

**UJI FOTOAKTIVITAS TiO_2 -BENTONIT UNTUK
DEGRADASI SENYAWA PEWARNA METHYL ORANGE
DENGAN MENGGUNAKAN SINAR UV**

SKRIPSI

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

oleh :
KHOIRUN NISA AFIFAH
0710923001-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**UJI FOTOAKTIVITAS TiO₂-BENTONIT UNTUK
DEGRADASI SENYAWA PEWARNA *METHYL ORANGE*
DENGAN MENGGUNAKAN SINAR UV**

Oleh :

**KHOIRUN NISA AFIFAH
0710923001-92**

**Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal 9 Agustus 2011
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia**

Pembimbing I

Pembimbing II

**Dra. Sri Wardhani, M.Si.
NIP. 1968000226 199203 2 001**

**Drs. Danar Purwonugroho, M.Si.
NIP. 19600610 199203 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 : Khoirun Nisa afifah
NIM : 0710923001
Jurusan : Kimia

Penulis tugas akhir berjudul :

Uji Fotoaktivitas TiO_2 -Bentonit untuk Degradasi Senyawa Pewarna *Methyl Orange* dengan Menggunakan Sinar UV

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, 9 Agustus 2011
Yang menyatakan,

KHOIRUN NISA AFIFAH
NIM. 0710923001

UJI FOTOAKTIVITAS TiO_2 -BENTONIT UNTUK DEGRADASI SENYAWA PEWARNA METHYL ORANGE DENGAN MENGGUNAKAN SINAR UV

ABSTRAK

Zat warna *methyl orange* merupakan salah satu bahan buangan yang dihasilkan dari industri tekstil. Akumulasi zat warna *methyl orange* di perairan dapat membahayakan kesehatan manusia sehingga jumlah *methyl orange* di perairan perlu dikendalikan. Upaya penanggulangan dapat dilakukan dengan proses fotokatalitik. Tujuan penelitian ini adalah mengkaji kemampuan bentonit diimpregnasi TiO_2 dalam mendegradasi zat warna *methyl orange*. Impregnasi dilakukan dengan teknik dispersi mekanik TiO_2 ke dalam bentonit natrium, dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 400-500 °C. Kajian fotoaktivitas dilakukan dengan variasi lama sinar UV 30, 40, 50, 60, dan 70 menit; konsentrasi *methyl orange* 20, 40, 60, 80 dan 100 ppm; dan jumlah TiO_2 terimpregnasi dalam bentonit 5, 10 dan 15 mmol/gram bentonit. Konsentrasi *methyl orange* sisa ditentukan menggunakan Spektronik 20 pada panjang gelombang 470 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa lama penyinaran UV, konsentrasi *methyl orange*, dan jumlah TiO_2 terimpregnasi berpengaruh terhadap kemampuan TiO_2 -bentonit dalam mendegradasi *methyl orange*. Kondisi optimum degradasi zat warna *methyl orange* terjadi pada lama penyinaran UV 50 menit, konsentrasi *methyl orange* 20 ppm dan jumlah TiO_2 terimpregnasi 10 mmol/g, serta diperoleh persen degradasi sebesar 50 %. Jumlah TiO_2 terimpregnasi mempengaruhi luas permukaan dari bentonit. Luas permukaan bentonit terimpregnasi terbesar pada TiO_2 -bentonit 10 mmol/g dengan menggunakan metode bilangan metilen biru sebesar 78,883 mg/g. Karakterisasi katalis TiO_2 -bentonit dengan menggunakan spektrofotometer inframerah didapatkan bilangan gelombang 453,24; 507,24; dan 653,82 cm^{-1} .

Kata kunci: fotokatalitik, bentonit, TiO_2 , *methyl orange*

PHOTOACTIVITY TEST OF TiO_2 -BENTONITE FOR DEGRADATION OF METHYL ORANGE DYES USING UV LIGHT

ABSTRACT

Methyl orange dye is one of the waste from textile industry. Accumulation of methyl orange dye in aquatic environment may endanger the health of human so that the amount of methyl orange in the environment needs to be controlled. Efforts can be made with a process of photocatalytic. The purpose of this research was to study the ability of bentonite impregnated with TiO_2 to degradation methyl orange. Impregnation was performed using mechanical dispersion of TiO_2 into bentonite sodium, followed by calcination at $400\text{-}500^\circ\text{C}$. The study of photoactivity were performed by variation time of UV radiation of 30, 40, 50, 60, and 70 minutes; the concentrations of methyl orange of 20, 40, 60, 80 and 100 ppm, and amount of impregnated TiO_2 of 5; 10; and 15 mmol/g bentonite. The concentration of remained methyl orange were determined using Spectronic 20 at 470 nm. The results showed that the irradiation time, concentration of methyl orange, and amount of TiO_2 affected the ability of TiO_2 -bentonite for methyl orange degradation. Optimum condition of methyl orange degradation occurred at irradiation time of 50 minutes, the concentration of 20 ppm methyl orange and the impregnation TiO_2 of 10 mmol/ g bentonite, resulting in 50 % methyl orange degradation. The amount of impregnated TiO_2 affected the specific surface of bentonite. The largest surface area was obtained at 10 mmol/g TiO_2 impregnations, which showed 78.883 mg/g of methylene blue number. TiO_2 -bentonit was characterized using an infrared spectrophotometer obtains wave number 453.24; 507.24; and 653.82 cm^{-1} .

Key: photoactivity, bentonite, TiO_2 , methyl orange

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT. yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **Uji Fotoaktivitas TiO_2 -Bentonit untuk Degradasi Senyawa Pewarna *Methyl Orange* dengan Menggunakan Sinar UV**

Dalam penyusunan tugas akhir ini tak lepas dari bantuan semua pihak baik secara langsung maupun tidak langsung, maka penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan Drs. Danar Purwonugroho, M.Si selaku Dosen Pembimbing II, atas segala pengarahan, pikiran, kesabaran yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. H. Sasangka Prasetyawan, MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.
3. Prof. Dr. drh. Aulani'am, DES selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
4. Seluruh Bapak dan Ibu dosen penguji atas masukan, waktu dan kerja samanya.
5. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan.
6. Ayahanda Sugeng Eko dan bunda Sulistiani yang senantiasa memberikan doa, kasih sayang, dukungan moral dan spiritual, serta kesabaran dalam menuntun ananda.
7. Rekan-rekan kimia atas segala bantuan, kebersamaan, kekompakan dan dukungan dan doa-nya dan semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa tulisan ini jauh dari sempurna, sehingga penulis mengharap kritik dan saran yang bersifat membangun guna perbaikan dan penyempurnaannya. Semoga tulisan ini memberi manfaat bagi semua pihak.

Malang, 9 Agustus 2011

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI.....	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK.....	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
 BAB I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
 BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 TiO ₂ sebagai Komponen Aktif	5
2.2 Bentonit sebagai Pengembangan.....	8
2.2.1 Bentonit Natrium (<i>Swelling Bentonite</i>)	9
2.2.2 Bentonit Kalsium (<i>No Swelling Bentonite</i>)	10
2.3 Impregnasi TiO ₂ pada Bentonit	10
2.4 Fotodegradasi zat Warna <i>Methyl Orange</i>	12
2.5 Dasar Analisis Spektrofotometer	16
2.6 Karakterisasi Fotokatalis	15
2.6.1 Penentuan Bilangan Metilen Biru.....	17
2.6.2 Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah	19
2.7 Hipotesis.....	20
 BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	21
3.2 Bahan Penelitian.....	21
3.3 Alat Penelitian	21

3.4 Tahapan Penelitian	21
3.5 Prosedur Kerja Penelitian	22
3.5.1 Preparasi Awal Bentonit Natrium.....	22
3.5.2 Impregnasi TiO_2 -Bentonit	22
3.5.3 Uji Fotokatalitik.....	22
3.5.3.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV	22
3.5.3.2 Pengaruh Konsentrasi <i>Methyl Orange</i>	23
3.5.3.3 Pengaruh Jumlah TiO_2 yang Terimpregnasi....	23
3.5.3.4 Pengaruh Impregnasi TiO_2 pada Bentonit Terhadap Fotoaktivitas TiO_2 dalam Mendegradasi <i>Methyl Orange</i>	23
3.5.4 Penentuan Kadar <i>Methyl Orange</i> Sisa.....	24
3.5.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum....	24
3.5.4.2 Penentuan Kurva Baku <i>Methyl Orange</i>	24
3.5.4.3 Penentuan Kadar <i>Methyl Orange</i> Sisa.....	24
3.5.5 Karakterisasi Bentonit	25
a. Penentuan Bilangan Metilen Biru	25
1. Pembuatan Larutan Metilen Biru 800 ppm	25
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	25
3. Penentuan Kurva Baku Metilen Biru	25
4. Penentuan Bilangan Metilen Biru	25
5. Penentuan Kadar Metilen Biru Sisa Adsorpsi....	26
b. Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah	26
3.5.6 Analisa Data	26
3.5.6.1 Penentuan Persamaan Regresi dari Grafik Kurva Baku.....	26
3.5.6.2 Penentuan <i>Methyl Orange</i> yang terdegradasi..	27
3.5.6.3 Penentuan Kadar Metilen Biru Sisa Adsorpsi .	27
3.5.6.4 Perhitungan Rata-Rata Nilai	27
3.5.6.5 Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah	27
3.5.6.6 Perhitungan Rancangan Acak Lengkap (RAL)	28

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Uji Fotoaktivitas.....	31
4.1.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Kemampuan TiO_2 -Bentonit sebagai Fotokatalis	31

4.1.2 Pengaruh Konsentrasi Awal <i>Methyl Orange</i> terhadap Kemampuan TiO ₂ -Bentonit sebagai Fotokatalis	33
4.1.3 Pengaruh Jumlah TiO ₂ Terimpregnasi pada Bentonit terhadap Kemampuan TiO ₂ -Bentonit sebagai Fotokatalis	35
4.2 Pengaruh Impregnasi TiO ₂ pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO ₂ dalam Mendegradasi <i>Methyl Orange</i>	37
4.3 Karakterisasi Fotokatalis	
4.3.1 Penentuan Bilangan Metilen Biru	40
4.3.2 Penentuan Gugus Fungsi dengan Menggunakan Spektrofotometer Infra Merah.....	43
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan.....	46
5.2 Saran.....	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	53



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur Kristal TiO_2 6
Gambar 2.2	Celah Pita Energi TiO_2 Rutil dan Anatase Serta Hubungannya dengan Potensial Redoks 7
Gambar 2.3	Struktur Bentonit. 9
Gambar 2.4	Proses Sintering..... 11
Gambar 2.5	Struktur <i>Methyl Orange</i> 12
Gambar 2.6	Proses Fotokatalisis..... 13
Gambar 2.7	Reaksi Degradasi <i>Methyl Orange</i> 15
Gambar 2.8	Tahap Reaksi Degradasi Gugus Benzene..... 16
Gambar 2.9	Kurva Hubungan Absorbansi dengan Konsentrasi 17
Gambar 2.10	Struktur Molekul Metilen Biru..... 18
Gambar 4.1	Pengaruh Lama Penyinaran UV terhadap Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> pada Konsentrasi Awal Zat Warna <i>Methyl Orange</i> 60 ppm..... 32
Gambar 4.2	Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi terhadap Konsentrasi Larutan <i>Methyl Orange</i> pada Lama Penyinaran Sinar UV 50 Menit 35
Gambar 4.3	Pengaruh Jumlah Konsentrasi TiO_2 yang Terimpregnasi terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi pada Konsentrasi Larutan <i>Methyl</i> <i>Orange</i> 20 ppm dan Lama Penyinaran 50 Menit . 36
Gambar 4.4	Perbandingan Kemampuan Degradasi Zat Warna <i>Methyl Orange</i> 20 ppm Pada Lama Penyinaran 50 Menit 38
Gambar 4.5	Grafik Bilangan Metilen Biru Akibat Impregnasi dngan TiO_2 41
Gambar 4.6	Spektra Inframerah Bentonit Natrium dan TiO_2 -Bentonit..... 44

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Perbandingan Spektra Infra Merah dari Zeolit Alam, Kristal TiO ₂ (anatase), dan TiO ₂ -zeolit	20
Tabel 3.1 Analisis Data	28
Tabel 3.2 Analisis Sidik Ragam Satu Arah.....	29
Tabel 4.1 Interpretasi Spektra Infra Merah Bentonit dengan TiO ₂ -Bentonit Optimum.....	45
Tabel L.2.1 Pembuatan Larutan <i>Methyl Orange</i> 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 ppm.....	65
Tabel L.2.2 Pembuatan Larutan <i>Methyl Orange</i> 20, 40, 60, 80 dan 100 ppm.....	65
Tabel L.2.3 Pembuatan Larutan Metilen Biru 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 ppm.....	66
Tabel L.3.1 Data Absorbansi Larutan <i>Methyl Orange</i>	67
Tabel L.3.2 Data Penentuan Kurva Baku Larutan <i>Methyl Orange</i>	68
Tabel L.4.1 Data Pengaruh lama Penyinaran Sinar UV terhadap Konsentrasi <i>Methyl</i> 60 ppm oleh TiO ₂ -bentonit 10 mmol/g	70
Tabel L.4.2 Data Pengaruh Konsentrasi Awal <i>Methyl Orange</i> terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi Pada Lama Penyinaran Optimum (50 Menit) oleh TiO ₂ -bentonit 10 mmol	71
Tabel L.4.3 Data Pengaruh Jumlah TiO ₂ Terimpregnasi terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi	72
Tabel L.4.4 Data Pengaruh Impregnasi TiO ₂ pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO ₂ dalam Mendegradasi <i>Methyl Orange</i>	73
Tabel L.5.1 Data Absorbansi Larutan Metilen Biru pada Berbagai Konsentrasi.....	74
Tabel L.5.2 Data Penentuan Kurva Baku Metilen Biru.....	75
Tabel L.5.3 Data Penentuan Bilangan Metilen Biru.....	77
Tabel L.7.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> 60 ppm	80
Tabel L.7.2 Analisa Sidik Ragam Satu Arah.....	82

Tabel L.7.3	Pengaruh Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi	83
Tabel L.7.4	Analisa Sidik Ragam Satu Arah.....	84

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran L.1 Diagram Alir Penelitian	
L.1.1 Tahapan Penelitian.....	53
L.1.2 Preparasi Bentonit Alam	54
L.1.3 Sintesis TiO_2 -Bentonit	55
L.1.4 Uji Fotokatalitik.....	56
L.1.4.1 Pengaruh Lama Penyinaran	56
L.1.4.2 Pengaruh Konsentrasi Awal <i>Methyl Orange</i>	57
L.1.4.3 Pengaruh Jumlah TiO_2 yang Terimpregnasi	58
L.1.4.4 Pengaruh Impregnasi TiO_2 pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO_2 dalam Mendegradasi <i>Methyl Orange</i>	59
L.1.5 Karakterisasi Fotokatalis	
L.1.4.3 Perbandingan Kemampuan degradai Zat Warna <i>Methyl Orange</i> pada Lama Penyinaran, Konsentrasi MO, serta Katalis Optimum.....	57
L.1.5 Karakterisasi Fotokatalis.....	58
L.1.5.1 Penentuan Bilangan Metilen Biru.....	58
L.1.5.2 Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Infra Merah.....	62
L.1.5.3 Penentuan Kurva Baku <i>Methyl Orange</i> Sisa.....	63
Lampiran L.2 Perhitungan dan Pembuatan Larutan	
L.2.1 Perhitungan Jumlah TiO_2 yang Terimpregnasi	64
L.2.2 Pembuatan larutan Stok <i>Methyl Orange</i> 500 ppm	64
L.2.3 Pembuatan Larutan Baku <i>Methyl Orange</i> 1, 2, 3, 4, 5,6 dan 7 ppm.....	64
L.2.4 Pembuatan larutan Baku <i>Methyl Orange</i> 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm.....	65
L.2.5 Pembuatan larutan baku Metilen Biru 800 ppm	65
L.2.6 Pembuatan Larutan Baku Metilen Biru 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 ppm.....	65
Lampiran L.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Pembuatan Kurva Baku <i>Methyl Orange</i>	
L.3.1 Data Absorbansi Larutan <i>Methyl Orange</i> pada Berbagai Panjang Gelombang	67

L.3.2	Penentuan Kurva Baku Larutan <i>Methyl Orange</i>	68
-------	---	----

Lampiran L.4 Hasil Analisis Fotokatalisis

L.4.1	Data Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> yang Berkurang Pada Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> 60 ppm oleh TiO ₂ -bentonit 10 mmol	70
L.4.2	Data Pengaruh Konsentrasi Awal <i>Methyl Orange</i> terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi pada Lama Penyinaran UV Optimum.....	71
L.4.3	Pengaruh Jumlah TiO ₂ yang Terimpregnasi terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi.....	72
L.4.4	Pengaruh Impregnasi TiO ₂ pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO ₂ dalam Mendegradasi <i>Methyl Orange</i>	73

Lampiran 5 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Pembuatan Kurva Baku metilen Biru

L.5.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	74
L.5.2	Penentuan Kurva Baku metilen Biru	75
L.5.3	Penentuan Bilangan Metilen Biru	76

Lampiran 6 Spektrum Inframerah Bentonit Alam dan TiO₂-bentonit 10 mmol/ g

78

Lampiran 7 Uji Statistika

80

L.7.1	Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> yang Berkurang	80
L.7.2	Pengaruh Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> terhadap Persen <i>Methyl Orange</i> yang Berkurang.....	83

Lampiran 8 Reaktor untuk Uji Fotokataisis.....

85

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri tekstil berada di peringkat pertama penggunaan zat warna untuk pewarnaan serat, yang ditunjukkan dengan makin meningkatnya nilai ekspor tekstil dan produk tekstil dari tahun ketahun, hal ini menimbulkan masalah yang serius bagi lingkungan. Salah satu masalah lingkungan yang dihadapi oleh industri tekstil adalah limbah zat warna dari proses pewarnaan yang masih mengandung lebih dari 10.000 zat warna salah satunya adalah *methyl orange* (Maurya *et al.*, 2006). Menurut Christina *dkk.* (2007), limbah tekstil mengandung 60-70 % senyawa dengan gugus azo yang akan menjadi sumber penyakit bila terlalu lama di lingkungan karena bersifat karsinogen dan mutagen. Sedangkan gugus fenil merupakan senyawa yang sangat sulit didegradasi, dan dibutuhkan waktu yang lama, sehingga perlu dilakukan pengolahan limbah zat warna agar tidak merusak lingkungan.

Diantara semua jenis bahan pewarna, *methyl orange* merupakan salah satu pewarna yang sering dipakai karena murah dan mudah didapat. Zat warna dapat dikatakan sebagai polutan apabila konsentrasinya melebihi 10 mg/L di perairan. Oleh karena itu, diperlukan usaha penanggulangan atau pengolahan pencemaran lingkungan oleh zat warna tersebut. Pengolahan limbah zat warna dilakukan melalui berbagai cara, antara lain biologis/aktifitas mikroba, elektrolisis, serta adsorpsi (Dhamayanti *dkk.*, 2005), dari berbagai macam pengolahan limbah cair tersebut belum dapat mengatasi pencemaran zat warna dengan baik.

Beberapa hasil penelitian diketahui bahwa berbagai senyawa zat warna dapat didegradasi melalui proses fotokimia dengan menggunakan sinar UV. Proses tersebut dapat dipercepat dengan menggunakan material yang mampu mempercepat laju reaksi fotokimia, yakni semikonduktor (Tahir, 2004). Semikonduktor adalah material yang memiliki dua pita energi yang disebut pita valensi dan pita konduksi, dengan jarak antar keduanya sebesar 0,7-3,5 eV (Sobczykński dan Dobosz, 2001). Material yang bersifat

sebagai semikonduktor antara lain ZnO, CdS, TiO₂, Fe₂O₃, dan ZnS (Akarsu *dkk.*, 2007). Semikonduktor TiO₂ memiliki berbagai keunggulan, diantaranya, memiliki aktivitas katalis yang cukup besar, efektif, stabil, bekerja pada suhu ruangan, ekonomis, tidak beracun, dan ramah lingkungan. Aktivitas fotokatalis TiO₂ dapat ditingkatkan melalui impregnasi pada material pendukung, salah satunya dengan menggunakan adsorben (Subramani *dkk.*, 2007).

Semikonduktor dapat mempercepat reaksi oksidasi yang diinduksi oleh cahaya. Kemampuan ini disebabkan struktur TiO₂ yang dikarakterisasi oleh adanya pita valensi terisi dan pita konduksi kosong yang membentuk celah pita atau *band gap* (Eg) sebesar 3,2 elektron Volt (eV) yang sebanding dengan cahaya UV ($\lambda = 385$ nm) dan di antara kedua pita tersebut jika dikenai cahaya atau energi foton, maka satu elektron dari pita valensi terisi akan tereksitasi ke dalam pita konduksi kosong dengan meninggalkan *hole*. Proses fotokatalisis dipengaruhi oleh lama penyinaran sinar (sumber energi foton), makin lama penyinaran maka makin banyak senyawa organik yang terdegradasi karena jumlah oksidator yang dihasilkan dari semikonduktor makin banyak (Modestov, 1997).

Aplikasi material fotokatalis dalam perkembangannya tidak lagi dilakukan sebagai bahan murni melainkan diimbangkan pada suatu padatan pendukung seperti zeolit, karbon aktif, dan bentonit (Tahir *dkk.*, 2004). Bentonit adalah lempung yang mengandung montmorillonit dan termasuk kelompok dioktoedral dengan rumus kimia Si₈(AlMg)₄O₂₀(OH)₄. Lempung kelompok montmorillonit mempunyai karakteristik mudah menyerap air, memiliki bilangan metilen biru yang besar, dan kapasitas penukar kation yang baik (Wijaya *dkk.*, 2000). Peningkatan kemampuan montmorillonit terimpregnasi disebabkan karena terjadinya peningkatan sifat mikropori, serta keberadaan atom-atom baru pada montmorillonit terimpregnasi yang akan menghasilkan situs aktif untuk reaksi katalitik atau fotokatalitik (Wijaya *dkk.*, 2000; Widihati, 2002). Bentonit terimpregnasi TiO₂ disintesis dari bentonit natrium yang diimpregnasi dengan titanium dioksida (TiO₂) dengan menggunakan teknik dispersi mekanik padat-padat. Katalis tersebut akan menghasilkan gabungan yang sinergis adsorpsi-fotokatalitik. Metode adsorpsi-fotokatalitik didasarkan pada proses adsorpsi senyawa

organik oleh permukaan padatan yang sekaligus mampu mendegradasi senyawa organik tersebut. Degradasi sempurna menghasilkan CO_2 , H_2O , dan garam mineral yang aman bagi lingkungan (Nogueira, 1993).

