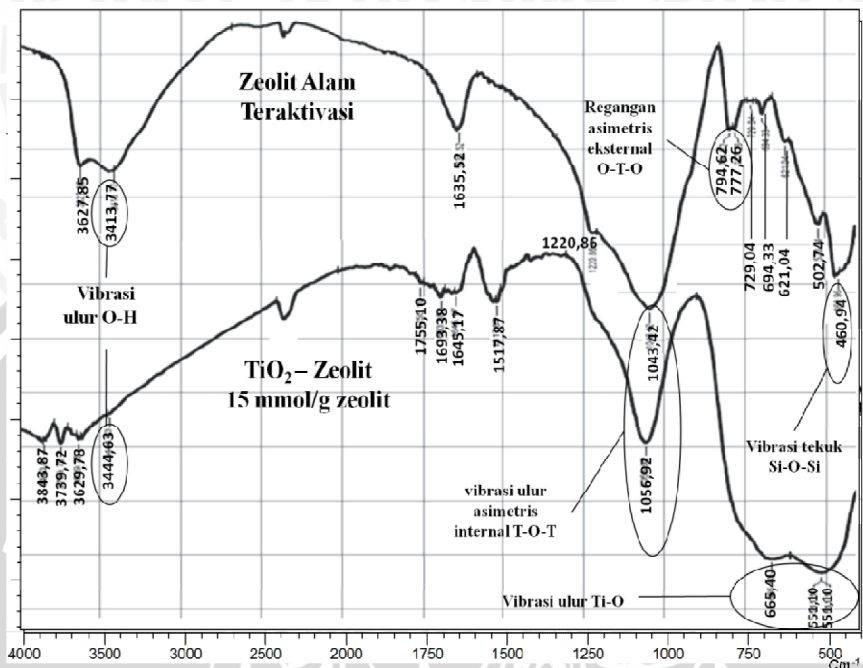
Melalui Gambar 4.5 dan Tabel 4.1 terlihat bahwa beberapa puncak memiliki bilangan gelombang yang hampir sama dan sedikit mengalami pergeseran setelah proses impregnasi. Dari hasil karakterisasi ini terlihat bahwa terdapat nilai serapan yang tidak muncul setelah dilakukan impregnasi yaitu pada daerah 460,96; 794,62; 777,26 cm^{-1} , hal ini akibat proses kalsinasi yang kemungkinan merusak ikatan Si-O dan T-O sehingga menyebabkan tidak munculnya nilai serapan pada bilangan gelombang tersebut,

namun adanya ikatan Si-O-Si atau Al-O-Al masih terlihat pada bilangan gelombang 1056 cm^{-1} yang menunjukkan adanya zeolit.

Tabel 4.1. Perbandingan serapan gugus fungsional dari zeolit alam teraktivasi dan TiO_2 -zeolit

Bilangan gelombang (cm^{-1})		Gugus Fungsional	Pustaka
Zeolit Alam Teraktivasi	TiO_2-Zeolit		
3413,77	3444,63	Vibrasi ulur O-H	Wijaya (2006); Carrado dkk., (2001) dan Madejova, (2003) dalam Srihapsari, (2006)
1043,42	1056,92	Vibrasi ulur asimetris internal T-O-T (T= Si dan Al)	Wijaya (2006); Suroto (2004) dalam Srihapsari (2006)
794,62; 777,26	-	Vibrasi ulur asimetris eksternal O-T-O (T= Si dan Al)	Wijaya (2006); Suroto (2004) dalam Srihapsari (2006)
-	665,40; 551,10	Vibrasi ulur Ti-O	Wijaya (2006); Nyquist dan Kagel (1971)
460,96	-	Vibrasi tekuk Si-O-Si	Wijaya (2006)

Dari spektra inframerah dapat dibuktikan bahwa TiO_2 telah terbentuk pada zeolit yaitu dengan adanya perbedaan profil dari zeolit sebelum dan sesudah impregnasi TiO_2 . Pada bilangan gelombang $1250\text{-}350\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan identitas spesifik muncul puncak serapan yang melebar pada spektra TiO_2 -zeolit dengan bilangan gelombang $665,40\text{ cm}^{-1}$ dan $551,10\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur Ti-O (Wijaya, dkk., 2006) dan disebutkan oleh Nyquist dan Kagel (1971) bahwa pada daerah bilangan gelombang $600\text{-}700$ akan menunjukkan serapan kuat TiO_2 .



Gambar 4.5. Spektra katalis TiO₂ – zeolit 15 mmol/g zeolit dan zeolit alam teraktivasi

4.2.2. Penentuan bilangan metilen biru katalis TiO₂ – zeolit dan zeolit

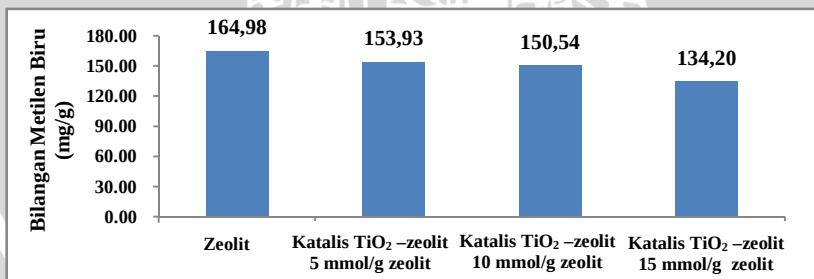
Pada penelitian ini dilakukan penentuan bilangan metilen biru untuk mengetahui jumlah metilen biru yang teradsorpsi oleh katalis TiO₂ yang telah diimpregnasi (diembankan) pada zeolit. Bilangan metilen biru menunjukkan jumlah metilen biru yang terserap untuk tiap massa katalis TiO₂-zeolit atau zeolit. Pada Gambar 4.6, menunjukkan bahwa jumlah TiO₂ yang diimpregnasi pada zeolit berpengaruh terhadap daya adsorpsi katalis TiO₂ – zeolit. Daya adsorpsi zeolit antara lain dipengaruhi oleh tersedianya ruang kosong dan luas permukaan zeolit.

Berdasarkan Gambar 4.6, bilangan metilen biru zeolit sebelum dan sesudah diimpregnasi dengan TiO₂ mengalami penurunan. Hal ini dimungkinkan karena jumlah TiO₂ yang telah terimpregnasi pada pori-pori zeolit menyebabkan luas permukaan zeolit menjadi semakin

kecil dan ruang yang dibutuhkan oleh zeolit untuk mengadsorpsi molekul metilen biru semakin sedikit.

Impregnasi TiO_2 kemungkinan juga mempengaruhi kemampuan sisi aktif zeolit seperti gugus hidroksil dalam silikat dan alumina (Van Bekhum (1991) dalam Sunarintyas (2008)). Sisi aktif tersebut berada pada struktur berongga zeolit sebagai tempat terjadinya proses adsorpsi metilen biru. Adsorpsi metilen biru oleh zeolit dapat dipengaruhi oleh luas permukaan zeolit dan kepolaran dari adsorbat berdasarkan muatan yang ada pada permukaan zeolit. Metilen biru yang memiliki struktur bermuatan positif (Gambar 2.6) sebagai adsorbat dapat terjadi adsorpsi oleh zeolit yang memiliki struktur bermuatan negatif pada sisi aktifnya. Sisi aktif zeolit yang berada pada rongga zeolit telah dipenuhi oleh TiO_2 terimpregnasi, semakin banyak TiO_2 berada pada rongga zeolit akan menyebabkan adsorpsi metilen biru semakin menurun. Hal ini ditunjukkan dengan nilai bilangan metilen biru semakin menurun seiring peningkatan jumlah TiO_2 terimpregnasi pada zeolit.

Pada jumlah TiO_2 5 mmol terimpregnasi pada zeolit, diperoleh nilai bilangan metilen biru sebesar 153,93 mg/g. Berdasarkan nilai bilangan metilen biru yang diperoleh, katalis TiO_2 -zeolit 5 mmol/g zeolit menunjukkan kemampuan adsorpsi yang paling baik dibandingkan katalis yang lain. Hal ini dimungkinkan karena adanya proses adsorpsi metilen biru yang besar dari katalis TiO_2 – zeolit 5 mmol/g zeolit. Sedangkan untuk katalis TiO_2 – zeolit dengan jumlah TiO_2 terimpregnasi pada zeolit sebesar 10 mmol dan 15 mmol diperoleh nilai bilangan metilen biru 150,54 mg/g dan 134,20 mg/g.



