

**Studi Pengaruh Konsentrasi NO_3^- Dalam Fotodegradasi
Methyl Orange Dengan Fotokatalis TiO_2 -zeolit**

SKRIPSI

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

oleh :

NOVITA RIZQI ANDARINI

0910920057-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Studi Pengaruh Konsentrasi NO_3^- Dalam Fotodegradasi *Methyl Orange* Dengan Fotokatalis TiO_2 -zeolit

Oleh :

Novita Rizqi Andarini
0910920057

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

Pembimbing I

Dra. Sri Wardhani, M.Si.
NIP. 26021968 199103 2 001

Pembimbing II

Drs. M. Misbah Khunur, M.Si.
NIP. 19581101 198603 1 003

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630394 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Novita Rizqi Andarini

NIM : 0910920057

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul : Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Nitrat Dalam Fotodegradasi Zat Warna *Methyl Orange* dengan Fotokatalis TiO_2 – zeolit.

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi 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 skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi 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,

Yang menyatakan,

Novita Rizqi Andarini

NIM: 0910920057

Studi Pengaruh Konsentrasi NO_3^- Dalam Fotodegradasi *Methyl Orange* Dengan Fotokatalis TiO_2 -zeolit

ABSTRAK

Fotodegradasi *methyl orange* dapat dipengaruhi oleh beberapa antara lain yaitu anion anorganik, adanya oksidator, lama penyinaran serta jumlah fotokatalis. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh berbagai konsentrasi ion nitrat dalam proses fotodegradasi zat warna *methyl orange* terhadap konstanta laju serta mengetahui pengaruh berbagai jumlah fotokatalis terhadap degradasi zat warna *methyl orange*. Pada uji pendahuluan dengan berbagai perlakuan diperoleh hasil penambahan nitrat pada konsentrasi 2 M dengan fotokatalis TiO_2 yang terembankan pada zeolit dapat meningkatkan degradasi zat warna dibandingkan tanpa penambahan nitrat. Adanya Ion nitrat pada konsentrasi 0,5 dan 1 M dapat mengakibatkan penurunan konstanta laju dengan nilai k yang diperoleh yaitu $0,003 \text{ min}^{-1}$ dan meningkat dengan adanya ion nitrat pada konsentrasi 1,5 dan 2 M dengan nilai k yang diperoleh yaitu 0,004 dan $0,005 \text{ min}^{-1}$. Lama penyinaran larutan *methyl orange* hingga 100 menit pada berbagai konsentrasi nitrat meningkatkan degradasi zat warna dengan nilai degradasi tertinggi 55%. Adanya penambahan berbagai jumlah fotokatalis pada proses fotodegradasi dapat meningkatkan degradasi *methyl orange*, namun tidak signifikan.

Kata kunci: fotokatalis, konstanta laju, *methyl orange*, nitrat, zeolit.

Study The Influence of Variation NO_3^- on the Photodegradation of Methyl Orange Using Photocatalyst TiO_2 -Zeolit

ABSTRACT

The present of inorganic anion, irradiation time, and the amount of photocatalyst can affecting the degradation of methyl orange. The aim of this experiment is to find out the affect of NO_3^- to rate constant within photodegradation of methyl orange. In introduction experiment, the presence of NO_3^- in the photodegradation process with adding of TiO_2 -zeolit can increase the degradation of methyl orange as compared without presence of NO_3^- . The presence of NO_3^- in lower concentration 0,5 and 1 M decreasing rate constant, the value of rate constant is $0,003 \text{ min}^{-1}$ and increase the degradation rate constant in the presence of NO_3^- in higher concentration 1,5 and 2 M with the result is $0,005 \text{ min}^{-1}$. The irradiation time in degradation process can be increasing the degradation up to 55 %. The amount of photocatalyst can be increasing the degradation of methyl orange but not significant.