Menurut penelitian Sumerta *dkk.* (2002), pada berbagai lama penyinaran didapatkan penurunan konsentrasi metilen biru sebesar 89,90 % pada menit ke-20 dengan menggunakan TiO_2 -montmorillonit ukuran 270 *mesh* dan konsentrasi metilen biru awal 10^{-4} M. Penelitian tersebut menunjukkan bahwa lama penyinaran UV berpengaruh pada pengurangan substrat. Menurut penelitian Slamet *dkk.* (2008), didapatkan persen degradasi makin menurun pada uji degradasi fenol dengan berbagai konsentrasi 10, 20, 30 dan 45 ppm. Konsentrasi substrat makin besar maka jumlah molekul substrat makin banyak sedangkan kemampuan foton untuk mengeksitasi elektron TiO_2 sama, sehingga makin kecil degradasi fenol yang terjadi. Penelitian Slamet membuktikan bahwa jumlah TiO_2 (10 %, 15 %, 20 %, 25 % dan 30 %) yang terimpregnasi pada zeolit mempengaruhi proses adsorpsi dan fotokatalisis, sehingga terjadi penurunan persen degradasi setelah jumlah TiO_2 terimpregnasi sebesar 15 %.

Pada penelitian ini mengkaji mengenai pengaruh lama penyinaran UV, jumlah TiO_2 yang terimpregnasi pada bentonit, serta berbagai konsentrasi zat warna *methyl orange* untuk mengetahui kemampuan fotokatalis mendegradasi zat warna tersebut, sehingga dengan penelitian ini diharapkan akan didapatkan fotokatalis TiO_2 -bentonit optimum yang mampu mendegradasi zat warna *methyl orange*.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini, antara lain:

1. Bagaimana pengaruh lama penyinaran sinar UV, konsentrasi *methyl orange*, dan jumlah TiO_2 yang terimpregnasi pada bentonit terhadap kemampuan TiO_2 -bentonit sebagai fotokatalis?
2. Bagaimana pengaruh impregnasi TiO_2 pada bentonit terhadap fotoaktivitas TiO_2 dalam mendegradasi *methyl orange*?

3. Bagaimanakah karakteristik bentonit natrium dan TiO_2 -bentonit ditinjau dari bilangan metilen biru dan ditinjau dari spektrum infra merah (IR)?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah yang ditetapkan pada penelitian ini meliputi:

1. Bentonit yang digunakan adalah *Swelling Bentonite* atau Natrium-bentonit (Brataco).
2. Bahan yang digunakan untuk impregnasi TiO_2 -bentonit adalah TiO_2 sebanyak 5, 10, 15 mmol/g bentonit.
3. Penentuan karakterisasi bilangan metilen biru dilakukan pada bentonit dan katalis TiO_2 -bentonit.
4. Penentuan karakterisasi menggunakan spektrofotometer inframerah dilakukan pada TiO_2 -bentonit yang memberikan persen pengurangan *methyl orange* yang terbesar.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh lama penyinaran sinar UV, konsentrasi *methyl orange*, dan jumlah TiO_2 yang terimpregnasi pada bentonit terhadap kemampuan TiO_2 -bentonit sebagai fotokatalis.
2. Mengetahui pengaruh impregnasi TiO_2 pada bentonit terhadap fotoaktifitas TiO_2 dalam mendegradasi *methyl orange*.
3. Mengetahui karakterisasi bentonit natrium dan TiO_2 -bentonit ditinjau dari bilangan metilen biru dan ditinjau dari spektrum infra merah (IR).

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini adalah dapat memberikan informasi tentang metode alternatif dalam meningkatkan jumlah *methyl orange* yang terdegradasi oleh TiO_2 -bentonit.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 TiO_2 sebagai Komponen Aktif

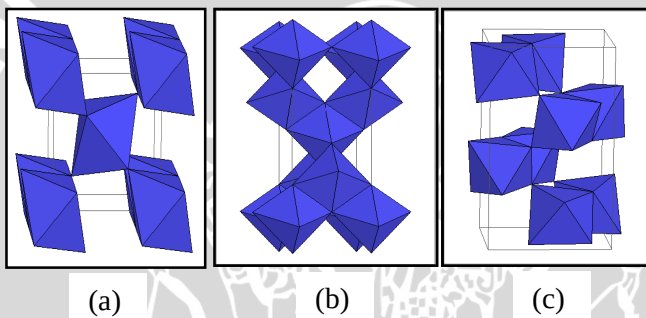
Katalis merupakan suatu zat yang dapat mempercepat terjadinya reaksi kimia. Katalis bekerja secara spesifik untuk reaksi tertentu dan dapat menurunkan besarnya energi aktivasi suatu reaksi. Katalis akan bereaksi dengan pereaksi, namun katalis akan diperoleh kembali di akhir reaksi. Katalis terbagi dua jenis berdasarkan sifat campuran reaksi, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan pereaksi. Pada katalis homogen, setelah reaksi selesai katalis akan bercampur dengan hasil reaksi, sehingga katalis sulit didapatkan kembali. Katalis dapat diperoleh kembali, tetapi biaya pemisahan katalis dari produk sangat tinggi sehingga sangat tidak efisien (Marhusari, 2009).

Jenis katalis yang kedua adalah katalis heterogen, katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan pereaksi, sehingga katalis heterogen dapat diperoleh dengan mudah di akhir reaksi. Reaksi katalitik terjadi pada permukaan katalis. Katalis heterogen memiliki dua komponen yaitu fasa aktif dan pengemban. Fasa aktif merupakan sisi aktif dari katalis yang merupakan tempat terjadinya reaksi pada katalis. Makin luas permukaan fasa aktif, maka aktivitas akan makin baik. Fasa aktif tersebut biasanya disebar dalam suatu pengemban. Dengan kata lain, pengemban berperan dalam sebaran fasa aktif. Komponen aktif merupakan pusat aktif katalis yang berfungsi untuk mempercepat dan mengarahkan reaksi yang berhubungan dengan aktivitas dan selektivitas (Gunadi, 2008). Komponen aktif yang dapat digunakan adalah semikonduktor TiO_2 .

Semikonduktor adalah material yang memiliki dua pita energi yang disebut pita valensi dan pita konduksi, dengan jarak antar keduanya sebesar 0,7-3,5 eV (Sobczykński dan Dobosz, 2001). TiO_2 merupakan salah satu semikonduktor yang umum digunakan sebagai fotokatalis karena memiliki aktivitas fotokatalis yang efektif, relatif

stabil, bekerja pada suhu ruangan, ekonomis dan tidak beracun (Khan, 2003).

Polimorf TiO_2 ada tiga jenis, yaitu anatase, brookite dan rutil. Rutil merupakan struktur kristal yang paling stabil dari titania, sedangkan anatase bersifat metastabil. Prekursor amorf titania dikristalisasi menjadi anatase pada temperatur 300 - 800 °C. Anatase TiO_2 berguna sebagai pigmen dan fotokatalis. Kekuatan katalis material ini tergantung pada kristalinitas, morfologi permukaan, ukuran partikel, dan metode preparasi (Akarsu dkk., 2006). Gambar 2.1 menunjukkan struktur kristal ketiga amorf tersebut (Smith, 2009).

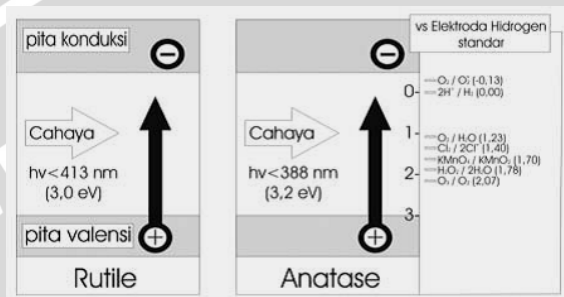


Gambar 2.1 Struktur Kristal TiO_2 : (a) Rutil, (b) Anatase, (c) Brookite

TiO_2 anatase umumnya menunjukkan fotoaktivitas yang lebih tinggi daripada jenis rutil karena luas permukaan anatase lebih besar dibandingkan dengan rutil, sehingga sisi aktif per unit anatase lebih besar. Selain itu karena perbedaan dalam struktur pita energi, TiO_2 jenis anatase mempunyai energi celah 3,2 elektron Volt (eV) yang sebanding dengan cahaya UV ($\lambda = 385 \text{ nm}$). Sedangkan, energi celah pita untuk TiO_2 jenis rutil adalah 3,0 eV yang sebanding dengan cahaya UV ($\lambda = 413 \text{ nm}$). Energi celah pita untuk seikonduktor menunjukkan energi cahaya minimum yang diperlukan untuk menghasilkan elektron pada pita konduksi, sehingga menghasilkan konduktivitas listrik dan *hole* pada pita valensi yang mengalami kekosongan elektron (Jain dan Sikarwar, 2008).

Saat semikonduktor TiO_2 disinari dengan sinar UV, elektron pada pita valensi mengalami eksitasi menuju pita konduksi dan menciptakan *hole* positif pada pita valensi. Pada proses fotokatalitik,

hole positif ini mengambil elektron OH^- yang teradsorpsi, menghasilkan gugus hidroksil radikal ($\cdot\text{OH}$) dengan E^0 ($\cdot\text{OH}/\text{H}_2\text{O}$) = +2,72 V yang mampu mengoksidasi senyawa organik menjadi CO_2 dan H_2O (proses mineralisasi) (Hussein *dkk.*, 2008, Chen *dkk.*, 2003).



Gambar 2.2 Celah Pita Energi TiO_2 Rutil dan Anatase serta Hubungannya dengan Potensial Redoks (Gunadi, 2008)

Mekanisme fotokatalis semikonduktor TiO_2 dengan bantuan sinar UV dapat dijelaskan sebagai berikut. Apabila TiO_2 menerima foton ($h\nu$) dengan energi yang sama atau lebih besar daripada energi celah pita valensi dan pita konduksinya, maka terbentuk pasangan elektron-hole. *Hole* pada pita valensi ini memiliki muatan positif (h^+_{VB}) kemudian bereaksi dengan molekul air yang teradsorpsi pada permukaan padatan atau dengan ion hidroksil, membentuk radikal ($\cdot\text{OH}$). Radikal OH ($\cdot\text{OH}$) juga terbentuk melalui reduksi oksigen oleh elektron pada pita konduksi. Radikal ini memiliki potensial oksidasi yang besar sehingga mampu mengoksidasi senyawa-senyawa organik secara langsung. Mekanismenya ditunjukkan sebagai berikut (Soares *dkk.*, 2007; Kim *dkk.*, 2005):



Pada persamaan (2.1) $h\nu$ menunjukkan foton yang memicu reaksi dan subskrip “ads” menunjukkan bahwa molekul diadsorpsi pada TiO_2 (Soares *dkk.*, 2007).

Strategi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dan efisiensi fotokatalitik TiO_2 adalah dengan menggunakan suatu mineral yang bersifat sebagai pengemban seperti bentonit, selain itu dapat meningkatkan daya adsorpsi. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan konsentrasi senyawa target dipermukaan katalis sehingga proses degradasi fotokatalitik meningkat. TiO_2 yang diembankan pada karbon aktif memiliki efisiensi degradasi fotokatalitik yang tinggi terhadap zat warna dibandingkan dengan TiO_2 tanpa diembankan (Sumerta, 2002).

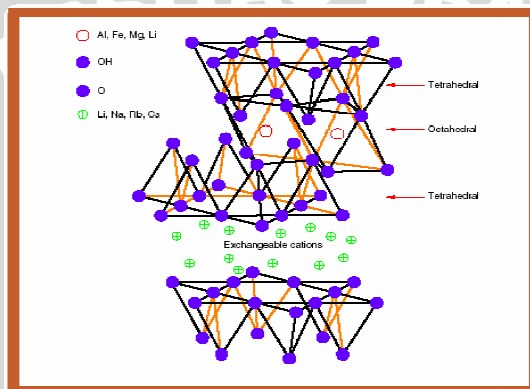
2.2 Bentonit sebagai Pengemban

Bentonit adalah nama dagang untuk jenis lempung yang mengandung mineral montmorillonit antara 80-90%, dengan rumus kimia: $[(\text{OH})_4\text{Si}_8\text{Al}_4\text{O}_{20}\text{nH}_2\text{O}]$. Fragmen sisa umumnya merupakan campuran dari mineral-mineral pengotor seperti kuarsa, kristobalit, feldspar, dan mineral lempung lainnya, tergantung pada daerah geologisnya (Hery dan Rinaldi, 2002).

Mineral bentonit memiliki diameter kurang dari $2\ \mu\text{m}$ yang terdiri dari berbagai macam mineral *phyllosilicate* yang mengandung silika, aluminium oksida dan hidrosida yang dapat mengikat air. Struktur kristal bentonit terbentuk oleh 3 lapis yang terdiri dari 2 lapisan tetrahedral silika (SiO_4) yang digabungkan dengan lapisan oktahedral dari aluminium atau magnesium hidroksida, diantara lapisan oktahedral dan tetrahedral terdapat kation monovalent maupun bivalent, seperti Na^+ , Ca^{2+} dan Mg^{2+} (Gambar 2.3). Lapisan-lapisan dalam bentonit ini teraglomerasi (menggumpal) karena adanya gaya tarik menarik antar partikel (Gil, *dkk.* 2000 dan Syuhada *dkk.*, 2009).

Bentonit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Ion-ion logam tersebut dapat digantikan oleh kation lain tanpa merusak struktur bentonit dan dapat menyerap air secara *reversible* (Wijaya *dkk.*, 2003). Antara lapisan silika dan alumina dihubungkan oleh pengikatan oksigen yang sangat

lemah sehingga mudah mengembang, karena mudah mengembang maka kation dan air mudah bergerak bebas diantara kisi kristal. Potensi pengembangan dan pengerutan yang tinggi menyebabkan mineral ini dapat menerima dan menyerap ion-ion serta senyawa organik. Bentonit mempunyai sifat mengadsorpsi karena ukuran partikel koloidnya sangat kecil dan memiliki kapasitas permukaan yang tinggi (Yusnimar *dkk.*, 2009).



Gambar 2.3 Struktur Bentonit (Syuhada *dkk.*, 2009)

Saat ini dikenal sekitar dua jenis utama bentonit natrium, yang masing-masing mempunyai nilai komersial berbeda. Bentonit dibedakan menjadi dua jenis, yaitu (Sukandarrumidi, 1999):

2.2.1 Bentonit Natrium (*Swelling Bentonite*)

Bentonit jenis ini mempunyai kandungan ion Na^+ relatif lebih banyak dibandingkan dengan kandungan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} , selain itu bentonit juga memiliki sifat mengembang apabila terkena air. Kandungan Na_2O umumnya lebih besar dari 2%. Suspensi koloidal mempunyai range pH 8,5-9,8. Bentonit jenis natrium banyak digunakan sebagai pengisi (*filler*), lumpur bor, penyumbat kebocoran bendungan pada teknik sipil, bahan pencampur cat, bahan baku farmasi, dan perekat pasir cetak pada industri pengecoran logam.

2.2.2 Bentonit Kalsium (*Non Swelling Bentonite*)

Bentonit jenis ini memiliki kandungan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} yang relatif lebih banyak dibandingkan kandungan ion Na^+ , mempunyai sifat sedikit menyerap air, dan bila didispersikan ke dalam air akan cepat mengendap (tidak membentuk suspensi), serta memiliki pH 4-7. Bentonit kalsium digunakan untuk bahan pemucat warna dan sebagai bahan perekat pasir cetak.

2.3 Impregnasi TiO_2 pada Bentonit

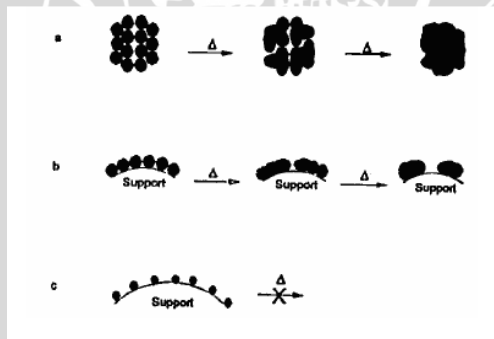
Sistem impregnasi logam katalis yaitu suatu sistem katalis yang dibuat dengan cara menempatkan komponen aktif ke dalam suatu bahan berpori seperti bentonit. Situs aktif dari komponen aktif diharapkan akan terdispersi secara merata ke seluruh permukaan dan pori-pori pengemban. Kemudian dilakukan aktivasi untuk meningkatkan kinerja katalis. Aktivasi yang dilakukan yaitu pemanasan pada suhu tinggi (Subramani *dkk.*, 2007).

Penelitian yang telah dilakukan oleh Setiawan (2002) menunjukkan bahwa pemanasan pada bentonit mengakibatkan terjadinya perubahan *stretching* Si-O-Si yang menyebabkan terjadinya gugus Si-O-Si pada *sheet* oktahedral maupun tetrahedral. Pemanasan pada bentonit natrium mengakibatkan terjadinya perubahan deformasi ikatan H_2O , hal ini karena H_2O yang ada mengalami peruraian atau pelepasan. Pemanasan pada temperatur 100–200 °C menyebabkan bentonit kehilangan molekul air yang mengisi ruang antar *layer*, sehingga struktur semula menjadi hilang. Perubahan ini bersifat *reversibel*, tetapi akan menjadi permanen apabila dipanaskan di atas temperatur 200 °C.

Melalui impregnasi, kinerja adsorpsi maupun fotokatalisis dari bentonit terimpregnasi juga meningkat. Dengan kata lain, pengemban berperan dalam hal sebaran fasa aktif. Makin luas permukaan pengemban, maka fasa aktif akan tersebar lebih banyak sehingga akan meningkatkan aktivitas. Pengemban juga berfungsi untuk menstabilkan katalis. Impregnasi pada katalis heterogen biasanya melalui proses pemanasan pada suhu tinggi. Pada suhu tinggi fasa aktif mudah terdekomposisi sehingga pengemban bisa digunakan untuk mencegah dekomposisi fasa aktif (Larosa, 2007).

Penempatan komponen aktif dalam pengemban merupakan hal yang penting dalam preparasi katalis. Teknik penempelan komponen aktif ke dalam pengemban akan berpengaruh terhadap dispersi dan juga sifat interaksi antara logam dengan pengemban. Teknik yang biasa digunakan adalah impregnasi, dan dilakukan proses kalsinasi (pemanasan pada suhu tinggi). Fotodegradasi terkatalisis TiO_2 dengan metode impregnasi dispersi padat-padat (DPP) sebenarnya telah banyak dilakukan, dan menunjukkan hasil yang cukup efektif, namun metode DPP memiliki kelemahan, yaitu TiO_2 kurang kuat terikat pada matriks sehingga metode DPP harus diikuti dengan proses kalsinasi (Ekimov, 1984).

Katalis logam atau oksida logam yang terimpregnasi dapat menghindarkan terjadinya *sintering* pada katalis logam (Gambar 2.4 c). Tetapi katalis logam atau oksida logam yang terimpregnasi jika konsentrasinya terlalu tinggi maka proses *sintering* juga dapat terjadi (Gambar 2.4 b). Salah satu kelemahan katalis logam murni atau oksida logam yakni terjadinya *sintering* (penggumpalan) akibat dari proses pemanasan (Gambar 2.4 a). Proses *sintering* ini menyebabkan luas permukaan efektif logam menjadi menurun (Kirk dan Othmer, 1993).

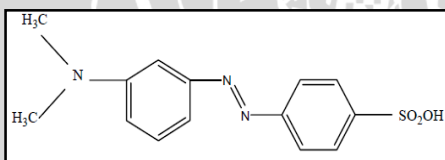


Gambar 2.4 Proses Sintering (Agustine, 1996) : a) Katalis logam tanpa pengemban; b) Katalis logam yang diimpregnasikan pada pengemban dengan kadar tinggi; c) Katalis logam yang terimpregnasi pada pengemban dengan kadar logam rendah

Wijaya dkk. (2006) menyatakan bahwa kebanyakan penelitian fotokatalitik TiO_2 dilakukan dengan TiO_2 yang terdispersi pada air. Namun, suspensi serbuk TiO_2 sangat tidak menguntungkan untuk diterapkan pada industri karena memerlukan penyaringan yang mahal untuk memisahkan partikel katalis. Oleh karena itu, masalah ini dapat ditangani dengan impregnasi katalis pada pengemban.

2.4 Fotodegradasi Zat Warna *Methyl Orange*

Methyl orange adalah garam natrium dari asam 4-dimetilaminoazobenzen-4'-sulfoat dengan rumus molekul $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$ dan berat molekul 327,36 g/mol (Anonymous¹, 2009). *Methyl orange* merupakan senyawa azo yaitu senyawa yang memiliki gugus fungsi $\text{R}-\text{N}=\text{N}-\text{R}'$, dimana pada *methyl orange* R berupa gugus fenil yang mengikat sulfonat dan R' adalah gugus fenil dengan nitrogen yang mengikat dua metil. *Methyl orange* merupakan zat warna yang sering digunakan dalam proses pewarnaan pada industri tekstil. Zat warna *methyl orange* juga digunakan sebagai indikator pH, dimana pada pH di bawah 3,1 zat warna ini berwarna merah dan di atas pH 4,4 berwarna kuning (Christina dkk., 2007).

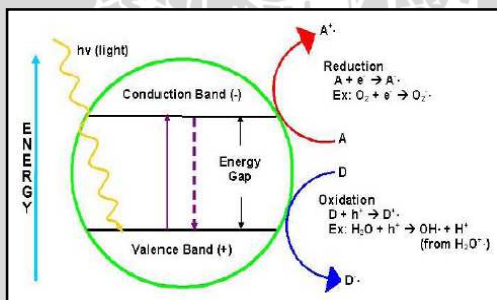


Gambar 2.5 Struktur *Methyl Orange* (Christina dkk., 2007)

Dalam larutan asam, ion hidrogen terikat pada salah satu atom nitrogen dari gugus azo ($-\text{N}=\text{N}-$) seperti ditampilkan pada Gambar 2.5. Warna kuning dari *methyl orange* mempunyai serapan sekitar 440 nm. Panjang gelombang dari serapan ini berada di daerah biru dari spektrum, dan warna komplementer biru adalah kuning. Sedangkan warna merah mempunyai puncak serapan sekitar 520 nm. Panjang gelombang dari serapan ini berada di daerah hijau dari spektrum, dan warna komplementer hijau adalah merah (Anonim¹, 2009).

Fotodegradasi adalah proses peruraian suatu senyawa (biasanya senyawa organik) dengan bantuan energi foton. Proses fotodegradasi memerlukan suatu fotokatalis, yang umumnya merupakan bahan semikonduktor. Prinsip fotodegradasi adalah adanya loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada logam semikonduktor jika dikenai suatu energi foton. Loncatan elektron ini menyebabkan timbulnya *hole* (lubang elektron) yang dapat berinteraksi dengan pelarut (air) membentuk radikal $\cdot\text{OH}$. Radikal bersifat aktif dan dapat berlanjut untuk menguraikan senyawa organik target (Maldotti, 2000; Nogueira, 1993).

Fotokatalis yang mendapat perhatian utama dan banyak dikembangkan adalah bahan semikonduktor. Semikonduktor oksida logam seperti TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , sering digunakan sebagai katalis dalam penanganan berbagai polutan organik dan zat pewarna (Lintang, 2001). Fotoaktivitas oksida logam tersebut dapat ditingkatkan dengan cara impregnasi dalam bahan inang, seperti polimer, lempung dan zeolit. Sebagai bahan inang, lempung lebih mudah diperoleh dan lebih murah dibandingkan dengan bahan lain karena keberadaannya yang melimpah dan tersebar luas di alam terutama di Indonesia. Impregnasi oksida logam pada lempung diharapkan dapat dihasilkan fotokatalis yang memiliki kemampuan fotoaktivitas yang tinggi (Wahyuni, 1992; Van Olpen, 1997). Gambar 2.6 menggambarkan proses fotokatalis (Hussein *dkk.*, 2008).