Gambar 4.6. Grafik bilangan metilen biru katalis TiO_2 – zeolit dan zeolit

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa:

1. Konsentrasi *methyl orange*, lama penyinaran dan jumlah oksida logam TiO_2 terimpregnasi pada zeolit berpengaruh terhadap degradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis TiO_2 – zeolit dan sinar UV. Kondisi optimum yang diperoleh dengan jumlah pengurangan konsentrasi *methyl orange* dan persen degradasi tertinggi sebesar 0,00214 mmol dan 44,90 % adalah menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit 15 mmol/g zeolit dengan konsentrasi *methyl orange* 40 ppm dan lama penyinaran 60 menit.
2. Karakterisasi fotokatalis optimum TiO_2 – zeolit 15 mmol/g zeolit menggunakan spektrofotometer inframerah diketahui bahwa adanya TiO_2 ditunjukkan dengan adanya puncak serapan yang melebar dengan bilangan gelombang $665,40 \text{ cm}^{-1}$ dan $551,10 \text{ cm}^{-1}$. Sedangkan karakterisasi dengan penentuan bilangan metilen biru dari katalis optimum TiO_2 – zeolit 15 mmol/g zeolit sebesar 134,20 mg/g.

5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai hal-hal yang dapat mempengaruhi proses fotodegradasi selain pengaruh variasi lama penyinaran, jumlah oksida logam TiO_2 dan konsentrasi *methyl orange*.

DAFTAR PUSTAKA

- Barka, N., S. Qourzal, A. Assabbane dan Y. Ait-Ichou, 2010, **Kinetic Modeling of the Photocatalytic Degradation of Methyl Orange by Supported TiO_2** , *Journal of Environmental Science and Engineering* Volume 4, No. 5 (Serial No. 30), pp 1-5
- Christina, M., S. Mu'nisatun, S. Rany, dan M. Djoko, 2007, **Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350kV/10mA**, Jurnal Forum Nuklir Vol. 1, No.1
- Cresswell, C. J., and M. A. Campbell , 1982, **Analisa Spektrum Organik**, Edisi Kedua, ITB, Bandung
- Darajat, S., H. Aziz, dan A. Alif, 2008, **Seng Oksida (ZnO) Sebagai Fotokatalis Pada Proses Degradasi Senyawa Biru Metilen**, Jurnal Riset Kimia Vol. 1, 179-186
- Dhamayanti, Y., K. Wijaya dan I. Tahir, 2005, **Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fe_2O_3 -Montmorillonit dan Sinar Ultraviolet**, Proseding Seminar Nasional DIES ke 50 FMIPA UGM
- Edward, F. T. L. dan Rees L.V.C., 1987, **Dealumination of Sodium Y Zeolite with Hydrochloric Acid. Physical Chemistry Laboratories**, Imperial Collage of Science and Technology, London SW7 2 AY, pp 1531-1533
- Fatimah, I., dan K. Wijaya, 2005, **Sintesis TiO_2 /Zeolit Sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi**, TEKNOIN, Vol. 10, 257-267
- Fatimah, I., E. Sugiharto, K. Wijaya, I. Tahir dan Kamalia, 2006, **Titanium Oxide Dispersed On Natural Zeolite (TiO_2 /Zeolite) And Its Application For Congo Red Photodegradation**, *Indo. J. Chem.*, 2006, 6 (1), 38 – 42
- Foger, K. 1984. **Dispersed Metal Catalyst and Surface**. Universty of Melbourne. Australia. pp 228 – 230

- Ismunandar, 2006, **Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya**, Penerbit ITB, Bandung
- Jia, C., Y. Wang, C. Zhang, dan Q. Qin, **UV-TiO₂ Photocatalytic Degradation of Landfill Leachate**, Water Air Soil Pollut, Springer Science Business Media B.V.
- Khopkar, S. M., 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, UI Press, Jakarta
- Manurung R., R. Hasibuan., dan Irvan, 2004, **Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob – Aerob**, Jurusan Teknik, Kimia Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara
- Masrifah, L., 2007, **Studi Pengaruh Penambahan Zeolit Alam Dalam Proses Pengomposan Terhadap Kadar Nitrogen Dalam Kompos**. Skripsi. Kimia-FMIPA. Brawijaya. Malang
- Mulja, M. dan A. Syahrani, 1989, **Aplikasi Analisis Spektrofotometer UV-Vis**, Merchipso Grafika, Surabaya
- Nirwana, F. I., 2002, **Studi Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida Dan Kalsinasi Zeolit Alam Turen Untuk Adsorben Anion**, Skripsi, Kimia-FMIPA Universitas Brawijaya, Malang
- Nurani, F., 2010, **Adsorpsi Zat Warna Anionik Metil Jingga Menggunakan Biomassa Azolla Microphylla Terimpregnasi Kromium(III)**, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- Nyquist, R.A., dan R.O. Kagel, 1971, **Infrared Spectra of Inorganic Compounds**, Academic Press, Inc., United of State
- Rashed, M. N., dan A. A. El-Amin, 2007, **Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO₂ Under Different Solar Irradiation Sources**, *International Journal of Physical Sciences Vol. 2 (3)*, pp. 073-081
- Riesthandie, I.K.M., 2010, **Pemanfaatan Cu-NaA Dan NaA dengan Prekursor SiO₂ dari Sekam Padi untuk Adsorpsi Gas NO_x**, Prosiding Tugas Akhir Semester Gasal 2010/2011, Jurusan Kimia, FMIPA, ITS

- Rokhmah, T. I., 2010, **Studi Aplikasi Karbon Aktif Sebagai Pengembangan TiO_2 Pada Degradasi Fotokatalitik Zat Warna Karmin**, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- Scarlat, F., and V.J.R., Niculescu, 2003, **Methylene – Blue Modified Polypyrrole Film Elektrode for Optoelectronic Application**, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, Vol.5, No.1, March, P.109-114.
- Setiadi dan A. Pertiwi, 2007, **Preparasi dan Karakteristik Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa ABE menjadi Hidrokarbon**, Prosiding Kongres dan Simposium Nasional kedua MKICS, hal. 5-6
- Setianingsih, T., S. Wardhani, M.M. Khunur , 2001, **Studi Pengaruh Aktivasi Dengan Asam Klorida Terhadap Fosfatasi Zeolit Alam Turen**, Laporan Penelitian Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang
- Setianingsih, T., U. Hasanah, Darjito, 2008, **Study of NaOH – Activation Temperature Influence Toward Character of Mesoporous Carbon Based on Textile Sludge Waste**, *Indo J. Chem*, 2008, 8 (3), 348-352
- Setyawan, D. dan P. Handoko, 2002, **Preparasi Katalis Cr/Zeorlit Melalui Modifikasi Zeolit Alam**. *Jurnal Ilmu Dasar*.3(1), Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember. Jember
- Sharma, Y.C., S.N. Uma, Upadhyay, dan F. Gode, 2009, **Adsorptive Removal of Basic Dye from Water and Wastewater by Activated carbon**, *Journal of Applied Sciences in Environmental Sanitation*, 4 (1): 21-28
- Slamet, M. Ellyana dan S. Bismo, 2008, **Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO_2 Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol**, *Jurnal Teknologi FTUI*, Edisi No.1, Tahun XXII 0215-1685
- Smart, L., and E., Moore, 1992, **Solid State Chemistry an Introduction, 1st Edition**, Chapman and Hall, London
- Srihapsari, D., 2006, **Penggunaan Zeolit Alam Yang Telah Diaktivasi Dengan Larutan Hcl Untuk Menjerap Logam-**

- Logam Penyebab Kesadahan Air, Skripsi**, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang, Semarang
- Sumerta, I. K., K. Wijaya, dan I. Tahir, 2002, **Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis TiO_2 -Montmorilonit Dan Sinar UV**, Makalah Seminar Nasional Pendidikan Kimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta
- Sunarintyas, S., 2008, **Potensi Zeolit sebagai Material Pembawa Agen Antimikroba dan Adsorben di Bidang Kedokteran Gigi**, M.I. Kedokteran Gigi, Vol. 23, No. 1 2008, 38-44
- Suyartono P., dan Husaini, 1991, **Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit**, dalam Buletin PPTM. Vol. 13. No. 4, Bandung
- Trisunaryanti, W., S. Purwono, dan Hastanti, 2007, **Preparasi Dan Karakterisasi Katalis Fe_2O_3 Yang Diembankan Pada Zeolit Alam Teraktivasi HCl Atau Na_2EDTA** , Prosiding Jurusan Teknik Kimia FT UNDIP dan Jurusan Kimia MIPA UNNES Semarang, hal. 6-7
- Wahyuni, E., T., E. Sugiharto, dan I. Tahir, 2003, **Fotodegradasi Klorofenol oleh Adanya ion Fe(III)** , Prosiding Seminar Nasional Kimia XIII, Kelompok Kimia Lingkungan, Yogyakarta
- Wang, J., Guo, B., Zhang, X., Zhang, Z., Han, J., Wu, J., 2005, **Sonocatalytic Degradation of Methyl Orange in the Presence of TiO_2 Catalysts and Catalytic Activity Comparison of Rutile and Anatase**, *J Ultrasonics Sonochemistry.*, 12: 331-337.
- Wijaya, K., E. Sugiharto, I. Fatimah, I., S. Sudiono, D. Kurniaysih, 2006, **Utilisasi TiO_2 -Zeolit Dan Sinar UV Untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red**, TEKNOIN, Vol. 11, No.3, September 2006, 199-209, Yogyakarta
- Zilfa, H. Suyani, Safni, N. Jamarun, 2009, **Degradasi Senyawa Permetrindengan Menggunakan TiO_2 -Anatase Dan Zeolit Alam Secara Sonolisis**, Jurnal Riset Kimia Vol. 2, No. 2, Universitas Andalas, Padang

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

L.1.1. Perhitungan dan pembuatan katalis TiO_2 – Zeolit

Tabel L.1.1. Pembuatan katalis TiO_2 – zeolit dengan impregnasi TiO_2 pada zeolit.