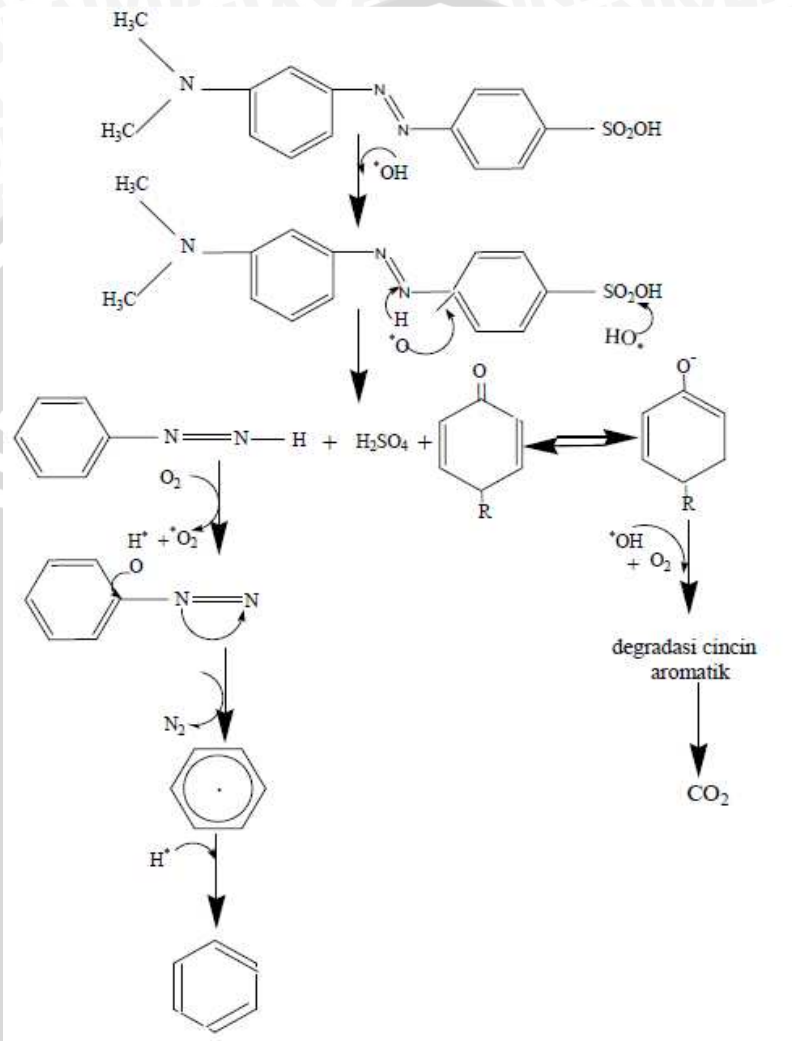
Gambar 2.6 Proses Fotokatalisis

Fotokatalisis dipengaruhi oleh energi foton yang berasal dari sumber sinar, konsentrasi substrat awal, jumlah semikonduktor yang terimpregnasi, serta pengemban yang digunakan. Menurut penelitian

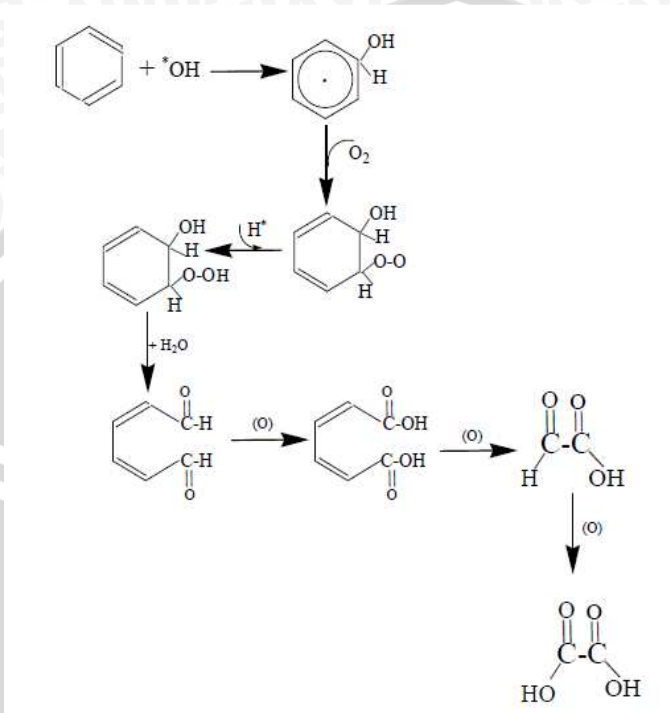
Sumerta *dkk.* (2002), penyinaran UV pada TiO_2 -montmorillonit mempengaruhi jumlah metilen biru yang terdegradasi, hal ini disebabkan adanya foton yang mampu mengeksitasi elektron sehingga dihasilkan oksidator yang mampu mengoksidasi zat warna metilen biru. Penelitian Slamet *dkk.* (2008), membuktikan bahwa konsentrasi substrat awal (fenol) yang makin pekat akan mempengaruhi jumlah molekul fenol yang terdegradasi, hal ini dipengaruhi oleh jumlah molekul fenol yang harus didegradasi makin banyak. Selain itu, penelitian Slamet *dkk.* (2008) menyatakan pula bahwa jumlah TiO_2 yang terimpregnasi pada zeolit makin banyak maka persen degradasinya makin menurun karena jumlah semikonduktor yang terimpregnasi akan mempengaruhi proses adsorpsi pada fotokatalis. Menurut penelitian mutmainnah (2010), Impregnasi TiO_2 pada karbon aktif dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik rhodamin B hingga 1,3 kali lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 tanpa pengemban.

Mekanisme degradasi terhadap senyawa azo *methyl orange* yang terlarut dalam air dapat diperkirakan sebagai berikut (Gambar 2.7): 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 bensen menjadi senyawa aromatik sederhana. Di sisi lain, gugus radikal fenoksi akan teroksidasi oleh radikal hidroksil menjadi gugus benzena (Getoff, 1996).

Pada Gambar 2.8, cincin aromatik benzena akan terdegradasi menjadi radikal hidroksisikloheksadienil. Radikal ini akan breaksi dengan oksigen terlarut menghasilkan hidroksi hidroperoksida yang tidak stabil. Reaksi berikutnya adalah terjadinya penghilangan satu molekul air dan pembentukan cincin aromatis dari hidroksi hidroperoksida menjadi mukondialdehid. Mukondialdehid kemudian teroksidasi menjadi asam mukanoat. Pada proses oksidasi selanjutnya akan terbentuk glioksial yang kemudian teroksidasi menjadi asam karboksilat (Getoff, 1996).



Gambar 2.7 Reaksi Degradasi Methyl Orange (Getoff, 1996)



Gambar 2.8 Tahap Reaksi Degradasi Gugus Benzene (Getoff, 1996)

2.5 Dasar Analisis Spektrofotometri

Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut menyebabkan terjadinya penangkapan energi radiasi elektromagnetik, dimana serapan ini karakteristik atau spesifik untuk setiap molekul tersebut. Sumber sinar pada spektrofotometri adalah sinar ultraviolet ($\lambda=200\text{--}400\text{ nm}$) dan sinar tampak ($\lambda=400\text{--}750\text{ nm}$). Metode spektrofotometri untuk analisis kuantitatif suatu senyawa didasarkan pada pengukuran terjadinya serapan radiasi elektromagnetik oleh suatu molekul pada panjang gelombang spesifik (Pescok, 1976).

Hubungan antara panjang jalan yang dilewati oleh intensitas cahaya mula-mula dirumuskan oleh Bouguer (1729) dan Lambert (1768). Sementara itu, hubungan antara serapan radiasi dengan konsentrasi pertama kali dirumuskan oleh Beer. Jadi dalam sistem yang direkomendasikan, hukum Lambert-Beer dapat mempunyai dua bentuk (Ewing, 1989).

$$A = \epsilon b c_{\text{mol/liter}} \text{ atau } A = a b c_{\text{gram/liter}}$$

Dimana: c = konsentrasi

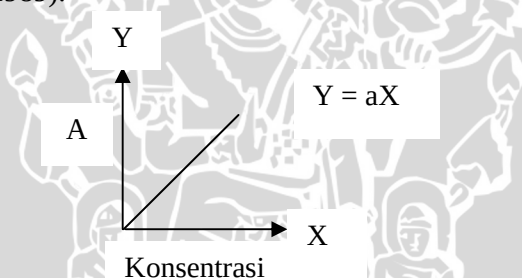
ϵ = adsorptivitas molar

A = absorbansi

b = tebal sel (cm)

a = adsorptivitas

Jika dibuat grafik hubungan antara serapan (A) lawan konsentrasi (c) maka akan diperoleh garis lurus melalui titik nol seperti terlihat pada gambar dibawah ini, dengan ϵb adalah slope garis (Ewing, 1989).



Gambar 2.9 Kurva Hubungan Absorbansi dengan Konsentrasi

2.6 Karakterisasi Fotokatalis

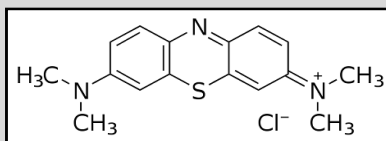
2.6.1 Penentuan Bilangan Metilen Biru

Metilen biru adalah zat pewarna hijau tua dengan formula $(C_{16}H_{18}N_3SCl)_2$ berbentuk serbuk dan larut dalam air, kloroform dan alkohol. Metilen biru digunakan sebagai bahan antiseptik dan bahan pewarna (Basri, 1995).

Metilen biru yang dimurnikan berbentuk kristal yang berwarna hijau kegelapan. Sifat-sifatnya antara lain tidak berbau, stabil dalam udara, larut dalam air, alkohol dan kloroform. Metilen biru yang

dilarutkan dalam air akan berwarna biru tua. Proses pembuatannya melalui oksidasi dari p-aminidimetilanilin dengan menggunakan FeCl_3 dalam asam sulfat. Kegunaanya adalah sebagai pewarna katun dan wool, indikator pada titrasi oksidasi reduksi dalam analisis volumetrik (Sax dan Lewis, 1987).

Metilen biru digunakan untuk menghitung luas permukaan spesifik suatu adsorben dengan ukuran yang sedang (ukuran mesopori) karena metilen biru memiliki penampang lintang sebesar $197,2 \text{ \AA}$. Struktur metilen biru dapat dilihat dalam Gambar 2.10 (Hang dan Brindley, 1969).



Gambar 2.10 Struktur Molekul Metilen Biru

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

$$Q_{e(\text{MB})} = \frac{V(C_{\text{awal}} - C_{\text{sisia}})}{W} \quad (2.7)$$

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

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

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

Dimana,

fp = faktor pengenceran

X = konsntrasi metilen biru pengukuran (ppm)

W = berat sampel bentonit (g)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

$Q_{e(\text{MB})}$ = bilangan metilen biru (mg/g)

2.6.2 Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah

Spektrofotometer inframerah adalah instrumen yang digunakan untuk mengukur serapan radiasi inframerah pada bilangan gelombang 600-4000 cm^{-1} . Spektrofotometer inframerah dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi senyawa karena setiap gugus fungsi yang diradiasi inframerah akan bervibrasi secara spesifik. Gambar yang menyatakan intensitas serapan lawan bilangan gelombang atau panjang panjang gelombang disebut spektrum inframerah (Day dan Underwood, 1996). Atom-atom di dalam suatu molekul tidak diam, melainkan bergetar (bervibrasi). Bila radiasi inframerah dilewatkan melalui suatu sampel, maka molekul-molekulnya akan menyerap energi dan terjadilah transisi di antara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*) (Silverstein, 2005).

Spektrokopi IR digunakan untuk penentuan struktur, yakni informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul. Penentuan struktur ini dilakukan dengan melihat plot spektrum IR yang terdeteksi oleh alat spektrofotometer IR. Spektrum ini menyatakan jumlah radiasi IR yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi atau bilangan gelombang, makin rumit struktur suatu molekul, makin banyak bentuk-bentuk vibrasi yang mungkin terjadi (Hendayana, 1994). Dalam spektrofotometer, mula-mula sinar inframerah dilewatkan melalui sampel dan larutan, kemudian dilewatkan pada monokromator. Berkas sinar ini kemudian didispersikan melalui prisma atau *grating*. Dengan melewatkannya melalui *slit*, sinar tersebut dapat difokuskan pada detektor yang akan mengubah berkas sinar menjadi sinyal listrik yang selanjutnya direkam oleh rekorder (Tarigan, 1986).

Wijaya (2006), telah melakukan karakterisasi zeolit dan zeolit terimpregnasi TiO_2 menggunakan spektrofotometer inframerah terhadap hasil penelitian untuk mengetahui vibrasi TiO_2 . Karakter TiO_2 ditunjukkan pada bilangan gelombang antara 690,5-420 cm^{-1} .

Tabel 2.1 Perbandingan Spektra Infra Merah dari Zeolit Alam, Kristal TiO_2 (anatase), dan TiO_2 -Zeolit (Wijaya, 2006)

Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Serapan Gugus Fungsional
Zeolit Alam	TiO_2	TiO_2 -Zeolit	
3444,6	3448,5	3436,9	OH regang dari OH oktahedral dan H_2O
-	2307,7	-	Serapan Ti-O
1049,2	-	1045,3	Regangan asimetris internal O-T-O, T=Si dan Al
794,6	-	-	Regangan simetris eksternal O-T-O, T=Si dan Al
-	690,5-420,5	-	Karakter TiO_2
447,5	-	421,7	Si-O-Si tekuk

2.7 Hipotesis

Dari uraian pada tinjauan pustaka maka dapat diajukan hipotesis sebagai berikut:

1. Pada lama penyinaran sinar UV (30, 40, 50, 60 dan 70 menit), jumlah TiO_2 yang diimpregnasi (5, 10, 15 mmol/g) dan konsentrasi awal larutan *methyl orange* (20, 40, 60, 80, dan 100 ppm) mempengaruhi aktivitas katalis.
2. Impregnasi TiO_2 pada pengemban dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik.
3. Karakterisasi TiO_2 terimpregnasi pada pengemban dengan menggunakan spektrofotometer IR ditunjukkan pada bilangan gelombang antara 690,5-420 cm^{-1} .

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium kimia anorganik, dan instrumentasi, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang pada bulan Januari sampai Mei 2011.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit jenis bentonit natrium, TiO_2 p.a Merck, akuades, *methyl orange* Merck, metilen biru Merck, etanol absolut Merck, etanol 95% Merck.

3.3 Alat Penelitian

Adapun alat-alat yang digunakan adalah alat-alat gelas, oven merk Fisher Scientific Isotemp Oven model 655F, kertas saring, pengaduk magnetik, pH meter Schott Gerate pH-Meter CG 820, mortal, botol semprot, stopwatch, kertas saring, lampu UV 325 nm 10 watt, pengocok elektrik Merk Edmund Buhler SM 25, neraca analitik (Mettler Toledo AL 204), sentrifuge merk Fischer Scientific Centrifuge, spektroskop 20 Bausch & Lomb, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1601, spektrofotometer inframerah Shimadzu FTIR-8400S, reaktor untuk uji fotokatalitik, ayakan dengan ukuran 200 *mesh* dan 250 *mesh*.

3.4 Tahap Penelitian

1. Preparasi awal bentonit natrium
2. Impregnasi TiO_2 bentonit
3. Uji fotokatalitik
4. Karakterisasi bentonit natrium dan setelah impregnasi (optimum).
 - Penentuan Bilangan Metilen Biru
 - Gugus fungsi dengan spektrofotometer inframerah FTIR.
5. Analisa data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Awal Bentonit Natrium

Proses awal dimulai dengan preparasi bentonit jenis bentonit natrium sebanyak 100 gram dicuci dengan 1000 mL akuades kemudian dikocok selama 24 jam, disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 110–120 °C. Bentonit hasil pencucian kemudian dihaluskan dan diayak dengan ukuran 200-250 *mesh*.

3.5.2 Impregnasi TiO₂

Bentonit hasil preparasi (prosedur 3.5.1) 5 gram dicampurkan dengan 2 gram TiO₂ (untuk konsentrasi TiO₂ 5 mmol/g bentonit) ditambah dengan 15 mL etanol absolut sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama $\pm$ 5 jam. TiO₂-bentonit dikeringkan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 5 jam. Kemudian dikalsinasi pada temperatur 400-500 °C selama 5 jam, dilakukan perlakuan yang sama untuk konsentrasi TiO₂ lainnya (mencampurkan 5 gram bentonit dengan 4 gram TiO₂ untuk konsentrasi TiO₂ 10 mmol/g bentonit dan 5 gram bentonit dengan 6 gram TiO₂ untuk konsentrasi TiO₂ 15 mmol/g bentonit).

3.5.3 Uji Fotokatalitik

3.5.3.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV

Gelas beker 250 mL, diisi dengan 200 mL larutan *methyl orange* dengan konsentrasi 60 ppm kemudian dimasukkan 200 mg TiO₂-bentonit (konsentrasi 10 mmol TiO₂ per gram lempung dan ukuran 200-250 *mesh*), sehingga membentuk suspensi. Diekspos sinar UV masing-masing selama 30, 40, 50, 60, 70 menit (sebelumnya ditutup dengan aluminium foil). Setelah mencapai waktu reaksi dipipet 10 mL (tiap waktu reaksi) suspensi tersebut. Suspensi dipisahkan dengan menggunakan *sentrifuge*. Supernatan dipipet 2 mL, ditambahkan 10 mL akuades kemudian diatur pH larutan sesuai dengan pH kurva baku (6,0). Larutan tersebut dituang pada labu ukur 25 mL dan diencerkan hingga tanda batas, dianalisis absorbansinya dengan spektrometri UV pada panjang gelombang maksimum. Perlakuan uji fotokatalitik yang dipengaruhi waktu diulang sebanyak dua kali. Hasil pembacaan absorbansi dikonversi

kekonsentrasi dengan bantuan larutan standar *methyl orange*, sehingga diperoleh waktu reaksi optimum (fotoaktivitas yang paling tinggi terhadap sinar UV, dilihat dari lama penyinaran sinar UV yang memberikan konsentrasi *methyl orange* yang paling banyak berkurang).

3.5.3.2 Pengaruh Konsentrasi *Methyl Orange*

Sama dengan prosedur 3.5.3.1, namun konsentrasi *methyl orange* yang digunakan, antara lain: 20, 40, 80 dan 100 ppm dan pada lama penyinaran UV optimum (50 menit), sehingga akan didapatkan konsentrasi *methyl orange* optimum (fotoaktivitas katalis yang paling tinggi untuk mendegradasi *methyl orange*, dilihat dari persen *methyl orange* yang paling banyak berkurang).

3.5.3.3 Pengaruh Jumlah TiO_2 yang Terimpregnasi

Sama dengan prosedur 3.5.3.1, namun waktu reaksi yang digunakan adalah lama penyinaran UV (50 menit) dan konsentrasi *methyl orange* optimum (20 ppm), serta jumlah TiO_2 yang digunakan, antara lain: 5 dan 15 mmol pergram bentonit, sehingga akan didapatkan katalis dengan jumlah TiO_2 terimpregnasi optimum (fotoaktivitas katalis paling tinggi mendegradasi *methyl orange*, dilihat dari katalis terimpregnasi TiO_2 yang memberikan persen *methyl orange* yang paling banyak berkurang).

3.5.3.4 Pengaruh Impregnasi TiO_2 pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO_2 dalam Mendegradasi *Methyl Orange*

Sama dengan prosedur 3.5.3.1, namun katalis yang digunakan antara lain: TiO_2 , bentonit, TiO_2 -bentonit optimum, dan *methyl orange* dengan lama penyinaran yang digunakan adalah waktu reaksi optimum dan konsentrasi *methyl orange* optimum. Sedangkan tanpa sinar UV (gelap) katalis yang digunakan TiO_2 dan TiO_2 -bentonit (optimum) dengan waktu reaksi optimum dan konsentrasi *methyl orange* optimum. Dilakukan pula pengaruh pengocokan pada TiO_2 -bentonit optimum selama waktu reaksi optimum dan konsentrasi *methyl orange* optimum.

3.5.4 Penentuan Kadar *Methyl Orange* Sisa

Dilakukan analisis kadar *methyl orange* pada setiap perlakuan uji fotokatalitik dengan menggunakan spektrometri 20 sehingga didapatkan data berupa absorbansi, hasil absorbansi dikonversi ke konsentrasi dengan bantuan larutan standar *methyl orange*.

3.5.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan 20 ppm dipipet 2,5 mL dan dituangkan ke dalam labu ukur 25 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Kemudian diukur absorbansinya dengan spektrometri 20 pada daerah panjang gelombang antara 400-500 nm, dan digunakan akuades sebagai blanko.

3.5.4.2 Penentuan Kurva Baku *Methyl Orange*

Untuk penentuan kurva baku larutan *methyl orange* dibuat larutan *methyl orange* dengan sederetan konsentrasi 0, 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 ppm. Kemudian diukur pH larutan sebelum diukur absorbansinya. Masing-masing larutan tersebut diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrometri 20 dan digunakan akuades sebagai blanko. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (ppm) sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y sehingga diperoleh persamaan garis lurus $y = ax$.

3.5.4.3 Penentuan Kadar *Methyl Orange* Sisa

Sebanyak 10 mL filtrat larutan *methyl orange* hasil uji fotokatalitik disentrifuge, kemudian dipipet sebanyak 2 mL, ditambahkan dengan akuades sebanyak 10 mL. Diatur pH larutan tersebut sesuai dengan pH kurva baku. Larutan tersebut dituangkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrometri 20 pada panjang gelombang maksimum, dan digunakan akuades sebagai blanko. Menentukan konsentrasi sisa *methyl orange* dalam sampel dapat ditentukan dengan cara memasukkan nilai absorbansi larutan sampel ke dalam persamaan yang telah didapatkan pada penentuan kurva baku *methyl orange*.

3.5.5 Karakterisasi Bentonit

Bentonit jenis bentonit natrium dan bentonit hasil impregnasi TiO_2 dilakukan karakterisasi tetapi pada bentonit terimpregnasi TiO_2 dilakukan karakterisasi hanya pada TiO_2 -bentonit yang memberikan persen degradasi maksimal.

a. Penentuan Bilangan Metilen Biru

1. Pembuatan Larutan Metilen Biru 800ppm

Larutan disiapkan dengan cara melarutkan 200 mg padatan metilen biru di dalam gelas kimia 250 mL dengan etanol 95 % hingga larut kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditanda bataskan dengan etanol 95 %. Campuran tersebut dikocok hingga homogen.

2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan metilen biru 100 ppm dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, diencerkan dengan etanol 95 % hingga tanda batas. Kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer visible pada daerah panjang gelombang antara 654-660 nm dan digunakan etanol 95 % sebagai blanko.