Konsentrasi TiO_2 terimpregnasi dalam zeolit (mol)	BM TiO_2 (g/mol)	massa TiO_2 (g)	massa Zeolit (g)	Volume Ethanol 99% (mL)
0,005	79,9	0,4	1	1
0,010	79,9	0,8	1	1
0,015	79,9	1,2	1	1

Perhitungan untuk memperoleh massa TiO_2 yang dibutuhkan untuk tiap g zeolit (TiO_2/g zeolit) sebagai katalis digunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{massa } \text{TiO}_2 = \text{mol } \text{TiO}_2 \times \text{BM } \text{TiO}_2$$

L.1.2. Pembuatan larutan zat warna *methyl orange* 1000 mg/L sebanyak 1000 mL

Untuk membuat larutan zat warna *methyl orange* 1000 mg/L dalam labu ukur 1000 mL, maka ditimbang 1000 mg padatan zat warna *methyl orange*. Kemudian dilarutkan dalam beker gelas dengan sedikit akuades dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas

L.1.3. Pembuatan larutan *methyl orange* berbagai konsentrasi

Tabel L.1.2 Pembuatan larutan *methyl orange* berbagai konsentrasi, dengan pengenceran dari larutan *methyl orange* 1000 mg/L

V_1 (mL)	C_1 (ppm)	V_2 (mL)	C_2 (ppm)
20	1000	1000	20
40	1000	1000	40
60	1000	1000	60
80	1000	1000	80
100	1000	1000	100

L.1.4. Pembuatan larutan kurva baku *methyl orange* dengan berbagai konsentrasi, dibuat dengan pengenceran dari larutan *methyl orange* 100 mg/L

Tabel L.1.3. Pembuatan larutan kurva baku *methyl orange* dengan berbagai konsentrasi, dibuat dengan pengenceran dari larutan *methyl orange* 100 mg/L

V ₁ (mL)	C ₁ (ppm)	V ₂ (mL)	C ₂ (ppm)
1	100	50	2
2	100	50	4
3	100	50	6
4	100	50	8
5	100	50	10
6	100	50	12

Perhitungan untuk memperoleh larutan kurva baku untuk *methyl orange* adalah dengan cara pengenceran. Pengenceran dilakukan dari larutan *methyl orange* 100 ppm. Untuk pengenceran digunakan rumus sebagai berikut:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

L.1.5. Pembuatan 250 mL larutan HCl 0,4 M 250 mL

Massa jenis HCl pekat = 1,1900 g/mL

Kadar HCl pekat = 37 %

Mr HCl = 36,461 g/mol

Konsentrasi HCl adalah:

$$\begin{aligned}
 [\text{HCl}] &= \frac{1,1900 \text{ g/mL}}{36,461 \text{ g/mol}} \times \frac{37}{100} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1\text{L}} \\
 &= 12,0759 \text{ M}
 \end{aligned}$$

Larutan HCl 0,4 M sebanyak 250 mL dibuat dengan menggunakan HCl pekat sebanyak:

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 12,0759 \text{ M} \times V_1 &= 0,4 \text{ M} \times 250 \text{ mL} \\
 V_1 &= 8,28 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi HCl yang dipipet adalah 8,28 mL yang kemudian dimasukkan labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas.

L.1.6. Pembuatan 50 mL larutan AgNO_3 0,1 M 50 mL

$$\begin{aligned}\text{Mol AgNO}_3 &= [\text{AgNO}_3] \times V \\ &= 0,1 \text{ M} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,005 \text{ mol} \\ \text{Massa AgNO}_3 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,005 \text{ mol} \times 169,91 \text{ g/mol} \\ &= 0,849 \text{ g}\end{aligned}$$

Sebanyak 0,849 g AgNO_3 ditimbang, dilarutkan dengan akuades, dituangkan dalam labu ukur 50 mL kemudian ditambah dengan akuades hingga tanda batas.

L.1.7. Pembuatan Larutan Metilen Biru 800 ppm

Serbuk metilen biru ditimbang sebanyak 0,8 g dan dilarutkan dalam gelas kimia 25 mL dengan ethanol 96%. Larutan kemudian dipindahkan dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

Cara perhitungan:

$$\begin{aligned}800 \text{ ppm} &= 800 \text{ mg/L} \\ \text{Ketika V} &= 1000 \text{ mL} = 1 \text{ L} \\ \frac{800 \text{ mg}}{1 \text{ L}} &= \frac{W}{1 \text{ L}} \\ W &= 800 \text{ mg} = 0,8 \text{ g}\end{aligned}$$

L.1.8. Pembuatan Larutan Metilen Biru 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 ppm

Serbuk metilen biru ditimbang sebanyak 0,01 g dan dilarutkan dalam gelas kimia 25 mL dengan ethanol 96%. Larutan kemudian dipindahkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

Cara perhitungan :

$$\begin{aligned}100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ \text{Ketika V} &= 100 \text{ mL} = 0,1 \text{ L}\end{aligned}$$

$$\frac{100 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{W}{0,1 \text{ L}}$$

$$W = 10 \text{ mg} = 0,01 \text{ g}$$

Diambil sebanyak V_1 metilen biru 100 ppm dimasukkan dalam labu ukur 50 mL yang merupakan V_2 yang telah berisi ethanol 96 % sekitar 25 mL kemudian diencerkan dengan ethanol 96 % sampai tanda batas.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Dimana:

M_1 = Konsentrasi larutan metilen biru awal yang dipipet

V_1 = Volume larutan metilen biru awal yang dipipet

M_2 = Konsentrasi larutan metilen biru akhir

V_2 = Volume larutan metilen biru akhir

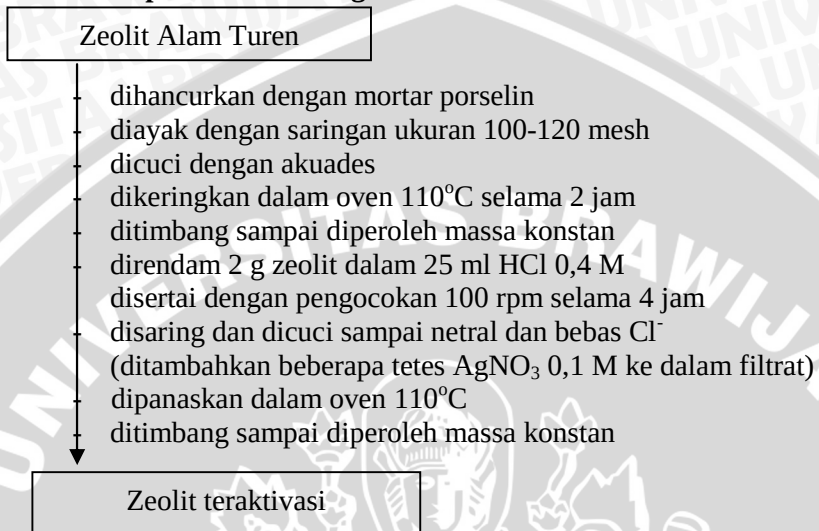
Demikian pula dengan cara pembuatan larutan metilen biru untuk konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 ppm.

Tabel L.1.4. Pembuatan larutan metilen biru 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 ppm

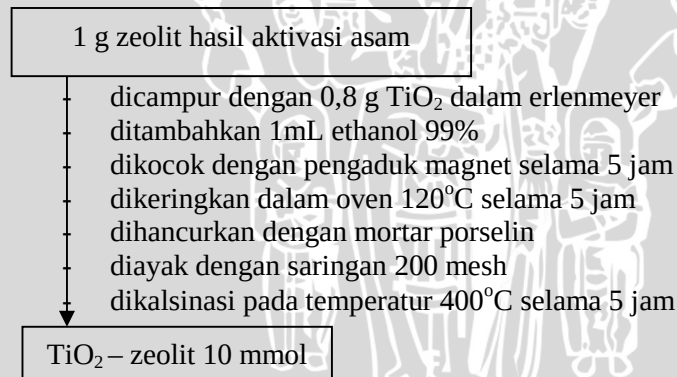
M_1 (ppm)	V_1 (mL)	M_2 (ppm)	V_2 (mL)
100	0	0	50
100	0,5	1	50
100	1	2	50
100	1,5	3	50
100	2	4	50
100	2,5	5	50
100	3	6	50

LAMPIRAN 2 Diagram Alir Penelitian

L.2.1. Preparasi zeolit dengan aktivasi asam



L.2.2. Impregnasi zeolit dengan TiO₂-zeolit



Catatan : Perlakuan diulang dengan prosedur yang sama pada jumlah TiO₂ 5 mmol dan 15 mmol TiO₂ / g zeolit. Sesuai dengan Lampiran L.1.1

L.2.3. Uji fotodegradasi *methyl orange* melalui variasi lama penyinaran dan konsentrasi *methyl orange* menggunakan katalis TiO_2 - zeolit

50 mL zat warna *methyl orange* 20, 40, 60, 80, 100 ppm

dimasukkan dalam beker gelas 250 mL untuk masing-masing konsentrasi *methyl orange*.
ditambahkan katalis TiO_2 – zeolit 10 mmol sebanyak 50 mg
dimasukkan dalam reaktor
dinyalakan lampu UV
didiamkan selama 30, 40, 50, 60, dan 70 menit
diambil filtrat *methyl orange* sebanyak 1 mL untuk tiap kenaikan waktu

1 mL filtrat *methyl orange* hasil degradasi

ditambahkan 5 mL akuades
diukur pH larutan dan disesuaikan dengan pH larutan yang digunakan pada larutan kurva baku *methyl orange*
dimasukkan dalam labu ukur 10 mL
ditambahkan akuades hingga tanda batas
diukur absorbansi menggunakan Spektrometri – 20
ditentukan konsentrasi *methyl orange* sisa
ditentukan konsentrasi *methyl orange* optimum

Hasil

L.2.4. Uji fotodegradasi *methyl orange* melalui variasi konsentrasi katalis TiO_2 – zeolit

50 mL zat warna *methyl orange* optimum dari percobaan L.2.3

dimasukkan dalam beker gelas 250 mL untuk masing-masing konsentrasi *methyl orange*.
ditambahkan katalis TiO_2 – zeolit 5, 10, dan 15 mmol sebanyak 50 mg
dimasukkan dalam reaktor
dinyalakan lampu UV
didiamkan selama 30, 40, 50, 60, dan 70 menit
diambil filtrat *methyl orange* sebanyak 1 mL

1 mL filtrat *methyl orange* hasil degradasi

ditambahkan 5 mL akuades
diukur pH larutan dan disesuaikan dengan pH larutan yang digunakan pada larutan kurva baku *methyl orange*
dimasukkan dalam labu ukur 10 mL
ditambahkan akuades hingga tanda batas
diukur absorbansi menggunakan Spektronik – 20
ditentukan konsentrasi *methyl orange* sisa
ditentukan konsentrasi katalis TiO_2 – zeolit optimum yang dibutuhkan fotodegradasi

Hasil

L.2.5. Karakterisasi katalis TiO_2 – zeolit menggunakan spektrofotometer inframerah

Katalis TiO_2 – zeolit optimum

dicampur dengan bubuk KBr
dibuat menjadi pellet tipis
diletakkan pada sel
diukur pada bilangan gelombang $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$
dihasilkan spektra katalis TiO_2 – zeolit optimum
diidentifikasi spektra yang dihasilkan berdasarkan literatur

Hasil

L.2.6. Penentuan bilangan metilen biru katalis TiO_2 – zeolit

Katalis TiO_2 - zeolit

ditimbang 0,1 g
dimasukkan kedalam erlenmeyer
ditambahkan 25 mL larutan metilen biru 800 ppm
dikocok 125 rpm selama 2 jam
disentrifugasi selama 1 jam
dipipet supernatan yang telah terpisah dari endapan sebanyak 0,1 mL
dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
ditambahkan ethanol 96% hingga tanda batas
diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum $655,8\text{ nm}$

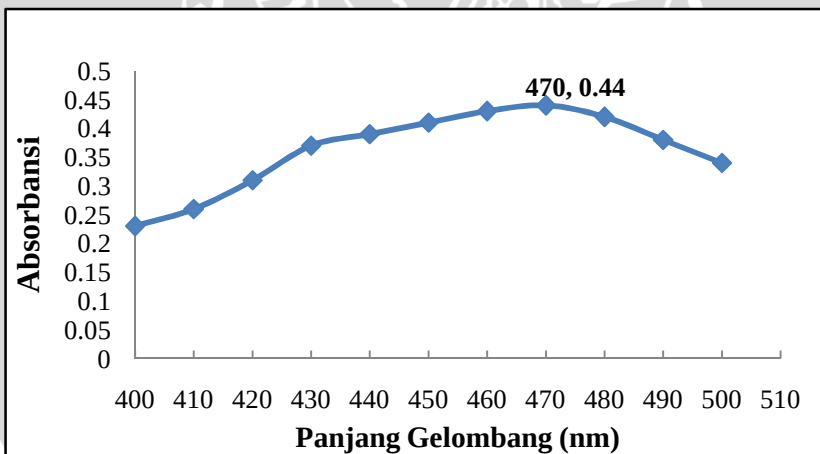
Hasil

LAMPIRAN 3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Pembuatan Kurva Baku *Methyl Orange*

L.3.1. Penentuan panjang gelombang maksimum *methyl orange*

Tabel L.3.1. Data absorbansi larutan *methyl orange* konsentrasi 6 ppm pada berbagai panjang gelombang

λ (nm)	A
400	0.23
410	0.26
420	0.31
430	0.37
440	0.39
450	0.41
460	0.43
470	0.44
480	0.42
490	0.38
500	0.34



Gambar L.3.1 Grafik penentuan panjang gelombang maksimum *methyl orange*

L.3.2. Pembuatan kurva baku dan perhitungan persamaan regresi dan koefisien korelasi kurva baku *methyl orange*

Sederetan larutan kurva baku *methyl orange* dengan konsentrasi 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12 mg/L diukur absorbansinya dengan Spektrometri UV-20. Selanjutnya dibuat kurva hubungan antara konsentrasi larutan sebagai sumbu X dan absorbansi larutan sebagai sumbu Y. Kurva baku ini digunakan untuk penentuan kadar *methyl orange* yang terdegradasi menggunakan fotokatalis TiO_2 - zeolit.

Tabel L.3.2. Perhitungan regresi kurva baku *methyl orange*

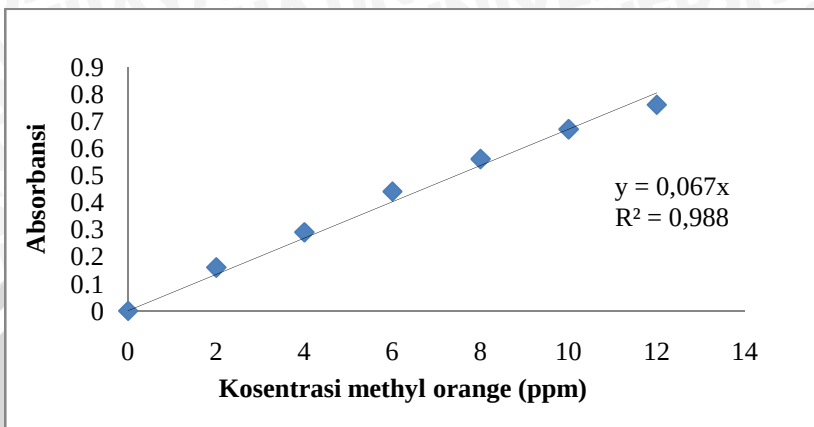
No	Konsentrasi <i>methyl orange</i> (X)	Absorbansi (Y)	X^2	Y^2	XY
1	0	0	0	0	0
2	2	0,16	4	0,0256	0,32
3	4	0,29	16	0,0841	1,16
4	6	0,44	36	0,1936	2,64
5	8	0,56	64	0,3136	4,48
6	10	0,67	100	0,4489	6,70
7	12	0,76	144	0,5776	9,12
	Σ		364	1,6463	24,24

Berdasarkan data tabel diatas, nilai a dan R dari persamaan garis dihitung sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum XY}{\sum X^2} \quad R^2 = \frac{\sum XY}{\sqrt{\sum X^2 Y^2}}$$

$$a = \frac{24,24}{364} \quad R^2 = \frac{24,24}{\sqrt{(364)(1,6463)}}$$

$$a = 0,067088 \quad R^2 = 0,988443$$



Gambar L.3.2 Grafik kurva baku *methyl orange*

Pada pembuatan kurva baku *methyl orange* diukur pula pH larutan *methyl orange* standar yang digunakan. Sehingga pH yang terukur digunakan sebagai pH standar larutan *methyl orange* pada saat pengukuran *methyl orange* terdegradasi.