3. Penentuan Kurva Baku Metilen Biru

Penentuan kurva baku digunakan larutan metilen biru dengan sederetan konsentrasi (0, 1, 2, 3, 4, dan 5) ppm, diukur absorbansinya dengan spektrofotometer Visible pada panjang gelombang maksimum metilen biru, dan digunakan etanol 95 % sebagai blanko. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (ppm) sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y. Penentuan persamaan regresi linier dari grafik kurva baku menggunakan hubungan konsentrasi dengan absorbansi, dengan persamaan garis lurus $y = ax$.

4. Penentuan Bilangan Metilen Biru

Larutan metilen biru 800 ppm dari hasil preparasi diambil 25 mL ke dalam botol kaca bersamaan dengan 0,1 gram sampel. Adsorpsi dilakukan selama satu jam dengan kecepatan pengocokan

150 putaran per menit. Kemudian campuran tersebut dipisahkan dengan *sentrifuge*. Filtrat dipipet 0,1 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan dengan etanol 95 %. Filtrat tersebut diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer visible, dan digunakan etanol 95 % sebagai blanko.

5. Penentuan Kadar Metilen Biru Sisa Adsorpsi

Filtrat larutan metilen biru setelah adsorpsi, diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer visible pada panjang gelombang maksimum. Absorbansi pengukuran diplotkan pada persamaan kurva baku metilen biru untuk menentukan konsentrasi sisa metilen biru dalam sampel.

b. Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah

Sebanyak 0,2 g serbuk bentonit natrium dan TiO_2 -bentonit dicampur dengan bubuk KBr pada perbandingan 1:4. Campuran digerus sampai halus dan homogen, kemudian dibentuk pellet dan selanjutnya sampel yang sudah berbentuk pelet diukur menggunakan spektrofotometer inframerah dengan bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} . Kemudian spektra yang diperoleh dicocokkan dengan bilangan gelombang gugus-gugus fungsi dari referensi.

3.5.6 Analisa Data

3.5.6.1 Penentuan Persamaan Regresi Linier dari Grafik Kurva Baku

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

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

dimana, y = absorbansi dan x = konsentrasi
nilai a dihitung melalui persamaan 3.2 sebagai berikut:

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

Sedangkan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan:

$$R^2 = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}} \quad (3.3)$$

Persamaan regresi linier yang didapatkan digunakan untuk menentukan konsentrasi dari suatu sampel yang diukur absorbansinya.

3.5.6.2 Penentuan *Methyl Orange* yang Terdegradasi

Penentuan *methyl orange* terdegradasi dapat ditentukan dengan persamaan:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(C_{\text{awal}} - C_{\text{akhir}})}{C_{\text{awal}}} \times 100\% \quad (3.4)$$

dimana,

C_{awal} = Konsentrasi awal *methyl orange* sebelum terdegradasi.

C_{akhir} = Konsentrasi akhir *methyl orange* setelah terdegradasi.

3.5.7.3 Penentuan Kadar Metilen Biru Sisa Adsorpsi

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

$$q_{\text{e(MB)}} = \frac{V(C_{\text{awal}} - C_{\text{sisa}})}{W} \quad (3.5)$$

dimana,

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

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

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

Dimana,

fp = faktor pengenceran

X = konsentrasi metilen biru pengukuran (ppm)

W = berat sampel bentonit (g)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

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

3.5.6.4 Perhitungan Rata-Rata Nilai

Dari beberapa pengulangan yang telah dilakukan, dapat ditentukan nilai rata-rata dari hasil yang diperoleh dengan menggunakan persamaan 3.6.

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \dots}{n} \quad (3.6)$$

dimana:

$\bar{X}$ = rata-rata nilai
 $X_1, X_2, X_3, \dots$ = nilai hasil yang diperoleh
 n = pengulangan yang dilakukan

3.5.6.5 Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah

Data spektra inframerah yang telah didapatkan kemudian dicocokkan dengan data bilangan gelombang dari referensi.

3.5.6.6. Perhitungan Rancangan Acak Lengkap (RAL)

Analisis data absorbansi menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari tiap perlakuan dengan uji F pada taraf nyata 5%. Apabila terdapat perbedaan dilanjutkan dengan uji beda nyata terkecil (BNT) 5 % untuk mengetahui perlakuan mana yang memberikan nilai optimum. Pola analisis yang digunakan dapat ditunjukkan pada Tabel 3.1. (Yitnosumarto, 1990)

Tabel 3.1. Analisis Data

Perlakuan	Pengulangan		Total
X_0	$X_{0,1}$	$X_{0,2}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_0$
X_1	$X_{1,1}$	$X_{1,2}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_1$
X_2	$X_{2,1}$	$X_{2,2}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_2$
X_3	$X_{3,1}$	$X_{3,2}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_3$

Untuk menguji ada tidaknya pengaruh perlakuan, maka dilakukan uji F. Faktor koreksi dihitung dengan persamaan 3.7.

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^p \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} \quad (3.7)$$

Jumlah kuadrat (JK) dihitung dengan persamaan 3.8; 3.9 dan 3.10.

$$a. JK \text{ total} = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} - FK \quad (3.8)$$

$$b. JK \text{ perlakuan} = \frac{\left[\sum_{j=1}^p \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n} - FK \quad (3.9)$$

$$c. JK \text{ galat} = JK \text{ total} - JK \text{ perlakuan} \quad (3.10)$$

Kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman dihitung dengan persamaan 3.11 dan 3.12.

$$a. KT \text{ perlakuan} = \frac{JK \text{ perlakuan}}{dB \text{ perlakuan}} \quad (3.11)$$

$$b. KT \text{ galat} = \frac{JK \text{ galat}}{dB \text{ galat}} \quad (3.12)$$

Nilai F dihitung dengan persamaan 3.13.

$$F_{\text{hitung perlakuan}} = \frac{KT \text{ perlakuan}}{KT \text{ galat}} \quad (3.13)$$

Setelah jumlah kuadrat total, perlakuan dan galat dihitung dapat dibuat analisis uraian seperti yang diperlihatkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2. Analisis Sidik Ragam Satu Arah

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}
Perlakuan	P-1	JK _p	KT _p	KT _p /KT _g
Galat	P (n-1)	JK _g	KT _g	
Total	Pn -1	JK _t		

Keterangan : P = banyak perlakuan dB = derajat Bebas
n = banyaknya ulangan

Untuk menghitung beda nyata terhadap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol (H_0) untuk tidak ada pengaruh perlakuan dan hipotesis alternatif (H_1) dengan minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan.

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 ditolak, berarti ada perbedaan nyata perlakuan dan dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT). Untuk menentukan BNT dapat dihitung dengan persamaan 3.11:

$$BNT(a) = t_{tabel}(a/2; dBg) \sqrt{2KTg/n} \quad (3.14)$$

1. Menghitung beda rata-rata antar perlakuan
2. Menarik kesimpulan
 - a. Jika $BNT(a) < (X_A - X_B)$ berarti ada beda nyata
 - b. Jika $BNT(a) > (X_A - X_B)$ berarti tidak ada beda nyata



BAB IV

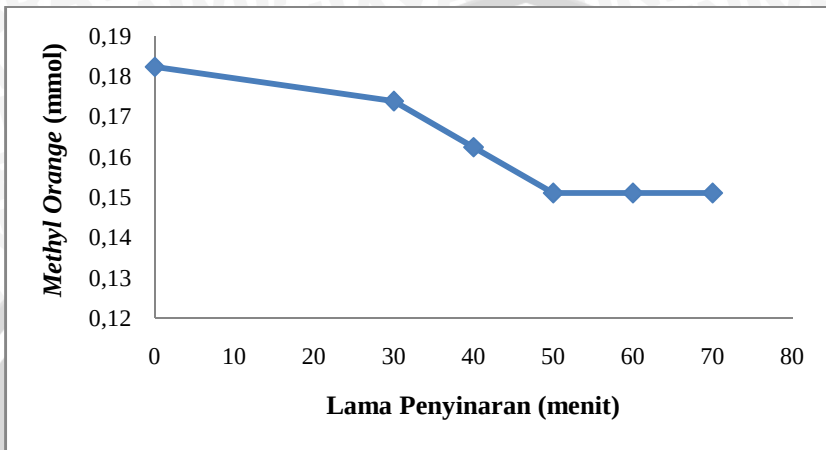
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan katalis TiO_2 -bentonit untuk degradasi zat warna *methyl orange*. Penelitian yang dilakukan adalah menguji pengaruh lama penyinaran UV, pengaruh konsentrasi awal *methyl orange*, serta pengaruh jumlah TiO_2 yang terimpregnasi tiap gram bentonit yang diuraikan pada sub bab 4.1. Uji aktivitas tanpa sinar UV dilakukan sebagai pembanding untuk mengetahui besarnya adsorpsi dari katalis TiO_2 -Bentonit. Uji aktivitas fotokatalitik TiO_2 tanpa pengemban dan bentonit tanpa fasa aktif (TiO_2) dilakukan pula untuk mengetahui seberapa besar kemampuan untuk mendegradasi zat warna *methyl orange*. Pada TiO_2 -bentonit optimum dilakukan juga perbandingan kemampuan fotoaktivitas antara TiO_2 -bentonit optimum dengan pengocokan dan tanpa pengocokan untuk mengetahui pengaruh pengocokan terhadap kemampuan katalis mendegradasi zat warna *methyl orange* yang diuraikan pada sub bab 4.2.

4.1 Uji Fotoaktivitas

4.1.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Kemampuan TiO_2 -Bentonit sebagai Fotokatalis

Pada penelitian ini dilakukan penyinaran UV pada proses degradasi zat warna *methyl orange* pada berbagai waktu (30, 40, 50, 60, dan 70 menit) dengan menggunakan konsentrasi katalis 10 mmol/g bentonit dan pada konsentrasi *methyl orange* 60 ppm. Tujuan perlakuan penyinaran pada berbagai waktu adalah untuk mengetahui pengaruh lama penyinaran sinar UV terhadap kemampuan katalis untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* selain itu untuk mengetahui fotoaktivitas maksimal yang dapat dicapai oleh katalis TiO_2 -bentonit. Fotokatalisis dilakukan dengan berbagai waktu dan konsentrasi *methyl orange* tersebut, didapatkan hasil uji fotokatalitik tersaji pada Gambar 4.1. Data dan hasil perhitungan dapat dilihat pada Lampiran (L.4.1).



Gambar 4.1 Pengaruh Lama Penyinaran UV terhadap Konsentrasi *Methyl Orange* pada Konsentrasi Awal Zat Warna *Methyl Orange* 60 ppm

Dari Gambar 4.1 diketahui bahwa secara umum makin lama waktu penyinaran sinar UV dapat mempengaruhi pengurangan konsentrasi *methyl orange*. Pada lama waktu 30 hingga 50 menit konsentrasi *methyl orange* makin menurun. Hal ini dimungkinkan makin lama penyinaran, maka energi foton yang mengenai semikonduktor (TiO_2) sesuai dengan persamaan reaksi (2.1) makin banyak, sehingga radikal OH yang dihasilkan makin banyak pula. Selain itu, elektron yang terbentuk pada pita konduksi mengalami reduksi dengan oksigen yang terlarut pada larutan *methyl orange* sesuai dengan persamaan reaksi (2.4) dan membentuk radikal oksigen. Pada pita valensi terjadi reaksi oksidasi dengan H_2O yang teradsorpsi dan dengan ion hidroksil (OH^-) membentuk radikal hidroksil persamaan reaksi (2.2) dan (2.3). Radikal hidroksil juga dapat terbentuk melalui reaksi radikal oksigen dengan H_2O yang teradsorpsi sesuai dengan persamaan reaksi (2.5). Radikal yang terbentuk mampu mengoksidasi molekul organik yakni *methyl orange* menjadi intermediatnya, sehingga konsentrasi larutan *methyl orange* mengalami penurunan dan jumlah molekul *methyl orange* pada larutan makin berkurang dengan makin lamanya penyinaran sinar UV. Selain itu yang mempengaruhi proses degradasi adalah

proses adsorpsi dari pengemban, dengan makin lama waktu penyinaran maka adsorbat yang teradsorpsi makin banyak, sehingga dapat mendekatkan *methyl orange* dengan situs aktif dan radikal hidroksil yang dihasilkan oleh TiO_2 . Bentonit sebagai pengemban menambah luasan permukaan fasa aktif, sehingga reaksi yang terjadi antara *methyl orange* dengan fasa aktif makin banyak, hal tersebut mampu menurunkan konsentrasi *methyl orange*.

Pada lama waktu penyinaran 60 dan 70 menit konsentrasi *methyl orange* tidak mengalami penurunan. Hal ini dimungkinkan beberapa keadaan diantaranya katalis sudah tidak mampu lagi menghasilkan $\cdot\text{OH}$ (radikal hidroksil) maupun $\text{O}_2\cdot^-$ (superoksida) yang mampu mengoksidasi zat warna *methyl orange*, sehingga tidak terjadi degradasi lebih lanjut pada lama penyinaran 60 dan 70 menit. Waktu optimum katalis dalam mendegradasi *methyl orange* dilihat dari kemampuan katalis yang paling tinggi untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* yaitu yang memberikan jumlah *methyl orange* yang paling banyak berkurang dan waktu optimum yang diperoleh sebesar 50 menit. Berdasarkan uji F yang dilakukan pada konsentrasi *methyl orange* 60 pada berbagai lama penyinaran didapatkan nilai $F_{\text{hitung}} (19,04) > F_{\text{tabel}} 5\% (6,26)$. Hal ini menunjukkan bahwa lama penyinaran berpengaruh pada persen *methyl orange* terdegradasi (L.7.1).

4.1.2 Pengaruh Konsentrasi Awal *Methyl Orange* terhadap Kemampuan TiO_2 -Bentonit sebagai Fotokatalis

Pengaruh berbagai konsentrasi zat warna *methyl orange* terhadap lama penyinaran sinar UV optimum ditunjukkan oleh Gambar 4.2. Data hasil perhitungan dapat dilihat pada lampiran (L.4.2). Pada Gambar 4.2 yang disajikan menunjukkan persen *methyl orange* terdegradasi terhadap konsentrasi *methyl orange* 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm untuk reaksi yang dikatalisis oleh TiO_2 -bentonit 10 mmol/g pada lama waktu penyinaran 50 menit. Variasi konsentrasi *methyl orange* yang digunakan dalam penelitian ini bertujuan untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi *methyl orange* optimum yang mampu didegradasi oleh katalis dalam waktu optimum yang telah didapatkan sebelumnya. Konsentrasi *methyl orange* berkaitan dengan jumlah molekul *methyl orange* dalam reaktan. Konsentrasi makin

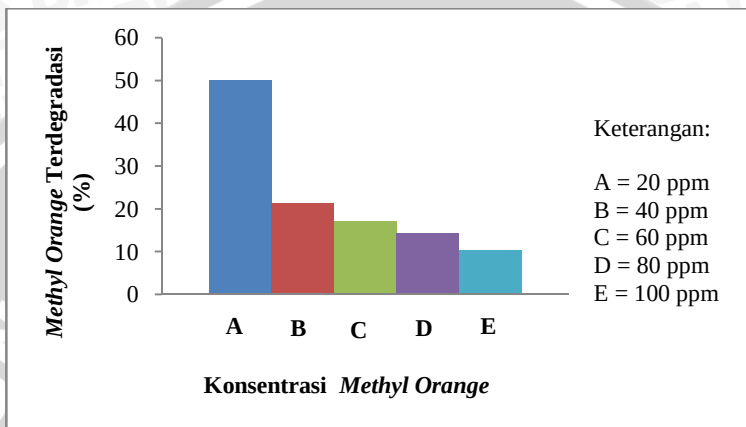
besar maka jumlah molekul *methyl orange* dalam larutan yang harus didegradasi makin banyak, hal ini mengakibatkan kompetisi antara molekul *methyl orange* untuk teradsorpsi pada permukaan katalis juga makin besar, sehingga proses adsorpsi *methyl orange* menurun. Hal ini juga menyebabkan reaksi antara fasa aktif dengan *methyl orange* menjadi berkurang.

Pada tiap konsentrasi *methyl orange* jumlah TiO_2 yang terimpregnasi sama dan intensitas UV yang diterima sama, maka jumlah foton ($h\nu$) yang diserap oleh katalis akan sama pada tiap luas permukaan katalis. Hal ini menyebabkan kemampuan foton untuk mengeksitasi elektron pada TiO_2 sama, sehingga banyaknya elektron-hole yang dihasilkan sama pada tiap konsentrasi, maka dengan makin besar konsentrasi *methyl orange* maka akan makin kecil pula konversi *methyl orange* yang terjadi.

Pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa makin pekatnya konsentrasi *methyl orange*, mengakibatkan persen *methyl orange* terdegradasi mengalami penurunan, dalam hal ini yang berpengaruh terhadap kemampuan katalis untuk mendegradasi adalah jumlah molekul *methyl orange*, energi foton dan kemampuan adsorpsi adsorbat. Konsentrasi *methyl orange* yang makin pekat akan mempengaruhi jumlah foton dari sinar UV yang sampai pada fotokatalis, kemungkinan energi foton terserap oleh *methyl orange* sehingga energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron pada pita valensi ke pita konduksi kurang, sehingga jumlah oksidator yang dihasilkan tidak maksimal. Hal ini mengakibatkan penurunan persen *methyl orange* terdegradasi.

Persen *methyl orange* terdegradasi terbesar ditunjukkan pada konsentrasi awal *methyl orange* 20 ppm. Pada konsentrasi 20 ppm jumlah molekul *methyl orange* lebih sedikit dibandingkan dengan konsentrasi lainnya sehingga kemampuan katalis untuk mendegradasi *methyl orange* lebih besar dibandingkan dengan konsentrasi lainnya. Pada konsentrasi *methyl orange* awal 20 ppm terjadi proses adsorpsi dan fotokatalitik yang maksimal dibandingkan dengan konsentrasi lainnya, sehingga konsentrasi 20 ppm merupakan konsentrasi *methyl orange* optimum yang dapat didegradasi oleh katalis TiO_2 -bentonit 10 mmol/gram bentonit. Berdasarkan uji F yang dilakukan diperoleh bahwa $F_{\text{hitung}} (41,07) > F_{\text{tabel}} 5 \% (6,26)$

diketahui bahwa konsentrasi *methyl orange* berpengaruh terhadap persen *methyl orange* terdegradasi (L.7.2).

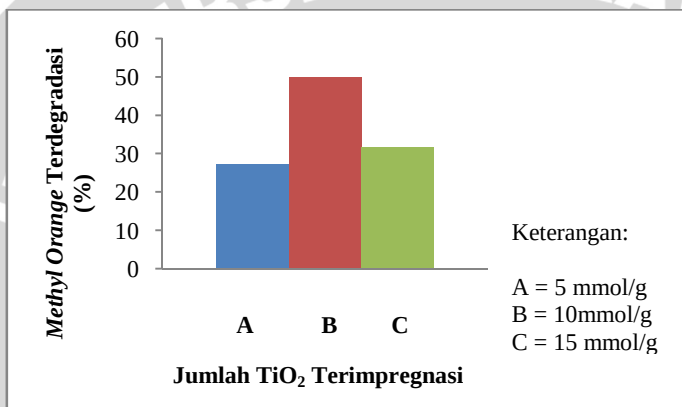


Gambar 4.2 Persen *Methyl Orange* Terdegradasi terhadap Konsentrasi Larutan *Methyl Orange* pada Lama Penyinaran Sinar UV 50 Menit

4.1.3 Pengaruh Jumlah TiO_2 Terimpregnasi pada Bentonit terhadap Kemampuan TiO_2 -Bentonit sebagai Fotokatalis

Pengujian fotokatalitik dengan variasi perbandingan massa TiO_2 yang terimpregnasi pada bentonit natrium dilakukan untuk mengetahui pengaruh perbandingan massa TiO_2 yang diimbangkan pada bentonit natrium terhadap fotoaktivitas TiO_2 -bentonit. Jumlah TiO_2 yang digunakan pada penelitian ini adalah 5 mmol/ gram bentonit, 10 mmol/gram bentonit, dan 15 mmol/gram bentonit sesuai dengan sub bab. 3.5.2. Pada penelitian ini jumlah TiO_2 yang terimpregnasi dalam bentonit berpengaruh terhadap fotoaktivitas katalis karena jumlah TiO_2 yang diimpregnasi mempengaruhi jumlah oksidator yang dihasilkan, selain itu jumlah TiO_2 yang terimpregnasi mempengaruhi luas permukaan dari bentonit, sehingga mempengaruhi proses adsorpsi. Jumlah TiO_2 terimpregnasi pada pengemban sangat berpengaruh karena TiO_2 bersifat sebagai semikonduktor yang mampu mengoksidasi molekul organik dan mendegradasi menjadi intermediatnya.

Pengaruh jumlah TiO_2 terimpregnasi terhadap kemampuan katalis untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* dapat dilihat pada Gambar 4.3. Gambar tersebut menunjukkan adanya peningkatan persen *methyl orange* terdegradasi seiring dengan penambahan massa TiO_2 yang diimpregnasi, akan tetapi persen *methyl orange* terdegradasi mengalami penurunan setelah konsentrasi 10 mmol/gram bentonit. Data dan hasil perhitungan dapat dilihat pada lampiran (L.5.3).



Gambar 4.3 Pengaruh Jumlah Konsentrasi TiO_2 yang Terimpregnasi terhadap Persen *Methyl Orange* Terdegradasi pada Konsentrasi Larutan *Methyl Orange* 20 ppm dan Lama Penyinaran 50 Menit

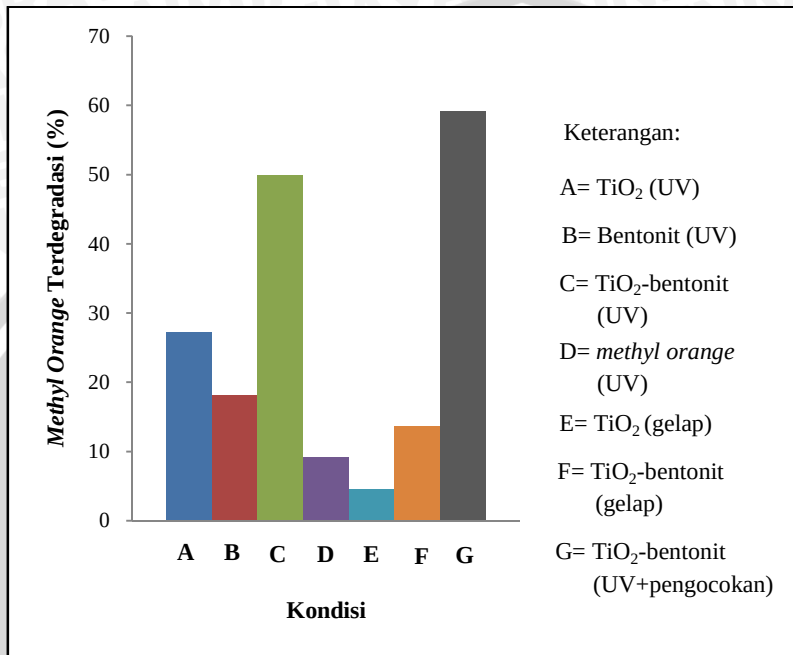
Pada katalis dengan jumlah TiO_2 5 dan 10 mmol/gram bentonit mengalami peningkatan persen *methyl orange* terdegradasi seiring makin banyak jumlah TiO_2 . Hal ini disebabkan dengan makin banyak jumlah TiO_2 terimpregnasi, maka kemungkinan jumlah radikal hidroksil, dan ion super oksida yang dihasilkan makin banyak sehingga dapat meningkatkan jumlah *methyl orange* yang terdegradasi. Pada jumlah TiO_2 terimpregnasi 15 mmol/gram bentonit (jumlah TiO_2 terimpregnasi terbesar) tidak mempengaruhi peningkatan persen *methyl orange* terdegradasi, melainkan pada TiO_2 -bentonit 15 mmol/g persen *methyl orange* terdegradasi makin menurun. Hal ini dimungkinkan terjadinya proses sintering setelah proses pemanasan (kalsinasi) pada bagian tertentu dari bentonit.

Proses sintering ini mengakibatkan sisi aktif dari katalis makin berkurang sehingga interaksi antara foton dengan semikonduktor tidak maksimal, mengakibatkan fotokatalis TiO_2 kurang aktif dalam mendegradasi *methyl orange*. Sintering merupakan suatu proses berkumpulnya partikel-partikel logam secara kompak yang membentuk gumpalan-gumpalan pada permukaan pori pengembangan sehingga menutup sebagian pori dan sisi aktif katalis. Proses sintering ditunjukkan pada Gambar 2.4.

Proses sintering menyebabkan luas permukaan bentonit yang terimpregnasi TiO_2 15 mmol/g makin kecil sehingga daya adsorpsi berkurang, sehingga proses adsorpsi berjalan lambat dan fotokatalisis menurun. Jumlah TiO_2 yang terimpregnasi makin banyak (15 mmol/g) menyebabkan sisi aktif dari katalis makin berkurang akibat proses sintering, sehingga jumlah oksidator yang dihasilkan pada fotokatalis makin menurun, selain itu proses sintering mampu menurunkan kemampuan adsorpsi. Konsentrasi TiO_2 10 mmol/g pada pengembangan merupakan konsentrasi TiO_2 optimum, karena jumlah TiO_2 yang digunakan lebih terdispersi merata ke seluruh permukaan bentonit, sehingga TiO_2 pada konsentrasi 10 mmol/g mampu mengadsorpsi dan mendegradasi lebih besar.

4.2 Pengaruh Impregnasi TiO_2 pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO_2 dalam Mendegradasi *Methyl Orange*

Pada subbab ini dilaporkan hasil penelitian terkait pengaruh impregnasi TiO_2 pada bentonit terhadap aktivitas fotokatalitik TiO_2 . Hasil perbandingan persen *methyl orange* terdegradasi pada TiO_2 terimpregnasi dan yang tidak terimpregnasi pada bentonit (Gambar 4.4). Pada penelitian ini dilakukan pula perbandingan kemampuan degradasi zat warna *methyl orange* pada berbagai variasi perlakuan yang bertujuan untuk mengetahui seberapa besar kemampuan untuk mendegradasi, mengadsorpsi zat warna *methyl orange* dan untuk mengetahui bahwa sinar UV mempengaruhi proses degradasi tersebut.



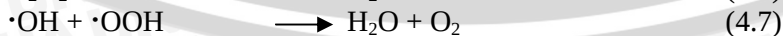
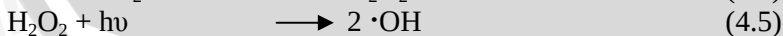
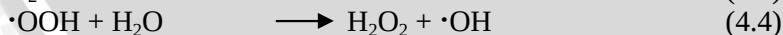
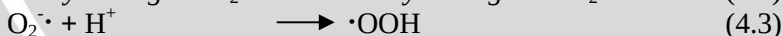
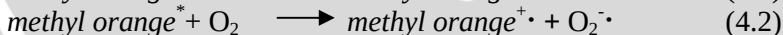
Gambar 4.4 Perbandingan Kemampuan Degradasi Zat Warna *Methyl Orange* 20 ppm pada Lama Penyinaran 50 Menit

Hasil perbandingan kemampuan degradasi zat warna *methyl orange* ditunjukkan pada Gambar 4.4. Data dan hasil perhitungan dapat dilihat pada lampiran (L.4.4). TiO₂ tanpa pengemban (UV) dengan TiO₂-bentonit (UV) mengalami kenaikan persen *methyl orange* terdegradasi sebesar 45,46 %. Pada TiO₂ tanpa pengemban memiliki luas permukaan sisi aktif yang lebih kecil dibandingkan dengan TiO₂ yang telah terimpregnasi pada bentonit. Makin luas permukaan fasa aktif, maka fotoaktivitasnya akan makin baik. Dengan kata lain, pengemban berperan dalam hal sebaran fasa aktif. Luas permukaan pengemban makin besar, maka fasa aktif yang tersebar lebih banyak sehingga akan meningkatkan fotoaktivitas TiO₂. Selain itu dengan adanya sinar UV maka *methyl orange* mengalami degradasi menjadi molekul yang berukuran lebih kecil (intermediet: H₂SO₄ dan asam karboksilat), yang ditunjukkan dengan

berubahnya pH larutan setelah proses fotokatalisis (pH larutan makin asam). Adanya bentonit dimungkinkan mendekatkan *methyl orange* dan intermediet pada situs aktif dan hidroksil radikal yang dihasilkan oleh TiO_2 . TiO_2 yang telah terimpregnasi pada bentonit terjadi kesinergisan antara proses fotokatalitik dengan proses adsorpsi sehingga kemampuan degradasinya lebih besar. Untuk mendapatkan katalis yang mampu mendegradasi senyawa organik (*methyl orange*) dibutuhkan kesinergisan antara fotokatalisis dan adsorpsi.

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa kemampuan fotoaktivitas TiO_2 -bentonit dengan pengocokan mengakibatkan persen *methyl orange* terdegradasi terbesar. Hal ini menunjukkan bahwa terjadinya proses adsorpsi dan fotokatalitik yang lebih baik, dengan adanya pengocokan kontak antara $\cdot\text{OH}$ maupun dengan sinar UV dengan *methyl orange* lebih banyak serta adsorbat yang teradsorpsi pada katalis lebih banyak pula, sehingga kemampuan degradasinya meningkat sebesar 15,40 % dibandingkan dengan TiO_2 -bentonit tanpa pengocokan.

Methyl orange dengan sinar UV mampu mendegradasi *methyl orange* sebesar 9,09 %. Hal ini dimungkinkan *methyl orange* mengalami eksitasi dengan adanya radiasi UV berdasarkan reduksi O_2 menjadi $\text{O}_2^{\cdot-}$ oleh *methyl orange* yang mengalami eksitasi. $\text{O}_2^{\cdot-}$ bereaksi dengan proton (berasal dari protolisis pelarut air) menjadi $\cdot\text{OOH}$. $\cdot\text{OOH}$ akan bereaksi dengan H_2O membentuk $\cdot\text{OH}$ dan H_2O_2 . $\cdot\text{OH}$ yang terbentuk kemungkinan melakukan reaksi balik dengan $\cdot\text{OOH}$ dan H_2O_2 sehingga akan mengurangi $\cdot\text{OH}$ yang dihasilkan. Oleh karena itu, proses fotodegradasi *methyl orange* kecil. Secara keseluruhan radikal pewarna organik terdegradasi menjadi CO_2 , H_2O dan mineral asam. Tahap-tahap reaksi fotodegradasi *methyl orange* adalah sebagai berikut (Wilhelm and Stephan, 2006; Sudarjanto dkk.(2005):





Pada bentonit dengan sinar UV terjadi proses adsorpsi dan dimungkinkan terjadi proses fotokatalitik karena di dalam bentonit terkandung mineral yang bersifat sebagai semikonduktor yakni Fe_2O_3 sekitar 2,18 % ditunjukkan adanya spektra pada panjang gelombang $520,74 \text{ cm}^{-1}$ (Sub bab 4.3.2). Pada kondisi bentonit natrium dengan bentonit yang telah diimpregnasi dengan TiO_2 (UV) terjadi kenaikan persen *methyl orange* terdegradasi sebesar 63,64 %. Hal ini membuktikan bahwa adanya impregnasi dengan suatu bahan yang bersifat semikonduktor (TiO_2) meningkatkan kemampuan untuk mendegradasi *methyl orange* karena sisi aktif dari fotokatalis makin banyak.

Pada TiO_2 kondisi gelap dan kondisi disinari dengan UV terjadi kenaikan persen *methyl orange* terdegradasi sebesar 83,32 %. Pada TiO_2 -bentonit (gelap) dengan TiO_2 -bentonit (UV) juga mengalami kenaikan persen *methyl orange* terdegradasi sebesar 72,72 %. Kecenderungan lebih besarnya persen *methyl orange* terdegradasi pada kondisi dengan penyinaran UV menunjukkan bahwa foton (yang berasal dari sinar UV) sangat berpengaruh dalam pembentukan $\cdot\text{OH}$ yang mampu mengoksidasi *methyl orange*. Energi foton yang diserap mampu mengeksitasi elektron pada sisi aktif sehingga jumlah oksidator yang dihasilkan mampu mengoksidasi *methyl orange*. Persen *methyl orange* terdegradasi pada kondisi TiO_2 (gelap) maupun TiO_2 -bentonit (gelap) hanya terjadi proses adsorpsi sehingga persen *methyl orange* terdegradasi ditunjukkan pada Gambar 4.5 sangat kecil dibandingkan dengan perlakuan pada kondisi disinari dengan UV.

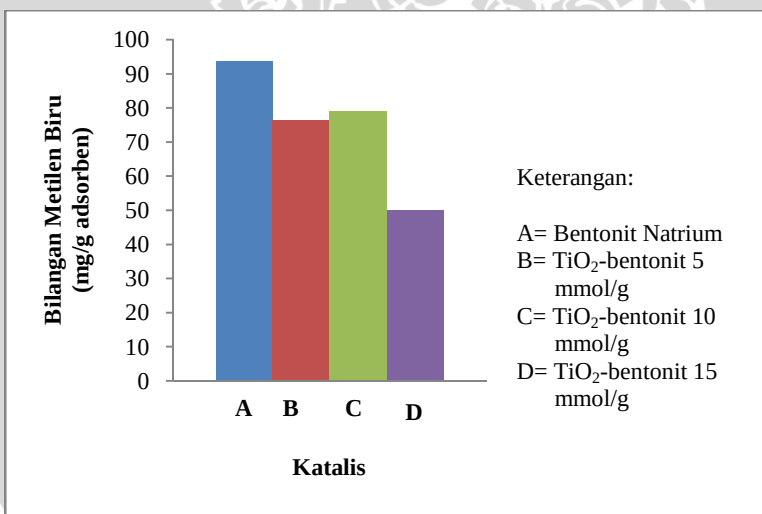
4.3 Karakterisasi Fotokatalis

4.3.1 Penentuan Bilangan Metilen Biru

Karakterisasi dengan metode metilen biru bertujuan untuk mengetahui perbedaan daya adsorpsi metilen biru dari bentonit sebelum dan sesudah diimpregnasi. Metilen biru yang teradsorpsi menunjukkan bahwa pada adsorben memiliki pori dengan ukuran 2-50 nm (mesopori). Metilen biru merupakan parameter untuk

mengetahui kemampuan adsorben dalam menyerap molekul dengan ukuran besar. Besarnya daya serap terhadap metilen biru menggambarkan molekul yang terserap oleh adsorben berukuran 15 Å. Pengujian metilen biru menunjukkan jumlah relatif mesopori yang terdapat pada adsorben (Saragih, 2008).

Pada karakterisasi ini pelarut metilen biru yang digunakan adalah etanol 95 % (lebih bersifat non-polar), karena sifat dari pengemban yang hidrofilik (polar) sehingga untuk menghindari lebih banyak teradsorpsinya H₂O pada pengemban. Kekuatan interaksi adsorbat dengan adsorben dipengaruhi oleh sifat dari adsorbat maupun adsorbennya. Apabila adsorbennya bersifat polar, maka komponen yang bersifat polar akan teradsorpsi lebih kuat dibandingkan dengan komponen yang kurang polar. Dari hasil penelitian didapatkan data bilangan metilen biru sebagaimana terlampir (L.5.3) dari data tersebut didapatkan grafik bilangan metilen biru seperti pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Grafik Bilangan Metilen Biru Akibat Impregnasi dengan TiO₂

Grafik pada Gambar 4.5 menunjukkan dengan adanya impregnasi bilangan metilen biru dari bentonit menjadi turun atau jumlah pori dengan ukuran mesopori berkurang dibandingkan

sebelum impregnasi. Hal ini dimungkinkan oleh beberapa hal antara lain gugus SiO^- bebas yang terdapat pada ruang antar lapis bentonit mampu menyerap molekul metilen biru yang bersifat kationik. Kemungkinan lain adalah metilen biru dapat tertahan pada antar lapis bentonit. Bilangan metilen biru mengalami penurunan ketika bentonit terimpregnasi TiO_2 pada bentonit, hal ini dimungkinkan TiO_2 terikat oleh gugus SiO^- . Terikatnya TiO_2 pada gugus SiO^- mengakibatkan jumlah gugus SiO^- mengalami penurunan, sehingga molekul metilen biru yang teradsorpsi sedikit. Selain itu impregnasi TiO_2 mengakibatkan pori pada permukaan bentonit tertutupi oleh TiO_2 , sehingga kemampuan untuk mengadsorpsi molekul metilen biru menurun yang mengakibatkan bilangan metilen biru kecil seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.

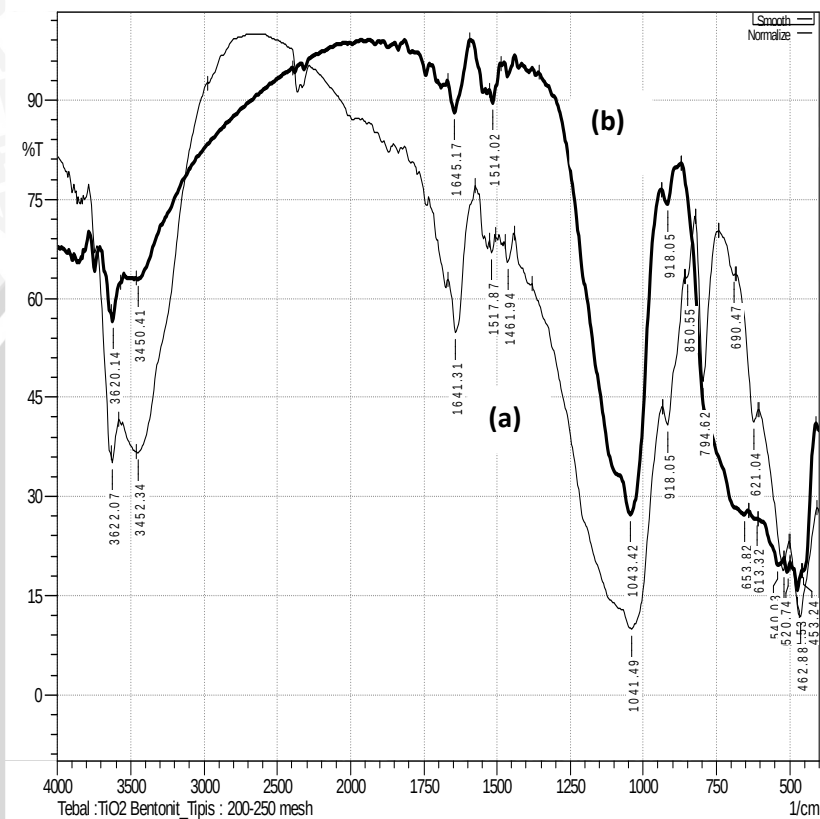
Impregnasi TiO_2 10 mmol/g merupakan impregnasi optimum ditunjukkan dengan kemampuan fotoaktifitas dan adsorpsi yang lebih besar dibandingkan dengan katalis pada konsentrasi lainnya. Kemampuan adsorpsi TiO_2 -bentonit 10 mmol/g yang lebih baik dibandingkan katalis lainnya ditunjukkan dengan bilangan metilen biru yang paling besar dibandingkan dengan kedua katalis lainnya. Hal ini dimungkinkan jumlah TiO_2 yang terimpregnasi mampu memperbesar pori bentonit. Selain itu dimungkinkan TiO_2 (konsentrasi 10 mmol/g) yang terimpregnasi mampu menyangga antar lapis bentonit, sehingga mampu meningkatkan proses adsorpsi molekul metilen biru. Peristiwa ini mengakibatkan bilangan metilen biru TiO_2 -bentonit 10 mmol/g mengalami peningkatan walaupun tidak sebesar bilangan metilen biru bentonit. Sedangkan pada TiO_2 -bentonit 15 mmol/g memiliki bilangan metilen biru yang lebih kecil dibandingkan dengan katalis lainnya, hal ini dimungkinkan terjadi penutupan pori pada permukaan bentonit selain itu terjadi proses pengumpulan TiO_2 setelah proses pemanasan (sintering) pada suhu tinggi pada bagian tertentu, sehingga bilangan metilen biru makin menurun dan mengakibatkan penurunan proses adsorpsi.

Pada bentonit (bentonit natrium) menunjukkan bilangan metilen biru paling besar karena adsorben tersebut memiliki kemampuan adsorpsi yang paling besar dibandingkan dengan bentonit terimpregnasi, sehingga metilen biru lebih banyak yang terserap karena jumlah pori mesopori pada bentonit lebih banyak dan

belum terjerap material semikonduktor (TiO_2). Selain itu metilen biru dapat tertahan pada antar lapis bentonit, sehingga bilangan metilen biru menjadi besar. Adanya gugus SiO^- bebas yang lebih banyak, mampu menyerap molekul metilen biru yang bersifat kationik lebih besar sehingga daya adsorpsinya menjadi besar pula.

4.3.2 Penentuan Gugus Fungsi dengan Menggunakan Spektrofotometer Inframerah

Karakterisasi dengan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengetahui perbedaan gugus fungsi dari bentonit sebelum dan sesudah diimbakan sehingga dapat diketahui bahwa TiO_2 teremban dalam bentonit. Spektrum IR bentonit dan TiO_2 -bentonit optimum ditunjukkan pada Gambar 4.6. Hasil interpretasi vibrasi bentonit baik sebelum dan sesudah diimbakan ditunjukkan pada Tabel 4.1. Perbandingan serapan karakteristik dari hasil analisis FTIR terlihat bahwa terjadi penurunan serapan O-H regangan pada TiO_2 -Bentonit yang menunjukkan terjadinya dehidrasi akibat proses kalsinasi yang ditunjukkan pada bilangan gelombang 3450,41. Pada serapan vibrasi Al-O dan Si-O tidak ada perubahan bilangan gelombang yang signifikan. Hal ini mengindikasikan bahwa proses kalsinasi tidak merusak ikatan Al-O dan Si-O. Dari data Tabel 4.1 dapat disimpulkan bahwa titanium oksida terikat antar lapis bentonit. Hal ini ditunjukkan dengan adanya vibrasi dari gugus Fe_2O_3 , O-Si-O dan O-Al-O yang terganggu karena efek induksi dan efek medan yang disebabkan oleh titanium oksida. Bilangan gelombang pada vibrasi ulur asimetri O-T-O ($\text{T} = \text{Si}$ dan Al) dan Fe_2O_3 mengalami pergeseran ke bilangan gelombang yang lebih besar dari 1041,49 cm^{-1} menjadi 1043,42 cm^{-1} untuk vibrasi O-T-O. Sedangkan pada Fe_2O_3 mengalami pergeseran bilangan gelombang dari 520,74 cm^{-1} menjadi 540,03 cm^{-1} . Dari spektra IR adanya TiO_2 ditunjukkan pada bilangan gelombang terdapat pada bentonit, dapat dilihat pada pita serapan sekitar 453,24 dan 507,24; dan 653,82 cm^{-1} .



Gambar 4.6 Spektra Inframerah (a) Bentonit Natrium (b) TiO_2 -Bentonit 10 mmol/katalis optimum

Tabel 4.1 Interpretasi Spektra Infra Merah Bentonit Natrium dengan TiO_2 -Bentonit optimum (10 mmol/g bentonit)

No	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Interpretasi	Sumber
	Bentonit Natrium	Bentonit- TiO_2		
1	462,88	472,53	vibrasi tekuk Si-O dan Si-O-Al	Wijaya, 2006
2		453,24; 507,24 dan 653,82	vibrasi ulur Ti-O	Mutmainnah, 2010
3	520,74	540,03	vibrasi Fe-O dari Fe_2O_3	Wijaya, 2000
4	621,04	613,32	vibrasi quartz	Patel, 2007
5	918,05	918,05	deformasi vibrasi Al-OH-Al	Frinak, 2005
6	1041,49	1043,42	Vibrasi ulur asimetri O-T-O (T= Si dan Al)	Wijaya, 2002
7	1641,31	1645,17	vibrasi tekuk O-H terhidrat	Wijaya, 2002
8	3452,34	3450,41	vibrasi ulur O-H dari air (H_2O)	Patel, 2007
9	3622,07	3620,14	vibrasi ulur O-H dari OH oktahedral	Patel, 2007

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Lama penyinaran sinar UV, konsentrasi *methyl orange*, dan jumlah TiO_2 yang terimpregnasi dalam bentonit berpengaruh terhadap aktivitas fotokatalitik TiO_2 yang diembankan pada bentonit. Kondisi optimum dicapai pada lama penyinaran 50 menit, konsentrasi *methyl orange* 20 ppm, dan kadar TiO_2 yang terimpregnasi sebesar 10 mmol/g bentonit dengan persen *methyl orange* terdegradasi sebesar 50,00 %.
2. Impregnasi TiO_2 pada bentonit dapat meningkatkan aktivitas fotokatalisis degradasi *methyl orange* sebesar 45,46 % lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 tanpa diembankan.
3. Bilangan metilen biru TiO_2 -bentonit 10 mmol/g sebesar 78,883 mg/g dan adanya TiO_2 pada bentonit terimpregnasi ditunjukkan oleh munculnya spektra pada bilangan gelombang 453,24; 507,24; dan 653,82 cm^{-1} .