Tabel L.3.3 Data absorbansi dan pH larutan kurva baku *methyl orange*

No	Konsentrasi <i>methyl orange</i> (X)	Absorbansi (Y)	pH
1	0	0	6,14
2	2	0,16	6,06
3	4	0,29	5,95
4	6	0,44	5,87
5	8	0,56	5,87
6	10	0,67	5,91
7	12	0,76	6,14
pH			5,87 – 6,14

LAMPIRAN 4. Data Hasil Penelitian

L.4.1. Data hasil uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan variasi lama penyinaran dan konsentrasi *methyl orange*

Setelah dilakukan degradasi, larutan sampel dipipet sebanyak 1 mL dan ditambahkan akuades 5 mL. Diukur dan disesuaikan pH larutan sampel pada pH standar yaitu pH antara 5,87 – 6,14. Selanjutnya dimasukkan dalam labu takar 10 mL. Diencerkan dengan akuades hingga tanda batas kemudian dikocok. Sampel diukur dengan menggunakan Spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum 470 nm.

Tabel L.4.1. Hasil uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan variasi lama penyinaran dan konsentrasi *methyl orange*

[Methyl Orange]	Waktu (menit)	Absorbansi		Rataan Absorbansi	Konsentrasi Methyl Orange (ppm)	Volume (mL)	Konsentrasi Methyl Orange (mmol)	Jumlah Berkurangnya Methyl Orange (mmol)	% degradasi Methyl Orange
		I	II						
20 ppm	0	0,25	0,25	0,25	37,31	50	0,00570	0,00000	0,0%
	30	0,23	0,25	0,24	35,45	50	0,00541	0,00028	5,0%
	0	0,23	0,25	0,24	35,45	49	0,00531	0,00000	0,0%
	40	0,20	0,23	0,21	31,72	49	0,00475	0,00056	10,5%
	0	0,20	0,23	0,21	31,72	48	0,00465	0,00000	0,0%
	50	0,18	0,18	0,18	26,12	48	0,00383	0,00082	17,6%
	0	0,18	0,18	0,18	26,12	47	0,00375	0,00000	0,0%

	60	0,13	0,13	0,13	18,66	47	0,00268	0,00107	28,6%
	0	0,13	0,13	0,13	18,66	46	0,00262	0,00000	0,0%
	70	0,13	0,13	0,13	18,66	46	0,00262	0,00000	0,0%
40 ppm	0	0,38	0,38	0,38	55,97	50	0,00855	0,00000	0,0%
	30	0,35	0,35	0,35	52,24	50	0,00798	0,00057	6,7%
	0	0,35	0,35	0,35	52,24	49	0,00782	0,00000	0,0%
	40	0,33	0,30	0,31	46,64	49	0,00698	0,00084	10,7%
	0	0,33	0,30	0,31	46,64	48	0,00684	0,00000	0,0%
	50	0,23	0,23	0,23	33,58	48	0,00492	0,00191	28,0%
	0	0,23	0,23	0,23	33,58	47	0,00482	0,00000	0,0%
	60	0,13	0,13	0,13	18,66	47	0,00268	0,00214	44,4%
	0	0,13	0,13	0,13	18,66	46	0,00262	0,00000	0,0%
	70	0,13	0,13	0,13	18,66	46	0,00262	0,00000	0,0%
60 ppm	0	0,53	0,53	0,53	78,36	50	0,01197	0,00000	0,0%
	30	0,50	0,50	0,50	74,63	50	0,01140	0,00057	4,8%
	0	0,50	0,50	0,50	74,63	49	0,01117	0,00000	0,0%
	40	0,48	0,48	0,48	70,90	49	0,01061	0,00056	5,0%
	0	0,48	0,48	0,48	70,90	48	0,01040	0,00000	0,0%

	50	0,45	0,43	0,44	65,30	48	0,00957	0,00082	7,9%
	0	0,45	0,43	0,44	65,30	47	0,00938	0,00000	0,0%
	60	0,35	0,35	0,35	52,24	47	0,00750	0,00188	20,0%
	0	0,35	0,35	0,35	52,24	46	0,00734	0,00000	0,0%
	70	0,35	0,35	0,35	52,24	46	0,00734	0,00000	0,0%
80 ppm	0	0,68	0,68	0,68	100,75	50	0,01539	0,00000	0,0%
	30	0,65	0,68	0,66	98,88	50	0,01510	0,00028	1,9%
	0	0,65	0,68	0,66	98,88	49	0,01480	0,00000	0,0%
	40	0,63	0,65	0,64	95,15	49	0,01424	0,00056	3,8%
	0	0,63	0,65	0,64	95,15	48	0,01395	0,00000	0,0%
	50	0,60	0,63	0,61	91,42	48	0,01340	0,00055	3,9%
	0	0,60	0,63	0,61	91,42	47	0,01313	0,00000	0,0%
	60	0,58	0,55	0,56	83,96	47	0,01205	0,00107	8,2%
	0	0,58	0,55	0,56	83,96	46	0,01180	0,00000	0,0%
	70	0,58	0,55	0,56	83,96	46	0,01180	0,00000	0,0%
100 ppm	0	0,80	0,80	0,80	119,40	50	0,01824	0,00000	0,0%
	30	0,78	0,78	0,78	115,67	50	0,01767	0,00057	3,1%
	0	0,78	0,78	0,78	115,67	49	0,01731	0,00000	0,0%

	40	0,75	0,75	0,75	111,94	49	0,01676	0,00056	3,2%
	0	0,75	0,75	0,75	111,94	48	0,01641	0,00000	0,0%
	50	0,73	0,73	0,73	108,21	48	0,01587	0,00055	3,3%
	0	0,73	0,73	0,73	108,21	47	0,01554	0,00000	0,0%
	60	0,68	0,68	0,68	100,75	47	0,01446	0,00107	6,9%
	0	0,68	0,68	0,68	100,75	46	0,01416	0,00000	0,0%
	70	0,68	0,68	0,68	100,75	46	0,01416	0,00000	0,0%

Contoh perhitungan:

untuk *methyl orange* 20 ppm dengan waktu reaksi 30 dan 40 menit

Konsentrasi larutan sampel (ppm) untuk tiap perubahan waktu dapat diketahui dengan adanya nilai absorbansi. Nilai absorbansi dimasukkan dalam persamaan kurva baku *methyl orange*:

$$y = 0,067x$$

y = absorbansi

x = konsentrasi *methyl orange* (ppm)

- Untuk konsentrasi awal pada saat waktu reaksi 30 menit (C_0) diketahui rata-rata absorbansi = 0,25, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\text{Konsentrasi terukur} = 0,25/0,067 = 3,731$$

$$\text{Faktor Pengenceran (fp)} = 10$$

$$\text{Konsentrasi (ppm)} = \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp}$$

$$= 3,731 \times 10$$

$$= 37,31 \text{ ppm} = 37,31 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi (mmol)} &= \frac{\text{Konsentrasi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{BM Methyl Orange } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}}\right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{37,31 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,00570 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Untuk konsentrasi pada saat waktu reaksi 30 menit (C_t) diketahui rata-rata absorbansi = 0,24, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\text{Konsentrasi terukur} = 0,24/0,067 = 3,545$$

$$\text{Faktor Pengenceran (fp)} = 10$$

$$\text{Konsentrasi (ppm)} = \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp}$$

$$= 3,545 \times 10$$

$$= 35,45 \text{ ppm} = 35,45 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi (mmol)} &= \frac{\text{Konsentrasi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{BM Methyl Orange } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}}\right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{35,45 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,00541 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Sehingga dapat diketahui jumlah konsentrasi yang berkurang setelah proses fotodegradasi selama 30 menit, yaitu:

Konsentrasi *methlyl orange* terdegradasi:

$$\begin{aligned} &= C_0 - C_t \\ &= 0,00570 - 0,00541 \text{ mmol} \\ &= 0,00028 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{C_0(\text{awal}) - C_t}{C_0(\text{awal})} \times 100\% \\ &= \frac{0,00570 - 0,00541}{0,00570} \times 100\% \\ &= 5,0 \% \end{aligned}$$

- Untuk konsentrasi awal pada saat waktu reaksi 40 menit (C_0) diketahui rata-rata absorbansi = 0,24, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi terukur} &= 0,24 / 0,067 = 3,545 \\ \text{Faktor Pengenceran (fp)} &= 10 \\ \text{Konsentrasi (ppm)} &= \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp} \\ &= 3,545 \times 10 \\ &= 35,45 \text{ ppm} = 35,45 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi (mmol)} &= \frac{\text{Konsentrasi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{BM Methyl Orange } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}}\right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{35,45 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,049 \text{ L} \\ &= 0,00531 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Untuk konsentrasi pada saat waktu reaksi 40 menit (C_t) diketahui rata-rata absorbansi = 0,21, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi terukur} &= 0,21 / 0,067 = 3,172 \\ \text{Faktor Pengenceran (fp)} &= 10 \\ \text{Konsentrasi (ppm)} &= \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp} \end{aligned}$$

$$= 3,172 \times 10$$

$$= 31,72 \text{ ppm} = 31,72 \text{ mg/L}$$

Konsentrasi (mmol)

$$= \frac{\text{Konsentrasi} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right)}{\text{BM Methyl Orange} \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}} \right)} \times \text{Vol. Larutan (L)}$$

$$= \frac{31,72 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,049 \text{ L}$$

$$= 0,00475 \text{ mmol}$$

Sehingga dapat diketahui jumlah konsentrasi yang berkurang setelah proses fotodegradasi selama 40 menit, yaitu:

Konsentrasi *methyl orange* terdegradasi:

$$= C_0 - C_t$$

$$= 0,00531 - 0,00475 \text{ mmol}$$

$$= 0,00056 \text{ mmol}$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{C_0(\text{awal}) - C_t}{C_0(\text{awal})} \times 100\%$$

$$= \frac{0,00531 - 0,00475}{0,00531} \times 100\%$$

$$= 10,5 \%$$

L.4.2. Data hasil uji degradasi *methyl orange* menggunakan variasi jumlah TiO₂ terimpregnasi pada zeolit

Setelah dilakukan degradasi, larutan sampel dipipet sebanyak 1 mL dan ditambahkan akuades 5 mL. Diukur dan disesuaikan pH larutan sampel pada pH standar yaitu pH antara 5,87 – 6,14. Selanjutnya dimasukkan dalam labu takar 10 mL. Diencerkan dengan akuades hingga tanda batas kemudian dikocok. Sampel diukur dengan menggunakan Spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum 470 nm.

Tabel L.4.2. Hasil uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan variasi jumlah TiO₂ terimpregnasi pada zeolit

Konsentrasi Katalis TiO ₂ - Zeolit	waktu (menit)	Absorbansi		Absorbansi Rata-Rata	Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> (ppm)	Volume (mL)	Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> (mmol)	Jumlah Berkurangnya <i>Methyl Orange</i> (mmol)	% degradasi <i>Methyl Orange</i>
		I	II						
Katalis TiO ₂ - Zeolit 5 mmol/g zeolit	0	0,40	0,40	0,40	59,70	50	0,00912	0,00000	0,0%
	30	0,38	0,38	0,38	55,97	50	0,00855	0,00057	6,3%
	0	0,38	0,38	0,38	55,97	49	0,00838	0,00000	0,0%
	40	0,35	0,35	0,35	52,24	49	0,00782	0,00056	6,7%
	0	0,35	0,35	0,35	52,24	48	0,00766	0,00000	0,0%
	50	0,33	0,33	0,33	48,51	48	0,00711	0,00055	7,1%
	0	0,33	0,33	0,33	48,51	47	0,00696	0,00000	0,0%
	60	0,30	0,30	0,30	44,78	47	0,00643	0,00054	7,69%

	0	0,30	0,30	0,30	44,78	46	0,00629	0,00000	0,0%
	70	0,29	0,30	0,30	44,03	46	0,00619	0,00010	1,67%
Katalis TiO₂ - Zeolit 10 mmol/g zeolit	0	0,40	0,40	0,40	59,70	50	0,00912	0,00000	0,0%
	30	0,35	0,38	0,36	54,10	50	0,00826	0,00085	9,4%
	0	0,35	0,38	0,36	54,10	49	0,00810	0,00000	0,0%
	40	0,33	0,33	0,33	48,51	49	0,00726	0,00084	10,3%
	0	0,33	0,33	0,33	48,51	48	0,00711	0,00000	0,0%
	50	0,29	0,28	0,28	42,16	48	0,00618	0,00093	13,1%
	0	0,29	0,28	0,28	42,16	47	0,00605	0,00000	0,0%
	60	0,23	0,23	0,23	34,33	47	0,00493	0,00113	18,6%
	0	0,23	0,23	0,23	34,33	46	0,00482	0,00000	0,0%
	70	0,23	0,23	0,23	34,33	46	0,00482	0,00000	0,0%
Katalis TiO₂ - Zeolit 15 mmol/g zeolit	0	0,40	0,40	0,40	59,70	50	0,00912	0,00000	0,0%
	30	0,38	0,37	0,37	55,60	50	0,00849	0,00063	6,9%
	0	0,38	0,37	0,37	55,60	49	0,00832	0,00000	0,0%
	40	0,33	0,33	0,33	48,88	49	0,00732	0,00101	12,1%
	0	0,33	0,33	0,33	48,88	48	0,00717	0,00000	0,0%

	50	0,24	0,25	0,25	36,57	48	0,00536	0,00181	25,2%
	0	0,24	0,25	0,25	36,57	47	0,00525	0,00000	0,0%
	60	0,13	0,14	0,14	20,15	47	0,00289	0,00236	44,9%
	0	0,13	0,14	0,14	20,15	46	0,00283	0,00000	0,0%
	70	0,14	0,14	0,14	20,90	46	0,00294	-0,00010	-3,7%

Konsentrasi *Methyl Orange* = 40 ppm



Contoh perhitungan:

menggunakan katalis TiO_2 -zeolit 5 mmol/g zeolit dengan waktu reaksi 30 dan 40 menit

Konsentrasi larutan sampel (ppm) untuk tiap perubahan waktu dapat diketahui dengan adanya nilai absorbansi. Nilai absorbansi dimasukkan dalam persamaan kurva baku *methyl orange*:

$$y = 0,067x$$

y = absorbansi

x = konsentrasi *methyl orange* (ppm)

- Untuk konsentrasi awal pada saat waktu reaksi 30 menit (C_0) diketahui rata-rata absorbansi = 0,40, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\text{Konsentrasi terukur} = 0,40 / 0,067 = 5,970$$

$$\text{Faktor Pengenceran (fp)} = 10$$

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi (ppm)} &= \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp} \\ &= 5,970 \times 10 \\ &= 59,70 \text{ ppm} = 59,70 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi (mmol)} &= \frac{\text{Konsentrasi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{BM Methyl Orange } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}}\right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{59,70 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,00912 \text{ mmol}\end{aligned}$$

Untuk konsentrasi pada saat waktu reaksi 30 menit (C_1) diketahui rata-rata absorbansi = 0,38, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\text{Konsentrasi terukur} = 0,38 / 0,067 = 5,597$$

$$\text{Faktor Pengenceran (fp)} = 10$$

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi (ppm)} &= \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp} \\ &= 5,597 \times 10 \\ &= 55,97 \text{ ppm} = 55,97 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Konsentrasi (mmol)

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Konsentrasi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{BM Methyl Orange } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}}\right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{55,97 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,00855 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Sehingga dapat diketahui jumlah konsentrasi yang berkurang setelah proses fotodegradasi selama 30 menit, yaitu:

Konsentrasi *methyl orange* terdegradasi:

$$\begin{aligned} &= C_0 - C_t \\ &= 0,00912 - 0,00855 \text{ mmol} \\ &= 0,00057 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{C_0(\text{awal}) - C_t}{C_0(\text{awal})} \times 100\% \\ &= \frac{0,00912 - 0,00855}{0,00912} \times 100\% \\ &= 6,3 \% \end{aligned}$$

- Untuk konsentrasi awal pada saat waktu reaksi 40 menit (C_0) diketahui rata-rata absorbansi = 0,38, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi terukur} &= 0,38 / 0,067 = 5,597 \\ \text{Faktor Pengenceran (fp)} &= 10 \\ \text{Konsentrasi (ppm)} &= \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp} \\ &= 5,597 \times 10 \\ &= 55,97 \text{ ppm} = 55,97 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Konsentrasi (mmol)

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Konsentrasi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{BM Methyl Orange } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}}\right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{55,97 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,049 \text{ L} \\ &= 0,00838 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Untuk konsentrasi pada saat waktu reaksi 40 menit (C_t) diketahui rata-rata absorbansi = 0,35, sehingga diperoleh konsentrasi:

$$\text{Konsentrasi terukur} = 0,35/0,067 = 5,224$$

$$\text{Faktor Pengenceran (fp)} = 10$$

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi (ppm)} &= \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp} \\ &= 5,224 \times 10 \\ &= 52,24 \text{ ppm} = 52,24 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi (mmol)} &= \frac{\text{Konsentrasi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{BM Methyl Orange } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}}\right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{52,24 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,049 \text{ L} \\ &= 0,00782 \text{ mmol}\end{aligned}$$

Sehingga dapat diketahui jumlah konsentrasi yang berkurang setelah proses fotodegradasi selama 40 menit, yaitu:

Konsentrasi *methyl orange* terdegradasi:

$$\begin{aligned}&= C_0 - C_t \\ &= 0,00838 - 0,00782 \text{ mmol} \\ &= 0,00056 \text{ mmol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ degradasi} &= \frac{C_0(\text{awal}) - C_t}{C_0(\text{awal})} \times 100\% \\ &= \frac{0,00838 - 0,00782}{0,00838} \times 100\% \\ &= 6,7 \%\end{aligned}$$