5.2 Saran

Diharapkan pada penelitian selanjutnya dilakukan aktivasi bentonit menggunakan asam untuk mengetahui pengaruh fotoaktivitas terhadap aktivasi asam, serta dilakukan penelitian tentang pengaruh promotor (berfungsi memperbaiki kinerja katalis) terhadap proses sintering dan fotokatalitik.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim¹, 2009, *Spektra Serapan Sinar UV-Tampak*, <http://www.chem-is-try/wp-content/mig>, diakses pada tanggal 11 November 2010
- Anonymous¹, 2009, *Material Safety Data Sheet*, <http://www.ofite.com>, diakses pada tanggal 11 November 2010
- Agustine, L.R., 1996, *Heterogeneous Catalysis for Synthetic Chemist*, Marcel Dekker. Inc., New York. pp 153-182
- Akarsu, M., Asiltürk, F. Sayilkan, N. Kiraz, E. Arpac, dan H. Sayilkan, 2006, *A Novel Approach to the Hydrothermal Synthesis of Anatase Titania Nanoparticles and the Photocatalytic Degradation of Rhodamin B*. Turk J Chem. 30:333-343
- Basri, S., 1995, *Kamus Kimia*, Rineka Cipta, Jakarta
- Chen, F., J. Zhao, dan I. Hidaka, 2003, *Highly Selective Deethylation of Rhodamine B: Adsorption and Photooxidation Pathway of the Dye on the TiO₂/SiO₂ Composite Photocatalyst*, International Journal of Photoenergy, 5: 209-217
- Christina, M., Mu'nisatu., S., Rany dan M., Djoko, 2007, *Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350 keV/10mA*, ifn vol.1 no.1
- Dhamayanti, Y., Wijaya, K., dan Tahir, I., 2005, *Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fe₂O₃-Montmorillonit dan Sinar Ultraviolet*, Proseding Seminar Nasional DIES ke 50 FMIPA UGM, Yogyakarta
- Ekimov, A. I., Efros, A. I. L. dan Anuchenko, A. A., 1985, *Solid State Comm.* 5611,921-1524
- Ewing, G. M., 1985, *Instrumental Methods of Chemistry Analysis*, Fourth edition, McGraw-Hill & Co., New York
- Frinak, E., K. Mashbum, C., D., and Tolbeert, M., A, 2005, *Infrared Characterization of Water Uptake by Low-Temperature Na-*

montmorillonit: *Implications for Earth and Mars*, Department of Chemistry and Biochemistry University of Colorado, USA

Gettof, N., 1996, *Radiation-induced degradation of water pollutants state of the art*, Radiat. Phys. Chem, 47, 581-593

Gil, A., Vincente, M. A., dan Gandia, L. M., 2000, *Main Factors Controlling the Texture Of Zirconia and Alumina Pillared Clays, Microporous and Mesoporous Material*, 34

Gunadi, N., 2008, *Degradasi Fotokatalitik Zat Warna*, FMIPA Universitas Indonesia, Depok

Hang, P. T., and G. W. Brindley, 1969, *Methylene Blue Adsorption by Clayminerals. Determination of Surface Areas and Cation Exchange Capacities*, Clay Organic Studies XVIII, Departement of Geochemistry and Mineralogy and Materials Research Laboratory, The Pennsylvania State University, 18:203-212

Hendayana, S., 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Erlangga, Jakarta, hal. 154 – 194

Hery dan Rinaldi, Nino, 2002, *Karakterisasi Bentonit Termodifikasi dengan Polikation Alumunium*, Indonesia Journal of Chemistry, Vol. 2, No. 3, hal. 173–176

Hussein, F. H., A. N. Alkhateeb dan J. K. Ismail, 2008, *Solar Photocatalytic Decoloration of Thymol Blue*, E-Journal of Chemistry, 5:243-250

Jain R. dan S. Sikawakar, 2008, *Photodestruction and COD Remethyl orangeval of Toxic Dye Erioglaucine by TiO₂-UV Process: Influence of Operational Parameter*. Int. J. Phys. Sci. 3(12): 299-305

Khan, A. Y., 2003, *Titanium Dioxide Coated Activated Carbon: A Generative Technology for Water Recovery*, University of Florida

Kim, T. Y., Y. H Lee, K. H park dan S. J. Cho, 2005, *A Study of Photocatalysis of Titanium Dioxide Coated onto chitosan*

Beads and Activated carbon, Res. Chem. Intermed. 31(4-6): 343

- Kirk, R.E., dan D.F. Othmer, 1993, *Encyclopedia of Science Technology*, 3rd, vol.9, John Willey and Sons, New York, 64
- Larosa, Yedid Novrianus, 2007, *Studi Pengetsaan Bentonit terpillar Fe_2O_3* , Departemen Kimia FMIPA UNSU, Medan
- Maldotti,A., Andrenalli,L., *Methyl orangellinari*, A., Varani, G., Cerichelli,G., dan Chiarini, M., 2000, *Photocatalytic properties of Iron-Phorpyrin revisited in aqueous micellar environment*, Green Chemistry, 3, 42-46
- Marhusari, B., 2009, *Prospek Pengembangan Senyawa Alumina Silikat*, Majalah BPPT, No.26, Jakarta
- Maurya, N. S., A. K., Mittal, P., Cornel, and E., Rother, 2006, *Biosorption of dyes using dead macro fungi: Effect of dye structure, ionic strength and pH*, Bioresour Technol, 97:512-521
- Modestov, A., Glezer, V., Marjasin, I., and Lev, O., 1997, *Photocatalytic Degradation of Chlorinated Phenoxycetic Acids by A New Buoyant Titania-Exfoliated Graphite Composite Photocatalyst*, J. Phys. Chem. B, 101, 4623-4629.
- Mutmainnah, S., 2010, *Studi aplikasi Karbon Aktif sebagai Pengembangan TiO_2 pada degradasi Fotokatalitik Rhodamin B*, Skripsi, FMIPA UB, Malang
- Nogueria, R. F. P., and Jardim, W. F., 1993, *J.Chem.Ed.*, 79,10,861-862
- Patel, H.A., R.S. Somani, H.C.Bajaj, and R.V Jasra, 2007, *Synthesis and Characterization of Organic Bentonite Using Gujarat ang Rajasthan Clays*, Current Science, Vol. 92, No. 7, hal 1006-1007
- Pescok, R., Shield, L. D., Cairns, T. dan Mc William, I. G, 1976, *Methyl orangedern Methods of Chemical Analysis*, 2nd edition, John Wiley & Sons Inc., New York

- Saragih, Y. C., S.N. Uma, Upadhyay, and F. Gode, 2008, *Adsorptive Remethyl orangeval of Basic Dye from Water and Wastewater by Activated Carbon*, Journal of Applied Sciences in Environmental Sanitation, 4 (1): 21-28
- Sax, N. I. and R. J. Lewis, 1987, *Hawley's Condensed Chemical Dictionary 11th Editions*, Van Nostrand Reinhold, New York
- Setiawan, Iwan, 2002, *Uji Stabilitas Struktur Na-montmorillonit Terhadap Perlakuan Asam Sulfat dan Asam Klorida*, FMIPA UGM, Yogyakarta
- Sharma, Y.C., S.N. Uma, Upadhyay, and 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
- Silverstein, R.M, G.C. Bassler and T.C. Morrill, 2005, *Spectrometric Identification of Organic Compounds. 7th ed.*, John Wiley and Sons Inc., USA
- Slamet, Ellyana, M., dan Bismo, S., 2008, *Modifikasi Zeolit Alam Lampung dengan Fotokatalis TiO₂ Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Fenol*, Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia, Depok
- Smith, J., 2009, *Mineral Structure and Property Data TiO₂ Group*, <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html>
- Soares, E.T., M.A. Lansarin dan C.C. Moro, 2007, *A Study of Process Variable for the Photocatalytic of Rhodamin B*, Brazilian Journal of Chemical Engineering, 24:29-36
- Sobczykński, A. dan A. Dobosz, 2001, *Water Purification by Photocatalysis on Semiconductors*, Polish Jurnal of Environmental Study, 10(4):195-205
- Subramani, A.K., K. Byrappa, S. Ananda, K.M. Lokanatha Rai, C. Ranganathaiah, dan M. Yoshimura, 2007, *Photocatalytic Degradation of Indigo Carmine Dye Using TiO₂ Impregnated Activated Carbon*, Bull Mater Sci, 30:37-41

- Sudarjanto, G., B. Keller-Lehmann dan J. Keller. 2005, *Photooxidation of a Reactive Azo-Dye from the Textile Industry using UV/H₂O₂ Technology: Process Optimization and Kinetics*, Journal of Water and Environment Technology 3(1)
- Sukandarrumidi, 1999, *Bahan Galian Industri*, UGM Press, Yogyakarta, hal. 72 – 78.
- Sumerta, I Kadek, Karna, W., dan Iqmal, T., 2002, *Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis TiO₂-montmorillonit dan Sinar UV*, Makalah pada Seminar Nasional Pendidikan Kimia Jurusan Kimia FMIPA: Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta
- Syuhada, Jayatin, Wijaya, Rachmat Wijaya, dan Saeful Rohman, 2009, *Modifikasi Bentonit (Clay) Menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*, Sentra Teknologi Polimer: Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, J. Nano Saintek, Vol. 2 No. 1 Feb 2009
- Tahir, Iqmal, dan Wijaya, Karna, 2004, *Pembuatan dan Uji Fotoaktivitas Komposit TiO₂-bentonit untuk Degradasi Senyawa Pewarna Metilen Biru*, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Yogyakarta
- Tarigan, Poris, 1986, *Spektrometri Massa*, FMIPA USU, Medan, hal. 51 – 54
- Van Olphen, H., 1997, *An Introduction to Clay Colloid Chemistry for Clay Technologists, Geologists, and Soil Scientists*, Second Edition, A Willey Interscience Publition, Ontario.
- Wahyuni, E.T., 1992, *Penggunaan Metode Difraksi Sinar-X untuk Deteksi Pertumbuhan Kristal Mineral Lempung oleh Pengaruh Pemanasan dan Aktivasi*, Laporan Penelitian, FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Widihati, I.A.G., 2002, *Sintesis Lempung Methyl orangerilmethyl orangerilonit Terpilair Fe₂O₃ and Kajian Sifat- Sifat Kimia Fisiknya*, Tesis S2 Pascasarjana, UGM, Yogyakarta

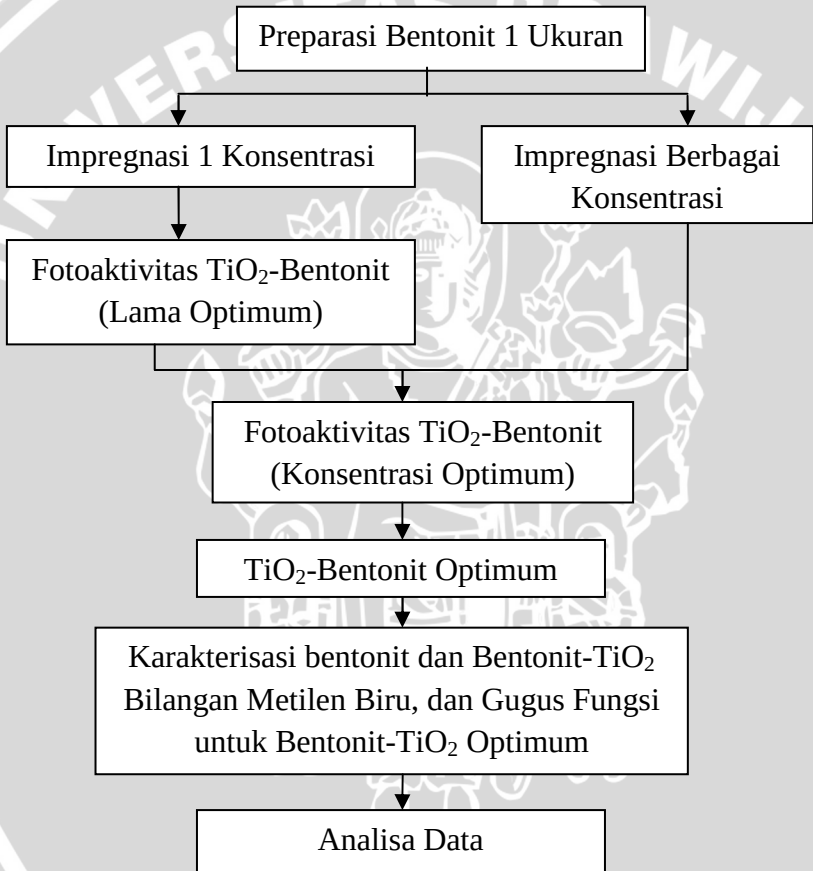
- Wijaya, K., Sugiharto, E., Mudasir, Iqmal Tahir, I., dan Liawati, I., 2000, *Sintesis Komposit Oksida Besi Montmorillonit dan Uji Stabilitas Strukturnya Terhadap Asam Sulfat*. Indonesian Journal of Chemistry, 4, 33 – 42
- Wijaya, K., I. Tahrir, dan A. Baikuni, 2003, *Sintesis Lempung Terpilir Cr_2O_3 dan pemanfaatannya sebagai Inang senyawa p-nitroanilin*, Indonesian Journal of chemistry, 2003, 2, 2 (1), 12-21
- Wijaya, K dan Fatimah, I., 2006, *Sintesis TiO_2 /Zeolit sebagai Fotokatalisis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka secara Adsorpsi-Fotodegradasi*, ISSN 0853-8697, Teknoin. 10(4)
- Wilhelm, P dan D. Stephan, 2007, *Photodegradation of Rhodamin B on aqueous solution via SiO_2 @ TiO_2 nano-spheres*, J.of.Photochem.& Photobiology, 185:19
- Yusnimar, Purwaningsih Sulistyati, dan Rochmadi, 2009, *Proses Bleaching CPO: Pengaruh ukuran Partikel Bentonit dan Suhu Aktivasi terhadap Daya Jerap Bentonit*, Jurusan Teknik Kimia FT : Universitas Riau, Riau

LAMPIRAN

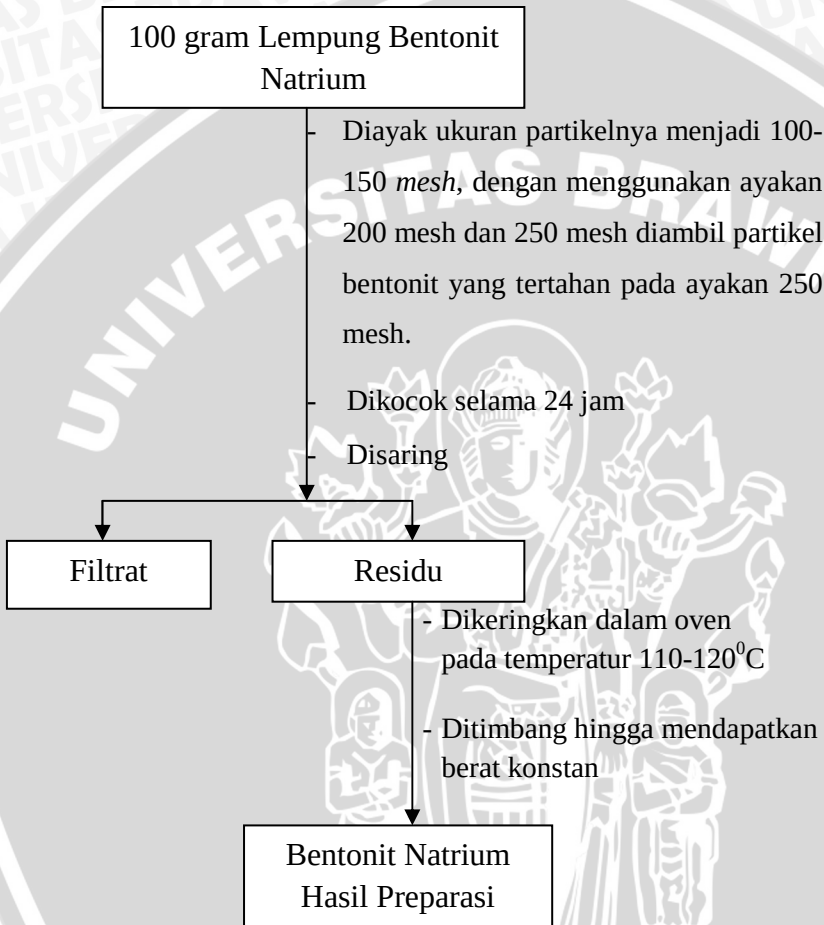
Lampiran 1

Diagram Alir Penelitian

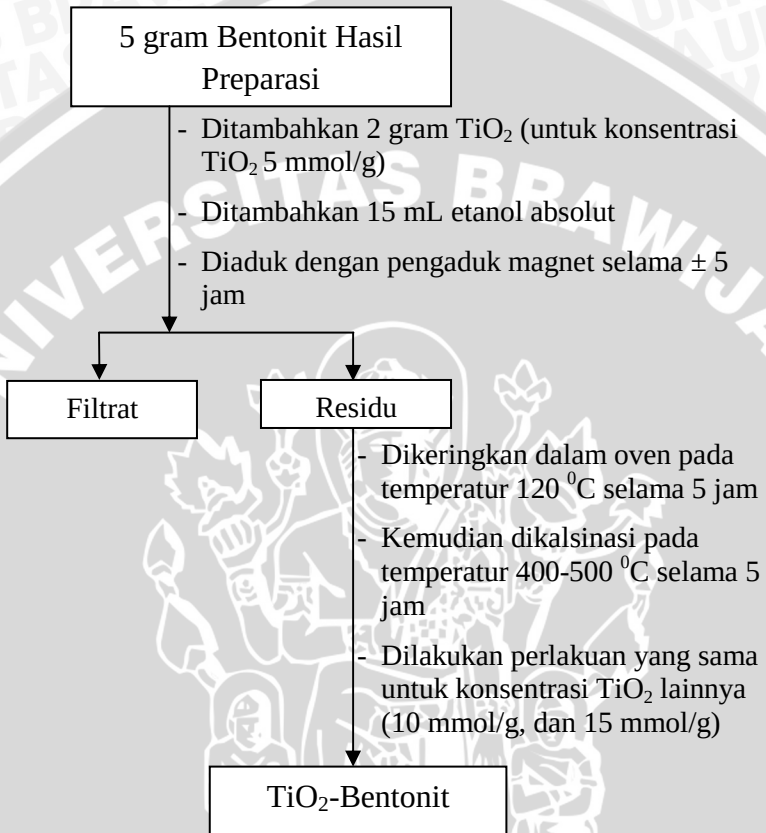
L.1.1 Tahapan Penelitian



L.1.2 Preparasi Bentonit Natrium

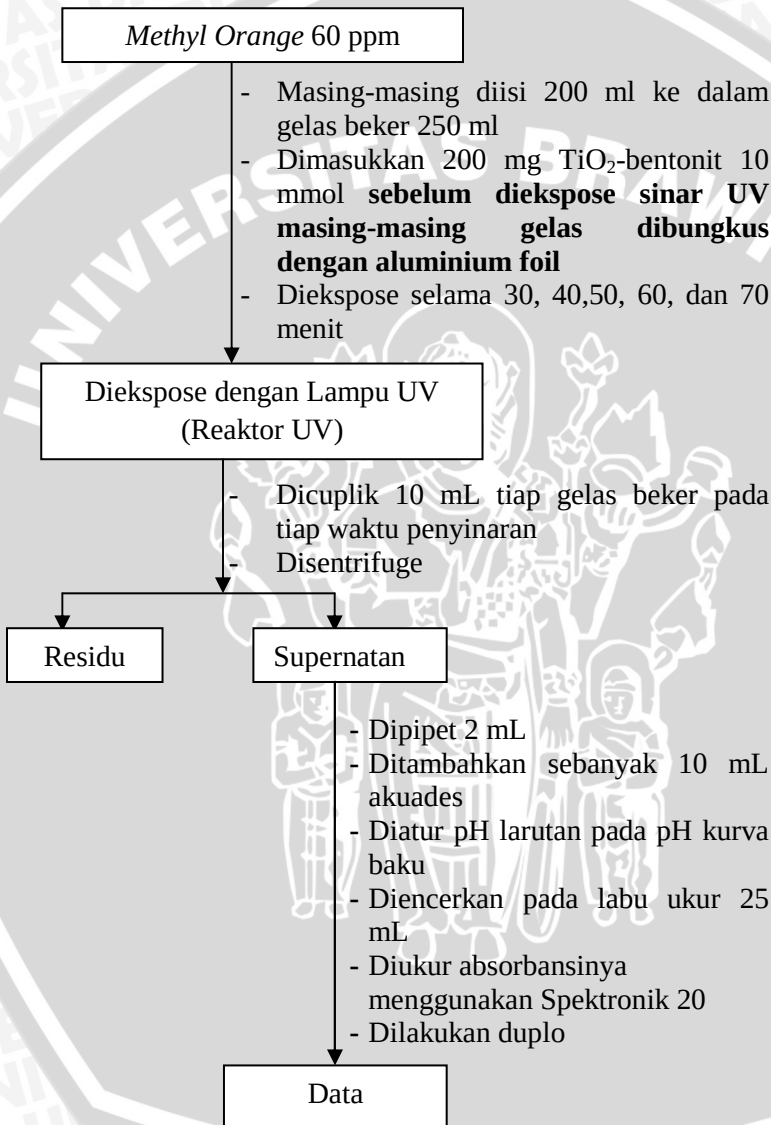


L.1.3 Impregnasi TiO₂-Bentonit

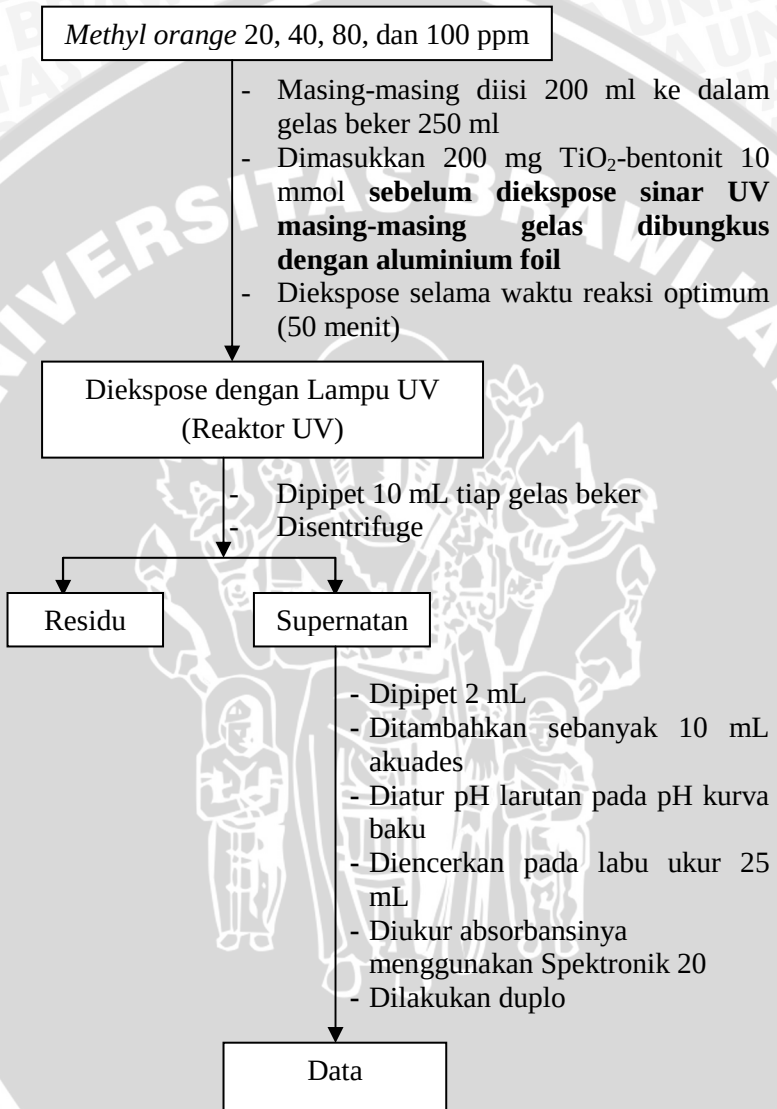


L.1.4 Uji Fotokatalitik

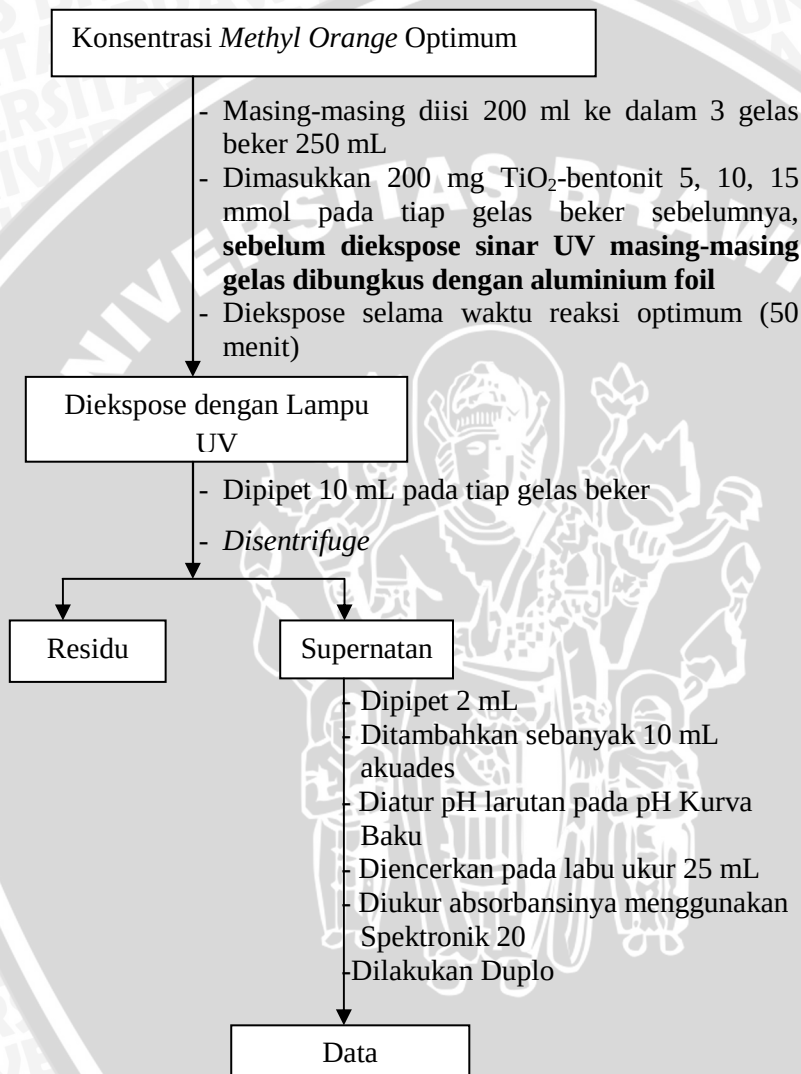
L.1.4.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV



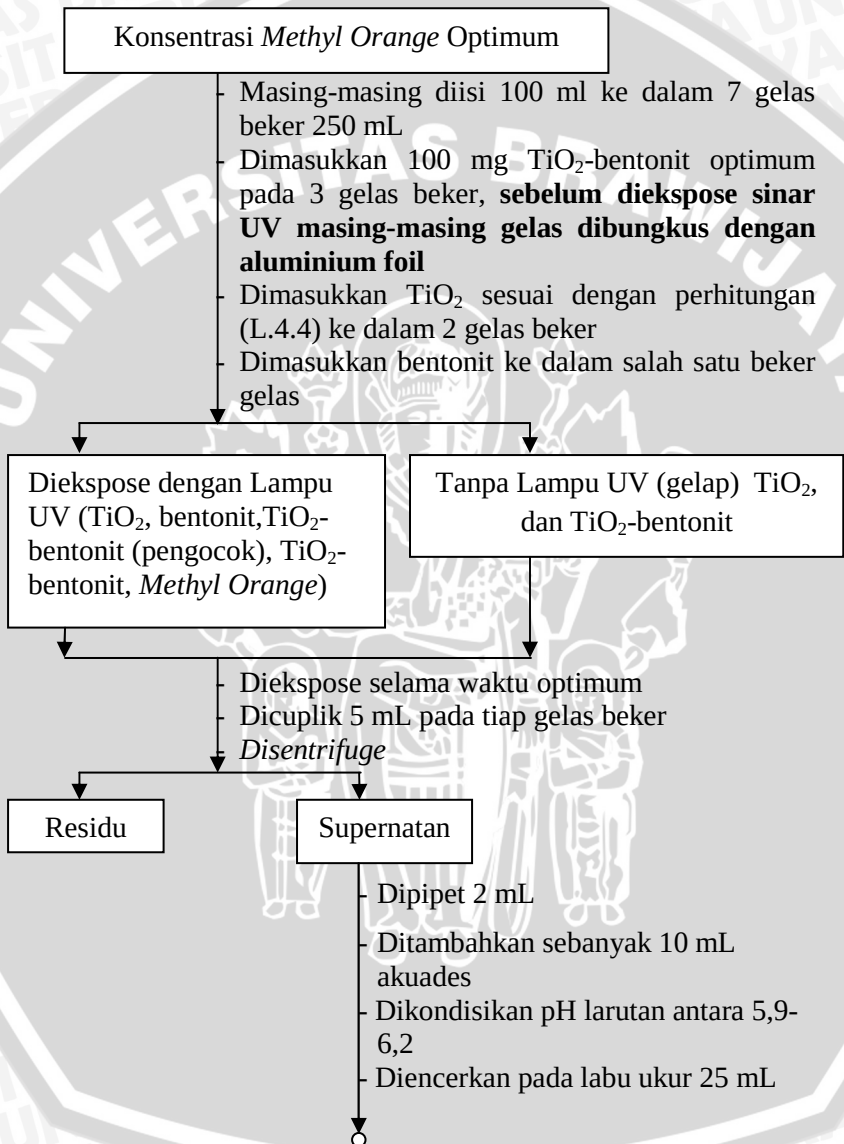
L.1.1.4.2 Pengaruh Konsentrasi Awal *Methyl Orange*



L.1.1.4.3 Pengaruh Jumlah TiO_2 yang Terimpregnasi



L.1.4.4 Pengaruh Impregnasi TiO_2 pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO_2 dalam Mendegradasi *Methyl Orange*



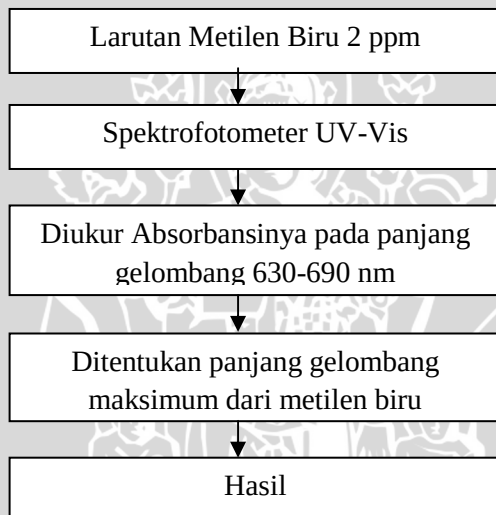
- Diukur absorbansinya menggunakan Spektronik 20
- Dilakukan Duplo

Data

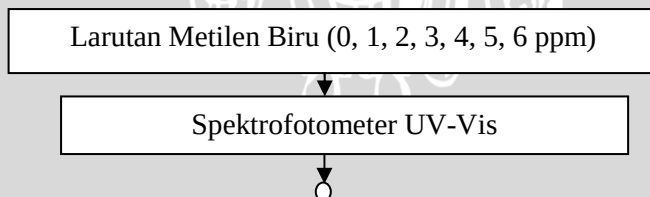
L.1.5 Karakterisasi Fotokatalis

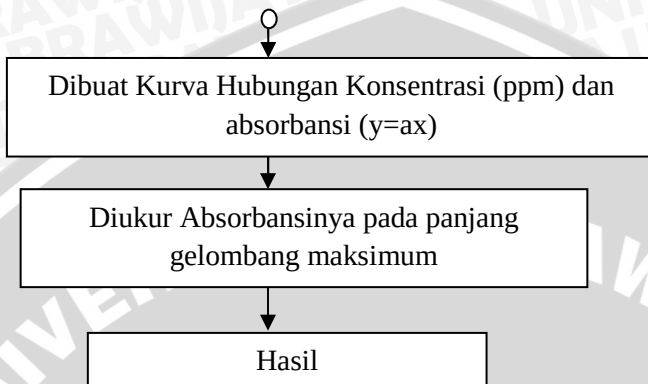
L.1.5.1 Penentuan Bilangan Metilen Biru

a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

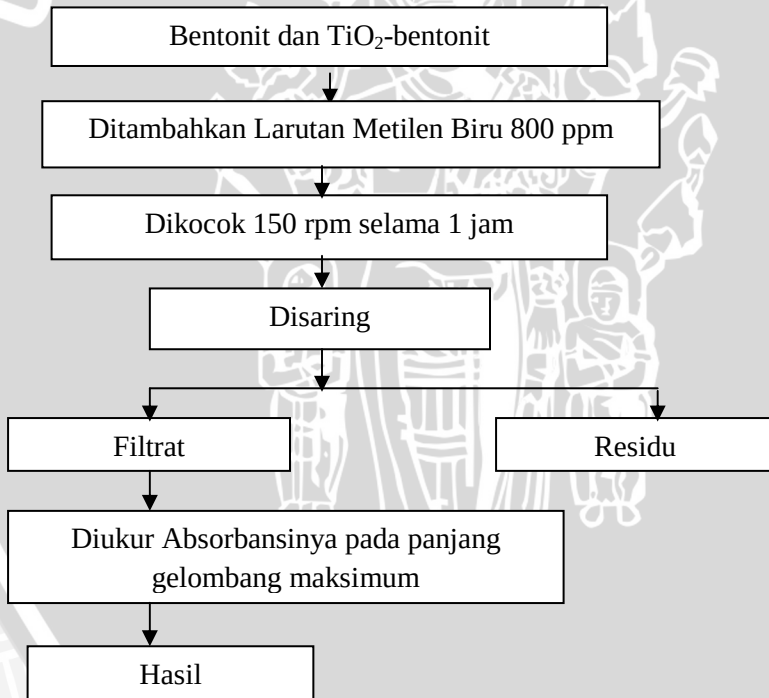


b. Penentuan Kurva Baku Metilen Biru

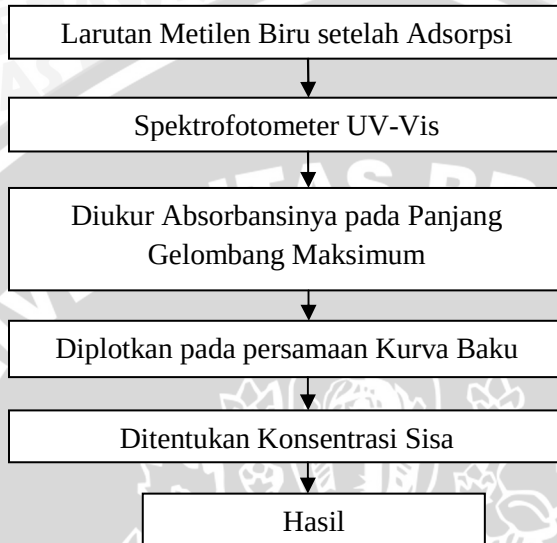




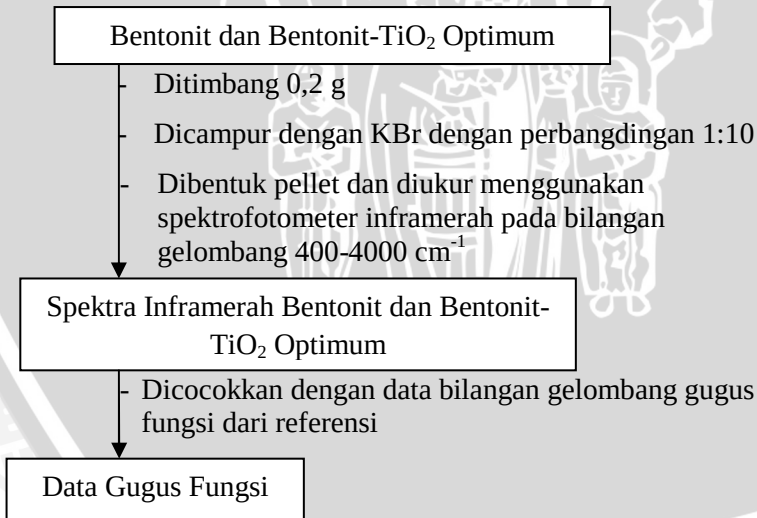
c. Penentuan Bilangan Metilen Biru



d. Penentuan Kadar Metilen Biru Sisa Adsorpsi

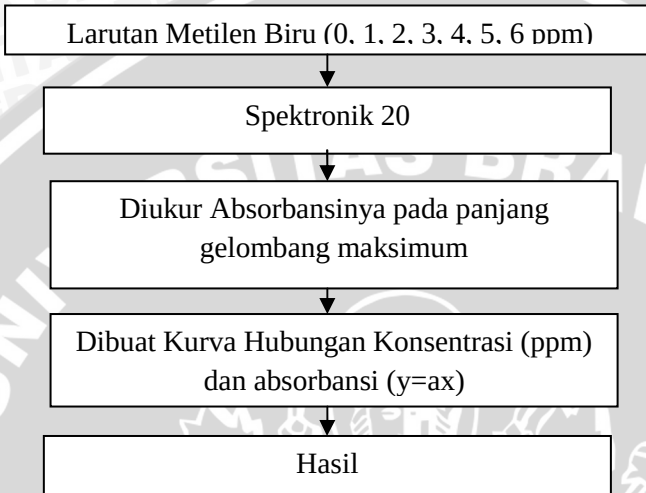


L.1.5.2 Penentuan Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Infra Merah

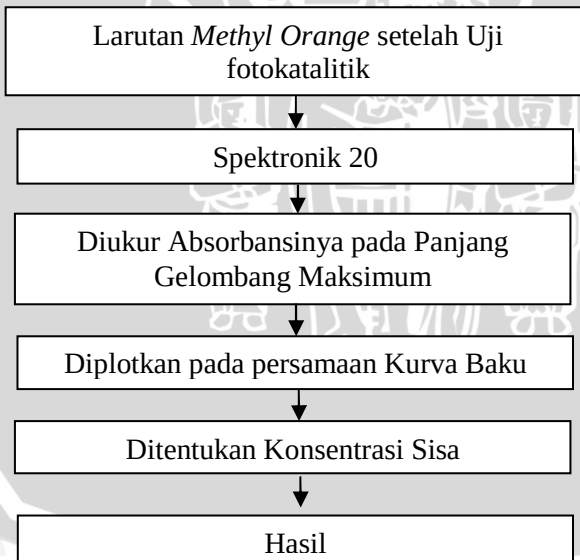


L.1.5.3 Penentuan Kadar *Methyl Orange* Sisa

1. Penentuan Kurva Baku *Methyl Orange*



2. Penentuan Kadar *Methyl Orange* Sisa



Lampiran 2 Perhitungan dan Pembuatan Larutan

L.2.1 Perhitungan Jumlah TiO_2 yang Terimpregnasi

Pada penelitian ini menggunakan berbagai konsentrasi TiO_2 yang digunakan, antara lain: konsentrasi TiO_2 5 mmol/g, 10 mmol/g, dan 15 mmol/g.

Cara Perhitungan:

BM TiO_2 = 79,9 g/mol

- **Konsentrasi TiO_2 5 mmol/g**
 $m \text{TiO}_2 = n \text{TiO}_2 \times \text{BM TiO}_2$
 $= 5 \text{ mol} \times 79,9 \text{ g/mol} \times 0,001$
 $= 0,4 \text{ gram}$
- **Konsentrasi TiO_2 10 mmol/g**
 $m \text{TiO}_2 = n \text{TiO}_2 \times \text{BM TiO}_2$
 $= 10 \text{ mol} \times 79,9 \text{ g/mol} \times 0,001$
 $= 0,799 \text{ gram}$
- **Konsentrasi TiO_2 15 mmol/g**
 $m \text{TiO}_2 = n \text{TiO}_2 \times \text{BM TiO}_2$
 $= 15 \text{ mol} \times 79,9 \text{ g/mol} \times 0,001$
 $= 1,199 \text{ gram}$

L.2.2 Pembuatan Larutan Stok *Methyl Orange* 500 ppm

Serbuk *methyl orange* ditimbang sebanyak 0,5 gram dan dilarutkan dalam gelas kimia 250 mL dengan akuades. Larutan kemudian dipindahkan dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

Cara Perhitungan:

[*methyl orange*] = 500ppm = 500 mg/L, ketika $V = 1000 \text{ mL} = 1 \text{ L}$

$$[\text{Methyl Orange}] = \frac{500 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{W}{1 \text{ L}}$$
$$W = 500 \text{ mg} = 0,5 \text{ gram}$$

L.2.3 Pembuatan Larutan Baku *Methyl Orange* 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 ppm

Larutan baku *methyl orange* 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 ppm dibuat dari pengenceran larutan stock 20 ppm (L.2.2).

Cara perhitungan:

$$[\text{methyl orange}]_1 = 20 \text{ ppm} = 20 \text{ mg/L}$$

$$M_1 \times V = M_2 \times V_2$$

Tabel L.2.1 Pembuatan Larutan *Methyl Orange* 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 ppm

M₁ (ppm)	V₁ (mL)	M₂ (ppm)	V₁ (mL)
20	2,5	2	25
10	10	4	25
12	12,5	6	25
20	10	8	25
20	12,5	10	25
20	15	12	25

L.2.4 Pembuatan Larutan Baku *Methyl Orange* 20, 40, 60, 70, 80, 100 ppm

Larutan baku *methyl orange* 20, 40, 50, 60, 70, 80 dan 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan padatan *methyl orange* pada gelas beker 250 mL. Kemudian larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL.

Cara perhitungan:

$$[\text{methyl orange}]_1 = 20 \text{ ppm} = 20 \text{ mg/L}$$

Tabel L.2.2 Pembuatan Larutan *Methyl Orange* 20, 40, 60, 80 dan 100 ppm

M (ppm)	m (mg)	V₁ (mL)
20	20	1000
40	40	1000
60	60	1000
80	80	1000
100	100	1000

L.2.5 Pembuatan Larutan Baku Metilen Biru 800 ppm

Serbuk metilen biru ditimbang sebanyak 0,8 gram dan dilarutkan dalam gelas kimia 250 mL dengan etanol 95 %. Larutan kemudian dipindahkan dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

Cara perhitungan:

800 ppm = 800 mg/L, ketika $V = 1000 \text{ mL} = 1 \text{ L}$

$$\frac{800 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{W}{1 \text{ L}}$$
$$W = 800 \text{ mg} = 0,8 \text{ g}$$

L.2.6 Pembuatan Larutan Baku Metilen Biru 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 ppm

Serbuk metilen biru ditimbang sebanyak 0.01 g dan dilarutkan dalam gelas kimia 25 mL dengan akuades. Larutan kemudian dipindahkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

Cara perhitungan:

100 ppm = 100 mg/L, ketika $V = 100 \text{ mL} = 0,1 \text{ L}$

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

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

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

$$M_1 \times V = M_2 \times V_2$$

Tabel L.2.3 Pembuatan Larutan Metilen Biru 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 ppm

M_1 (ppm)	V_1 (mL)	M_2 (ppm)	V_1 (mL)
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

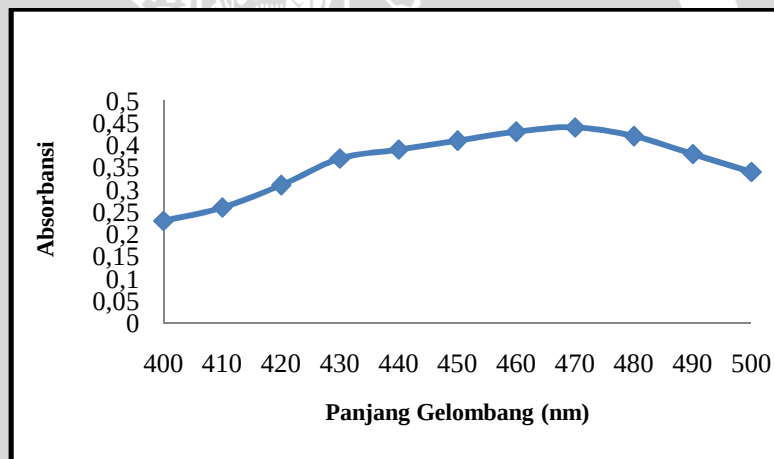
Lampiran 3

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Pembuatan Kurva Baku *Methyl Orange*

L.3.1 Data Absorbansi Larutan *Methyl Orange* pada Berbagai Panjang Gelombang

Tabel L.3.1 Data Absorbansi Larutan *Methyl Orange*

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 Penentuan Kurva Baku Larutan *Methyl Orange*

Tabel L.3.2 pH Larutan Baku *Methyl Orange*

[MO]	pH (1)	pH (2)	pH rata2
2	6.15	6.13	6.14
4	6.05	6.07	6.06
6	5.96	5.95	5.955
8	5.86	5.89	5.875
10	5.86	5.88	5.87
12	5.88	5.94	5.91

Tabel L.3.3 Data Penentuan Kurva Baku Larutan *Methyl Orange* pada Berbagai Konsentrasi

[MO] (ppm)	A	No	[MO] (ppm)	Absorbansi (Y)	X ²	Y ²	XY
0	0	1	0	0	0	0	0
2	0,16	2	2	0,16	4	0,0256	0,32
4	0,29	3	4	0,29	16	0,0841	1,16
6	0,44	4	6	0,44	36	0,1936	2,64
8	0,56	5	8	0,56	64	0,3136	4,48
10	0,67	6	10	0,67	100	0,4489	6,7
12	0,76	7	12	0,76	144	0,5776	9,12
					364	1,6434	24,42

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

$$a = \frac{\sum XY}{\sum X^2}$$

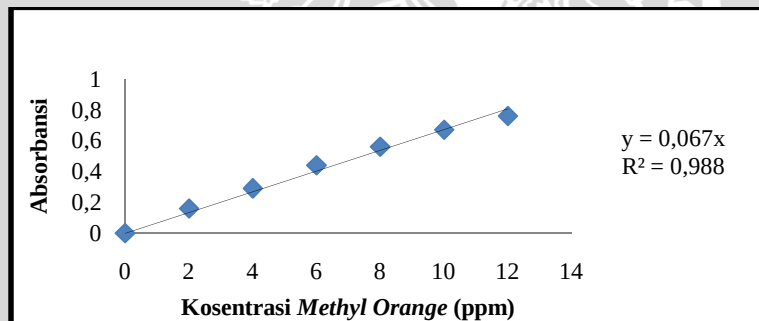
$$a = \frac{24,42}{364}$$

$$a = 0,06708$$

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

$$R^2 = \frac{24,42}{\sqrt{(364)(1,6434)}}$$

$$R^2 = 0,988$$



Gambar L.3.2 Kurva Baku Larutan *Methyl Orange*

Lampiran 4 Hasil Analisis Fotokatalisis

L.4.1 Data Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Konsentrasi *Methyl Orange* 60 ppm oleh TiO_2 -Bentonit 10 mmol/g

Tabel L.4.1 Data Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Konsentrasi *Methyl Orange* 60 ppm oleh TiO_2 -Bentonit 10 mmol/g