L.4.3. Data hasil uji fotodegradasi *methyl orange* dengan berbagai perlakuan

Tabel L.4.3. Hasil uji fotodegradasi *methyl orange* dengan berbagai perlakuan

KONTROL	Absorbansi		Rataan Absorbansi	Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> (ppm)	Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> awal (mmol)	Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> (mmol)	Jumlah Berkurangnya <i>Methyl Orange</i> (mmol)	% degradasi <i>Methyl Orange</i>
	I	II						
<i>Methyl Orange</i> + Katalis TiO ₂ -zeolit 15 mmol + Tanpa sinar (gelap)	0,24	0,23	0,24	35,07	0,00559	0,00536	0,00023	4,08
<i>Methyl Orange</i> + Sinar UV	0,22	0,25	0,24	35,07	0,00559	0,00536	0,00023	4,08
<i>Methyl Orange</i> + zeolit + Sinar UV	0,23	0,22	0,23	33,58	0,00559	0,00513	0,00046	8,16
<i>Methyl Orange</i> + TiO ₂ 15 mmol + Sinar UV	0,20	0,22	0,21	31,34	0,00559	0,00479	0,00080	14,29
<i>Methyl Orange</i> + katalis TiO ₂ - zeolit 15 mmol + Sinar UV	0,13	0,14	0,14	20,15	0,00559	0,00308	0,00251	44,90

Methyl Orange + Katalis TiO₂-zeolit 15 mmol + Sinar UV + pengocokan	0,10	0,11	0,11	15,67	0,00559	0,00239	0,00319	57,14
---	------	------	------	-------	---------	---------	---------	-------

Konsentrasi *Methyl Orange* (ppm) = 40 ;

Waktu reaksi = 60 menit;

Volume larutan: 50 mL

Absorbansi *methyl orange* awal = 0,24 ;

Konsentrasi awal *methyl orange* = 36,57 ppm

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi awal (mmol)} &= \frac{36,57 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,05 \text{ L} \\
 &= 0,00559 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

- **Contoh perhitungan data:**

Untuk hasil uji fotodegradasi *methyl orange* pada perlakuan menggunakan *Methyl Orange* + Katalis TiO_2 -zeolit 15 mmol/g zeolit + Tanpa sinar (gelap)

Konsentrasi larutan sampel (ppm) dapat diketahui dengan adanya nilai absorbansi. Nilai absorbansi dimasukkan dalam persamaan kurva baku *methyl orange*:

$$y = 0,067x$$

y = absorbansi

x = konsentrasi *methyl orange* (ppm)

Dengan nilai rata-rata absorbansi = 0,24 diperoleh konsentrasi:

$$\text{Konsentrasi terukur} = 0,24 / 0,067 = 3,507$$

$$\text{Faktor Pengenceran (fp)} = 10$$

$$\text{Konsentrasi (ppm)} = \text{Konsentrasi terukur} \times \text{fp}$$

$$= 3,507 \times 10$$

$$= 35,07 \text{ ppm} = 35,07 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi (mmol)} &= \frac{\text{Konsentrasi} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right)}{\text{BM Methyl Orange} \left(\frac{\text{mg}}{\text{mmol}} \right)} \times \text{Vol. Larutan (L)} \\ &= \frac{35,07 \text{ mg/L}}{327,36 \text{ mg/mmol}} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,00536 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Sehingga dapat diketahui jumlah konsentrasi yang berkurang setelah proses fotodegradasi selama 30 menit, yaitu:

Konsentrasi *methyl orange* terdegradasi:

$$= C_0 - C_t$$

$$= 0,00559 - 0,00536 \text{ mmol}$$

$$= 0,00023 \text{ mmol}$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{C_0(\text{awal}) - C_t}{C_0(\text{awal})} \times 100\%$$

$$= \frac{0,00559 - 0,00536}{0,00559} \times 100\% = 4,08 \%$$

Tabel L.4.4. Perbedaan persen degradasi hasil uji degradasi *methyl orange* menggunakan berbagai perlakuan

PERLAKUAN	<i>Methyl Orange</i> + Katalis TiO ₂ -zeolit 15 mmol + Tanpa sinar (gelap)	<i>Methyl Orange</i> + Sinar UV	<i>Methyl Orange</i> + TiO ₂ 15 mmol + Sinar UV	<i>Methyl Orange</i> + zeolit + Sinar UV	<i>Methyl Orange</i> + katalis TiO ₂ - zeolit 15 mmol + Sinar UV	<i>Methyl Orange</i> + Katalis TiO ₂ -zeolit 15 mmol + Sinar UV + pengocokan
<i>Methyl Orange</i> + Katalis TiO ₂ -zeolit 15 mmol/g zeolit + Tanpa sinar (gelap)	0,0%	0,0%	-50,0%	-71,4%	-90,9%	-92,9%
<i>Methyl Orange</i> + Sinar UV	0,0%	0,0%	-50,0%	-71,4%	-90,9%	-92,9%
<i>Methyl Orange</i> + TiO ₂ 15 mmol + Sinar UV	100,0%	100,0%	0,0%	-42,9%	-81,8%	-85,7%
<i>Methyl Orange</i> + zeolit + Sinar UV	250,0%	250,0%	75,0%	0,0%	-68,2%	-75,0%
<i>Methyl Orange</i> + katalis TiO ₂ - zeolit 15 mmol/g zeolit + Sinar UV	1000,0%	1000,0%	450,0%	214,3%	0,0%	-21,4%
<i>Methyl Orange</i> + Katalis TiO ₂ -zeolit 15 mmol/g zeolit + Sinar UV + pengocokan	1300,0%	1300,0%	600,0%	300,0%	27,3%	0,0%

- **Contoh perhitungan data:**

Untuk hasil uji fotodegradasi *methyl orange* pada perlakuan menggunakan:

Methyl Orange + Katalis TiO₂-zeolit 15 mmol/g zeolit + Tanpa sinar (gelap) pada menit ke-60 **terhadap perlakuan** *methyl orange* + TiO₂ 15 mmol + Sinar UV

- Perhitungan %degradasi menggunakan persamaan:

$$\% \text{ degradasi} = \frac{\% \text{ degradasi (1)} - \% \text{ degradasi (2)}}{\% \text{ degradasi (2)}} \times 100\%$$

Keterangan : %degradasi (1) = persen degradasi pembanding 1

%degradasi (2) = persen degradasi pembanding 2

*Data %degradasi dapat diperoleh melalui Tabel L.4.4

Maka:

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{8,16 - 4,08}{4,08} \times 100\% \\ &= 100\% \end{aligned}$$

Atau

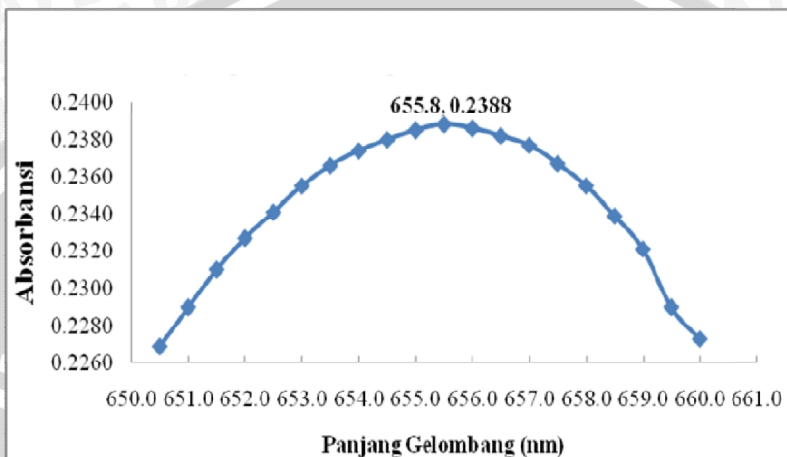
$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{4,08 - 8,16}{8,16} \times 100\% \\ &= -50,0\% \end{aligned}$$

Sehingga diketahui bahwa dari perlakuan *methyl orange* + Katalis TiO₂-zeolit 15 mmol/g zeolit + Tanpa sinar (gelap) pada menit ke-60 terhadap perlakuan *methyl orange* + Sinar UV **meningkat sebanyak 100 %**.

Dan sebaliknya dari perlakuan *methyl orange* + Sinar UV terhadap perlakuan *methyl orange* + Katalis TiO₂-zeolit 15 mmol/g zeolit + Tanpa sinar (gelap) pada menit ke-60 **menurun sebanyak 50,0%.**

LAMPIRAN 5. Penentuan Bilangan Metilen Biru Katalis TiO_2 – zeolit Menggunakan Metode Metilen Biru

L.5.1. Penentuan panjang gelombang maksimum



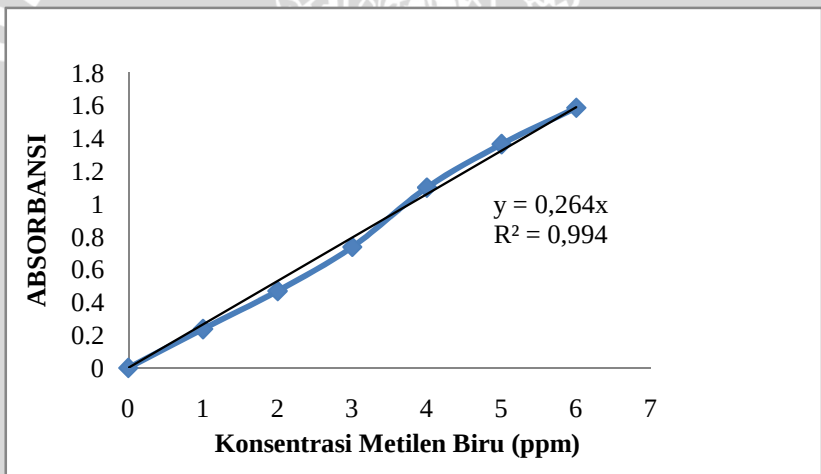
Peak detection	
Absciss.	ABS
655.8	0.2388
Graph	

Gambar L.5.1 Grafik penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru

L.5.2. Penentuan kurva baku larutan metilen biru

Tabel L.5.1. Data penentuan kurva baku larutan metilen biru pada berbagai konsentrasi

No	Konsentrasi Metilen Biru (ppm)	Absorbansi
1	0	0
2	1	0,2388
3	2	0,4685
4	3	0,7368
5	4	1,0988
6	5	1,3633
7	6	1,5846



Gambar L.5.2. Kurva baku larutan metilen biru

L.5.3. Pengolahan data adsorpsi metilen biru oleh katalis TiO_2 - zeolit

Tabel L.5.2. Data adsorpsi metilen biru oleh katalis TiO_2 - zeolit

Sampel	Absorbansi				Fp	[MB]sis	[MB]adsorb	$q_e(\text{MB})$
	1	2	3	Rata-Rata				
Katalis TiO_2 -zeolit 5 mmol/ g zeolit	0,1403	0,1434	0,1465	0,1434	500	271,59	615,72	153,93
Katalis TiO_2 -zeolit 10 mmol/g zeolit	0,1503	0,1504	0,1510	0,1506	500	285,16	602,15	150,54
Katalis TiO_2 -zeolit 15 mmol/g zeolit	0,1879	0,1816	0,1857	0,1851	500	350,51	536,81	134,20
Zeolit	0,1199	0,1201	0,1202	0,1201	500	227,40	659,91	164,98

MB awal = 887,31 ppm

Slope = 0,264

L.5.4. Penentuan konsentrasi metilen biru yang teradsorpsi serta bilangan metilen biru

Penentuan bilangan metilen biru dapat dihitung menggunakan rumus:

$$q_{e(MB)} = \frac{V (C_{awal} - C_{sisia})}{W}$$

Dengan:

C_{awal} = konsentrasi metilen biru awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

C_{sisia} = konsentrasi metilen biru akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$$C_{sisia} = X \cdot fp$$

Dimana,

Fp = faktor pengenceran

X = konsentrasi metilen biru pengukuran (ppm)

W = berat sampel katalis TiO_2 - zeolit (g)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

$q_{e(MB)}$ = bilangan metilen biru (mg/g)

L.5.4.1. Perhitungan metilen biru yang teradsorpsi

Untuk menentukan konsentrasi metilen biru yang teradsorpsi, maka harus ditentukan konsentrasi metilen biru awal (C_{awal}). C_{awal} diperoleh dari menkonversi konsentrasi larutan metilen biru sebenarnya ($C_{sebenarnya}$), menjadi konsentrasi pada saat dilakukan pengukuran.

Diketahui:

$C_{sebenarnya}$ = 800 ppm

Diencerkan (fp) = 500 (menjadi larutan metilen biru 2 ppm)

$$fp = \frac{\text{Volume ukur}}{\text{volume cuplikan}} = \frac{50 \text{ mL}}{0,1 \text{ mL}} = 500$$

Abs. Larutan metilen biru 2 ppm = **0,4685**

Slope (dari kurva baku) = **0,264**

Maka:

$$C_{awal} = \frac{\text{Abs larutan MB 2 ppm}}{\text{slope}} \times fp = \frac{0,4685}{0,264} \times 500 = \mathbf{887,31 \text{ ppm}}$$

Setelah diketahui C_{awal} , dilanjutkan dengan menentukan C_{sisia} .

Diketahui:

$$\text{Absorbansi sampel (TiO}_2\text{ – zeolit 5 mmol)} = 0,1434$$

$$\text{Slope (dari kurva baku)} = 0,264$$

$$fp = \frac{\text{Volume ukur}}{\text{volume cuplikan}} = \frac{50}{0,1} = 500$$

Maka:

$$C_{\text{sisia}} = \frac{\text{Absorbansi sampel}}{\text{slope}} \times fp = \frac{0,1434}{0,264} \times 500 = \mathbf{271,59 \text{ ppm}}$$

Jadi, konsentrasi metilen biru yang teradsorpsi adalah (C_{adsorpsi})

$$\begin{aligned} C_{\text{adsorpsi}} &= C_{\text{awal}} - C_{\text{sisia}} \\ &= 887,3106 \text{ ppm} - 271,59091 \text{ ppm} \\ &= \mathbf{615,72 \text{ ppm}} \end{aligned}$$

L.5.4.2 Perhitungan bilangan metilen biru

$$Q_{e(\text{MB})} = \frac{V (C_{\text{awal}} - C_{\text{sisia}})}{W}$$

Diketahui:

$$\text{Volume larutan} = 0,025 \text{ L}$$

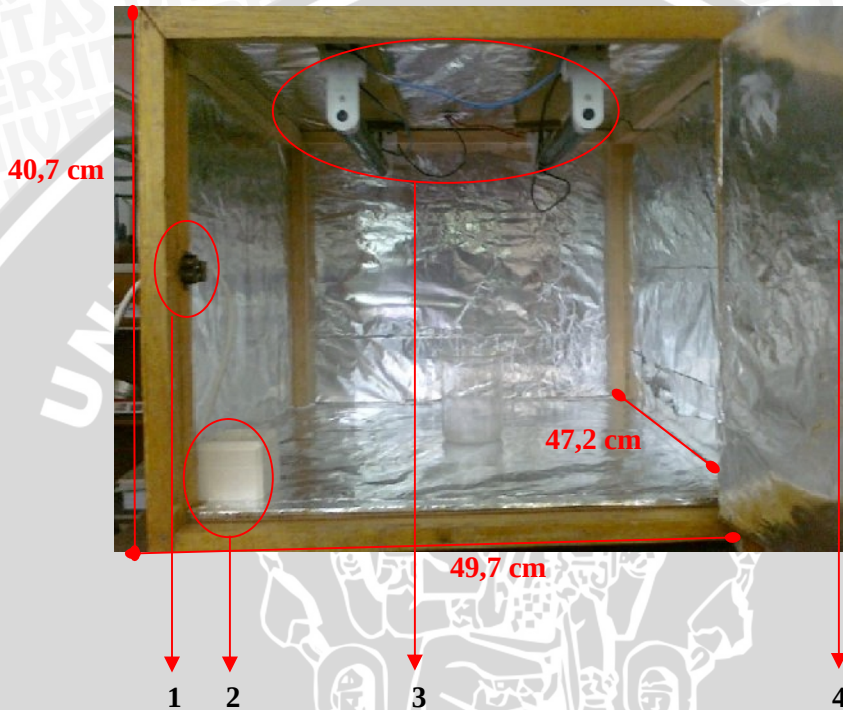
$$\text{Massa Katalis TiO}_2\text{ – zeolit 5 mmol} = 0,1 \text{ g}$$

$$C_{\text{adsorpsi}} (C_{\text{awal}} - C_{\text{sisia}}) = 615,72 \text{ ppm}$$

Sehingga:

$$\begin{aligned} Q_{e(\text{MB})} &= \frac{V (C_{\text{awal}} - C_{\text{sisia}})}{W} = \frac{0,025 \times 615,72}{0,1} \\ &= \mathbf{153,93 \text{ mg/g}} \end{aligned}$$

LAMPIRAN 6. KOTAK REAKTOR UNTUK UJI FOTODEGRADASI



Gambar L.6.1 Kotak reaktor untuk uji fotodegradasi

Ukuran kotak reaktor = panjang = 49,7 cm
lebar = 47,2 cm
tinggi = 40,7 cm

Keterangan:

- 1 = Pengait pintu reaktor
- 2 = Stop Kontak
- 3 = Lampu UV
- 4 = Pintu reaktor