[MO]/t (menit)	A		Konsentrasi <i>Methyl Orange</i>		[MO] Rata-rata	fp	V (mL)	Mol <i>Methyl Orange</i> dalam Larutan (mmol)		
	I	II	[MO]'	[MO]"				I	II	Rata-rata
60 ppm/t0	0.32	0.32	59.70	59.70	59.70149	12.5	200	0.18	0.18	0.18
t30	0.3	0.31	55.97	57.84	56.90299	12.5	200	0.17	0.18	0.17
t40	0.28	0.29	52.24	54.10	53.17164	12.5	190	0.16	0.17	0.16
t50	0.26	0.27	48.51	50.37	49.4403	12.5	180	0.15	0.15	0.15
t60	0.26	0.27	48.51	50.37	49.4403	12.5	170	0.15	0.15	0.15
t70	0.26	0.27	48.51	50.37	49.4403	12.5	160	0.15	0.15	0.15

L.4.2 Data Pengaruh Konsentrasi Awal *Methyl Orange* terhadap Persen *Methyl Orange* Terdegradasi Pada Lama Penyinaran UV Optimum

Tabel L.4.2 Data Pengaruh Konsentrasi Awal *Methyl Orange* terhadap Persen *Methyl Orange* Terdegradasi Pada Lama Penyinaran Optimum (50 menit) oleh TiO_2 -Bentonit 10 mmol

$[\text{MO}]_0$ (ppm)	A	Konsentrasi yang terukur ($f_p = 25/2$) (ppm)
20	0,11	20,52
40	0,21	39,18
60	0,32	59,70
80	0,42	78,36
100	0,53	98,88

[<i>Methyl Orange</i>]	Absorbansi		[<i>Methyl Orange</i>]' (ppm)	[<i>Methyl Orange</i>]" (ppm)	[<i>Methyl Orange</i>] rata-rata (ppm)	% <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi		% <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi (rata-rata)
	I	II				I	II	
20 ppm	0,06	0,05	11,194	9,328	10,261	45,455	54,545	50,000
40 ppm	0,17	0,16	31,716	29,851	30,784	19,048	23,810	21,429
60 ppm	0,26	0,27	48,507	50,373	49,440	18,750	15,625	17,188
80 ppm	0,37	0,36	69,030	67,164	68,097	11,905	14,286	13,095
100 ppm	0,48	0,47	89,552	87,687	88,619	9,434	11,321	10,377

L.4.3 Pengaruh Jumlah TiO_2 Terimpregnasi terhadap Persen *Methyl Orange* Terdegradasi

Untuk mengetahui pengaruh banyaknya TiO_2 yang teremban tiap gram bentonit digunakan lama penyinaran dan konsentrasi *methyl orange* optimum yang telah didapatkan (50 menit) serta konsentrasi awal *methyl orange* yang digunakan adalah konsentrasi optimum *methyl orange* (20 ppm)

Tabel L.4.3 Data Pengaruh Jumlah TiO_2 (mmol/g) Terimpregnasi terhadap Persen *Methyl Orange* Terdegradasi

Diketahui: $[\text{MO}]_{\text{awal}} = 20 \text{ ppm}$
 $\text{Abs} = 0,11$

Jumlah TiO_2	Absorbansi		Abs rata-rata	[<i>Methyl Orange</i>]' (ppm)	[<i>Methyl Orange</i>]" (ppm)	[<i>Methyl Orange</i>] rata-rata (ppm)	% <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi		% <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi
	I	II					I	II	
5 mmol/g	0,08	0,08	0,08	14,925	14,925	14,925	27,27	27,27	27,27
10 mmol/g	0,06	0,05	0,055	11,194	9,328	10,261	36,36	27,27	50,00
10 mmol/g	0,07	0,08	0,075	13,060	14,925	13,993	11,19	9,32	31,82

L.4.4 Pengaruh Impregnasi TiO_2 pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO_2 dalam Mendegradasi *Methyl Orange*

Banyaknya TiO_2 yang digunakan sebagai pembanding:

$$\text{Massa } \text{TiO}_2 = \frac{10 \text{ mmol}}{1000 \text{ mg}} \times 100 \text{ mg} \times \text{BM } \text{TiO}_2 \left(79,9 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) \times 0,001 = 0,0799 \text{ gram}$$

Tabel L.4.4 Pengaruh Impregnasi TiO_2 pada Bentonit terhadap Fotoaktivitas TiO_2 dalam Mendegradasi *Methyl Orange*

Diketahui: $[\text{MO}]_{\text{awal}} = 20 \text{ ppm}$
 $\text{Abs} = 0,11$

Katalis/Adsorben	Abs_1	Abs_2	Abs rata-rata	Konsentrasi (ppm)	% <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi
TiO_2 (UV)	0,08	0,08	0,08	14,925	27,27
Bentonit (UV)	0,09	0,09	0,09	16,791	18,18
TiO_2 -Bentonit (UV+Pengocokan)	0,04	0,05	0,045	8,3955	59,09
TiO_2 (Gelap)	0,11	0,1	0,105	19,59	4,55
TiO_2 -Bentonit (Gelap)	0,1	0,09	0,095	17,724	13,64
<i>Methyl Orange</i> (UV)	0,1	0,1	0,1	18,657	9,09
TiO_2 -Bentonit (UV)	0,06	0,05	0,055	10,261	50,00

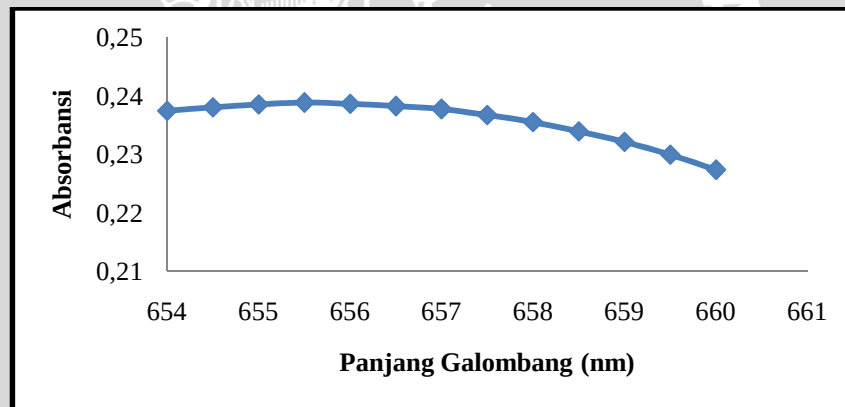
Lampiran 5

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Pembuatan Kurva Baku Metilen Biru

L.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Tabel L.5.1 Data Absorbansi Larutan Metilen Biru pada Berbagai Konsentrasi

λ (nm)	A
654	0,2374
654,5	0,2380
655	0,2385
655,5	0,2388
656	0,2386
656,5	0,2382
657	0,2377
657,5	0,2367
658	0,2355
658,5	0,2339
659	0,2321
659,5	0,2299
660	0,2273



L.5.1 Grafik Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

L.5.2 Penentuan Kurva Baku Metilen Biru

Tabel L.5.2 Data Penentuan Kurva Baku Metilen Biru

[Metilen Biru] (ppm)	A	No	[Metilen Biru] (ppm)	Absorbansi (Y)	X ²	Y ²	XY
0	0	1	0	0	0	0	0
1	0,2368	2	1	0,2368	1	0,0561	0,2368
2	0,4685	3	2	0,4685	4	0,2194	0,9370
3	0,7368	4	3	0,7368	9	0,5429	2,2104
4	1,0988	5	4	1,0988	16	1,2074	4,3952
5	1,3633	6	5	1,3633	25	1,8586	6,8165
					55	3,8844	14,5959

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

$$a = \frac{\sum XY}{\sum X^2}$$

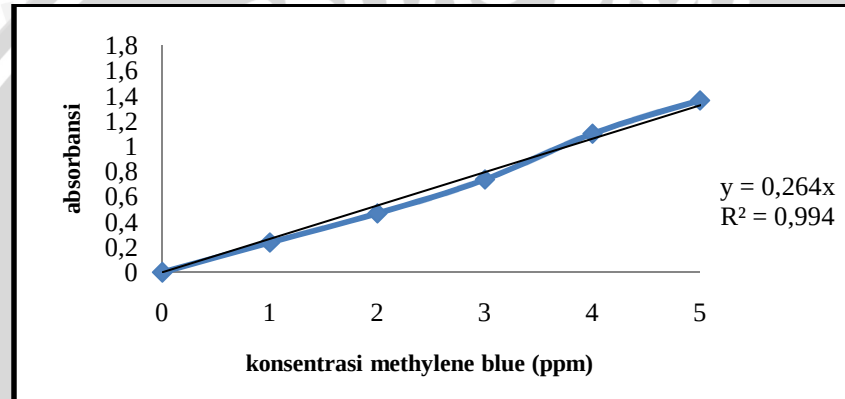
$$a = \frac{14,5959}{55}$$

$$a = 0,246$$

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

$$R^2 = \frac{14,5959}{\sqrt{(55)(3,8844)}}$$

$$R^2 = 0,994$$



Gambar L.5.2 Kurva Baku Larutan Metilen Biru

L.5.3 Penentuan Bilangan Metilen Biru

Diketahui:

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

Dimana:

Bilangan MB (q_e)

V MB

W

= Bilangan Metilen Biru (mg/g)

= Volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

= Berat sampel (g)

C_{awal}
 C_{sisa}

= Konsentrasi metilen biru awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

= Konsentrasi metilen biru akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$C_{sisa} = X, fp$

Dimana, fp = faktor pengenceran

X = konsentrasi metilen biru pengukuran (ppm)

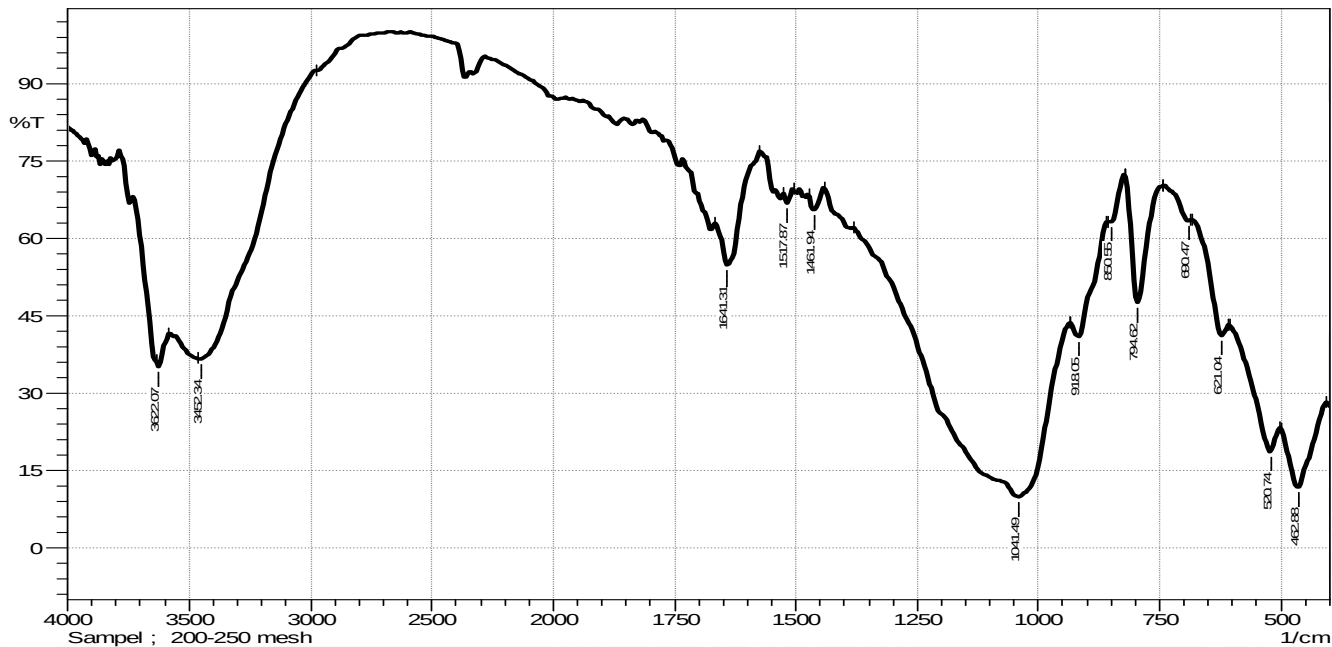
Tabel L.5.3 Data Penentuan Bilangan Metilen Biru

Diketahui: $[MB]_{awal} = 716,48 \text{ ppm}$; $V_{MB} = 0,0025 \text{ L}$; $W = 0,1 \text{ gram}$

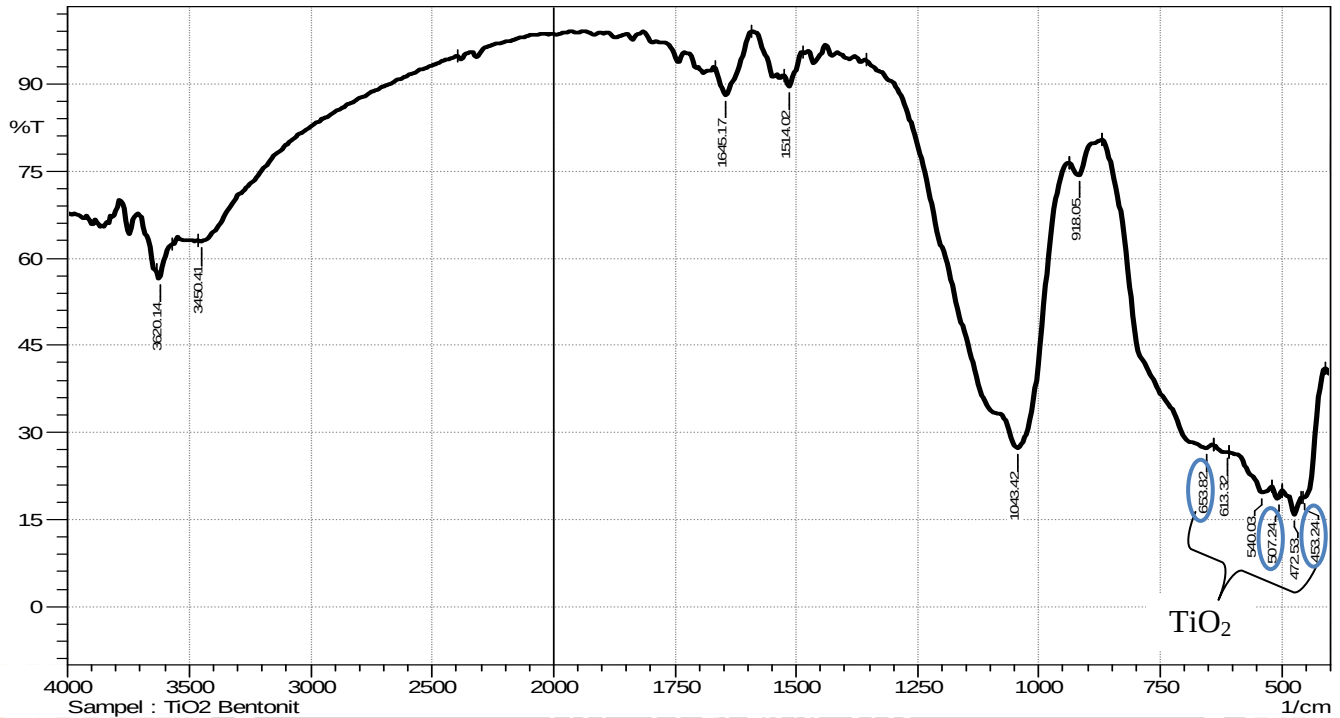
Katalis	A	C_{akhir} (ppm)	q_e (mg/g)
Bentonit Natrium	0,177	341,699	93,695
TiO ₂ -Bentonit (5 mmol)	0,2169	418,726	76,421
TiO ₂ -Bentonit (10 mmol)	0,2117	408,687	78,883
TiO ₂ -Bentonit (15 mmol)	0,2726	526,255	50,048

Lampiran 6

Spektra Inframerah Bentonit dan TiO_2 -bentonit 10 mmol/g (Katalis Optimum)



Gambar L.6.1 Spektra Inframerah Bentonit Natrium 200-250 mesh



Gambar L.6.2 Spektra Inframerah TiO₂-Bentonit 10 mmol/g (Katalis Optimum)

Lampiran 7

Uji Statistika

L.7.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Persen *Methyl Orange* yang Berkurang

Tabel L.7.1 Pengaruh Lama Penyinaran Sinar UV terhadap Konsentrasi *Methyl Orange* 60 ppm

Waktu (menit)	Mol <i>Methyl Orange</i> (mmol)		Total	Rata-rata
	I	II		
30	0,18	0,18	0,36	0,18
40	0,17	0,18	0,35	0,17
50	0,16	0,16	0,32	0,16
60	0,15	0,15	0,30	0,15
70	0,15	0,15	0,30	0,15
Jumlah			1,64	

$$\text{Faktor Koreksi (FK)} = \frac{(\text{Total ulangan})^2}{\text{Jumlah seluruh observasi}}$$
$$= \frac{(1,64)^2}{10}$$

$$= 0,269$$

$$\begin{aligned}\text{Jumlah Kuadrat Total (JKT)} &= (0,18)^2 + (0,17)^2 + (0,16)^2 + \dots \\ &\quad \dots + (0,15)^2 - \text{FK} \\ &= 0,271 - 0,269 \\ &= 0,0016\end{aligned}$$

$$\text{Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)} = \frac{\sum (\text{Jumlah Hasil Perlakuan})^2}{n} - \text{FK}$$

$$= \frac{(0,36)^2 + (0,35)^2 + \dots + (0,3)^2}{2} - 0,269$$

$$= 0,542 - 0,269$$

$$= 0,00155$$

$$\text{Jumlah Kuadrat galat (JKG)} = \text{JK Total} - \text{JK Perlakuan}$$

$$= 0,0016 - 0,00155$$

$$= 6,49 \times 10^{-5}$$

$$\text{Kuadrat Tengah Perlakuan (KTP)} = \frac{\text{JK Perlakuan}}{\text{DB Perlakuan}}$$

$$= \frac{0,00155}{5}$$

$$= 0,0003$$

$$\text{Kuadrat Tengah Galat (KTG)} = \frac{\text{JK Galat}}{\text{DB Galat}}$$

$$= \frac{6,49 \times 10^{-5}}{4}$$

$$= 1,62 \times 10^{-5}$$

$$F \text{ Hitung} = \frac{\text{KT Perlakuan}}{\text{KT Galat}}$$

$$= \frac{0,000309}{1,62 \times 10^{-5}}$$

$$= 19,04$$

F Tabel (f_1, f_2) = (4,5) pada taraf nyata 5 % = 6,26

Tabel L.7.2 Analisa Sidik Ragam Satu Arah

Sumber keragaman	db	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	2	0,00155	0,0003	19,04	6,26
Galat	4	$6,49 \times 10^{-5}$	$1,62 \times 10^{-5}$		
Total	6	0,00155			

$$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4 = P_5$$

$$H_1 = P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P_4 \neq P_5$$

F hitung > F tabel maka H_1 diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan pH sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$\begin{aligned} \text{BNT}_{(0,05)} &= t_{(0,05/2, \text{dbG})} \sqrt{\frac{2KTG}{n}} = 2,7776 \times \sqrt{\frac{2 \times 2,17}{2}} \\ &= 0,00792 \end{aligned}$$

waktu (menit)	Rerata [methyl orange] (ppm)	Waktu (menit)				
		30	40	50	60	70
		0,182	0,174	0,162	0,151	0,151
30	56,90	0	0,008	0,019*	0,031*	0,031*
40	53,172		0	0,011*	0,023*	0,023*
50	49,440			0	0,011*	0,011*
60	49,440				0	0
70	49,440					0

(*) = berbeda nyata pada taraf 5%

L.7.2 Pengaruh Konsentrasi *Methyl Orange* terhadap Persen *Methyl Orange* Terdegradasi

Tabel L.7.3 Pengaruh Konsentrasi *Methyl Orange* terhadap Persen *Methyl Orange* Terdegradasi

[<i>Methyl Orange</i>] (ppm)	<i>Methyl Orange</i> Terdegradasi (%)		Total (ppm)	Rata-rata (ppm)
	I	II		
20	45,46	54,55	100	50
40	19,05	23,81	42,86	21,43
60	18,75	15,625	34,38	17,19
80	11,91	14,286	26,19	13,1
100	9,43	11,321	20,76	10,38
	Jumlah		224,18	

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor Koreksi (FK)} &= \frac{(\text{Total ulangan})^2}{\text{Jumlah seluruh observasi}} \\
 &= \frac{(224,18)^2}{10} \\
 &= 5025,62
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Jumlah Kuadrat Total (JKT)} &= (45,46)^2 + (19,05)^2 + (18,75)^2 + \dots \\
 &\quad \dots + (9,43)^2 - \text{FK} \\
 &= 7129,744 - 5025,662 \\
 &= 2104,97
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)} &= \frac{\sum (\text{Jumlah Hasil Perlakuan})^2}{n} - \text{FK} \\
 &= \frac{(100)^2 + (42,86)^2 + \dots + (20,755)^2}{2} - 5025,62 \\
 &= 14135,19 - 5025,62 \\
 &= 2041,97
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Jumlah Kuadrat galat (JKG)} &= \text{JK Total} - \text{JK Perlakuan} \\ &= 2104,12 - 2041,971 \\ &= 62,15\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kuadrat Tengah Galat (KTG)} &= \frac{\text{JK Galat}}{\text{DB Galat}} \\ &= \frac{62,15}{4} \\ &= 12,42\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kuadrat Tengah Perlakuan (KTP)} &= \frac{\text{JK Perlakuan}}{\text{DB Perlakuan}} \\ &= \frac{2041,97}{5} \\ &= 510,49\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{F Hitung} &= \frac{\text{KT Perlakuan}}{\text{KT Galat}} \\ &= \frac{510,49}{12,43} \\ &= 41,07\end{aligned}$$

F Tabel (f_{1,f_2}) = (4,5) pada taraf nyata 5 % = 6,26

Tabel L.7.2 Analisa Sidik Ragam Satu Arah

Sumber keragaman	db	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	2	2041,97	510,49	41,07	6,2
Galat	4	62,15	12,43		
Total	6	2104,12			

$$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4 = P_5$$

$$H_1 = P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P_4 \neq P_5$$

F hitung > F tabel maka H_1 diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan pH sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$BNT_{(0,05)} = t_{(0,05/2,dbG)} \sqrt{\frac{2KTG}{n}} = 2,7776 \times \sqrt{\frac{2 \times 12,43}{2}} = 6,92$$

[Methyl Orange]	Rerata Persen Degradasi	Waktu (menit)				
		30	40	50	60	70
		50	21,43	17,19	13,10	10,38
20	50	0	28,57*	32,81*	36,90*	36,62*
40	21,43		0	4,24	8,33*	11,05*
60	17,19			0	4,09	6,81
80	13,10				0	2,72
100	10,38					0

(*) = berbeda nyata pada taraf 5%

Lampiran 8

L.8 Reaktor untuk Uji Fotokatalisis



Gambar L.8 Reaktor untuk Uji Fotokatalitik (Bagian Dalam)