Keywords: methyl orange, nitrate, photocatalyst, rate constant, zeolite.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan kelancaran dan kemudahan dalam penelitian serta penulisan tugas akhir ini. Tema penelitian penulis terkait dengan Fotokatalisis zat warna azo dengan judul “Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Nitrat Dalam Fotodegradasi Zat Warna *Methyl Orange* dengan Fotokatalis TiO_2 –zeolit”. Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si., selaku Dosen Pembimbing I, dan Drs. M. Misbah Khunur, M.Si., selaku Dosen Pembimbing II, atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian, dan kesabaran yang diberikan yang kepada penulis.
2. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS., selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya. Staf pengajar dan semua karyawan Jurusan Kimia atas segala fasilitas dan bantuan yang diberikan kepada penulis.
3. Penguji Ir. Bambang Poerwadi, M.Si atas saran yang diberikan untuk memperbaiki skripsi ini.
4. Dosen penasehat akademik Dr. Rer. Nat Rachmat Triandi Tjahjanto, M.Si atas bimbingan selama penulis melaksanakan studi strata-1.
5. Kedua Orang tua (Soegeng Haryanto dan Kunarsih), adik-adikku tercinta (Marissa dan Moniq), serta seluruh keluarga besar atas doa, motivasi, nasihat, bantuan dan segala hal yang diberikan kepada penulis.
6. Seluruh teman-teman satu angkatan Kimia 2009, dan semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini belum sempurna. Penulis mengharapkan masukan, kritik, dan saran yang bersifat membangun untuk lebih melengkapi penulisan skripsi ini.. Penulis juga berharap skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah wawasan bagi pembacanya.

Malang,2013

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Zat Warna Azo	5
2.2 <i>Methyl Orange</i>	5
2.3 Fotokatalisis	6
2.4 Semikonduktor TiO ₂ Sebagai Fotokatalis	6
2.5 Zeolit	8
2.6 Pengembangan TiO ₂ Dalam Zeolit	9
2.7 Degradasi <i>Methyl Orange</i>	10
2.8 Ion Nitrat	10
2.9 Penentuan Konstanta Laju Degradasi	12
2.10 Spektrofotometer UV-Visible	12
2.11 Karakterisasi TiO ₂ -Zeolit dengan XRD	12
BAB III METODOLOGI	14
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	14
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	14
3.2.1 Alat-alat Penelitian	14
3.2.2 Bahan Penelitian	14
3.3 Tahapan Penelitian	14
3.4 Prosedur Kerja Penelitian	15
3.4.1 Preparasi Zeolit Alam dengan Asam	15

3.4.2 Impregnasi Fotokatalis TiO_2	15
3.4.3 Penentuan Kurva Baku <i>Methyl Orange</i>	16
3.4.4 Uji Fotodegradasi	16
3.4.4.1 Uji Pendahuluan	16
3.4.4.2 Variasi Konsentrasi Penambahan NO_3^-	17
3.4.4.3 Variasi Jumlah Fotokatalis TiO_2 -zeolit	17
3.4.5 Karakterisasi TiO_2 -zeolit.....	18
3.4.6 Analisis Data	18
3.4.6.1 Penentuan Presentase Degradasi <i>Methyl Orange</i>	18
3.4.6.2 Penentuan Konstanta Laju Reaksi Fotodegradasi	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	20
4.1 Preparasi Zeolit Alam dengan Asam.....	20
4.2 Impregnasi TiO_2 -zeolit.....	20
4.3 Uji Fotokatalis.....	23
4.3.1 Uji Pendahuluan Fotodegradasi <i>Methyl Orange</i>	23
4.3.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi NO_3^- Terhadap Konstanta Laju Degradasi	25
4.3.3 Pengaruh Lama Penyinaran Terhadap Degradasi.....	27
4.3.4 Pengaruh Penambahan Jumlah Fotokatalis TiO_2 -zeolit.....	28
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	30
5.1 Kesimpulan	30
5.2 Saran	30
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur <i>Methyl Orange</i>	6
Gambar 2.2	Struktur TiO ₂ Rutil Dan Anatase	7
Gambar 2.3	Reaksi Pada Permukaan Semikonduktor	8
Gambar 2.4	Struktur Zeolit	9
Gambar 2.5	Penguraian Zat Warna Azo <i>Methyl Orange</i>	11
Gambar 2.6	Penguraian Zat Warna Azo <i>Methyl Orange</i>	12
Gambar 4.1	Difraktogram Zeolit Teraktivasi	21
Gambar 4.2	Difraktogram TiO ₂ -zeolit.....	21
Gambar 4.3	Degradasi Larutan <i>Methyl Orange</i> Pada Berbagai Perlakuan Awal.....	23
Gambar 4.4	Kurva Hubungan Lama Penyinaran terhadap ln(Co/Ct) Pada Berbagai Variasi Konsentrasi Nitrat	26
Gambar 4.5	Kurva Hubungan Antara Variasi Konsentrasi Nitrat Dengan Konstanta Laju	27
Gambar 4.6	Kurva Hubungan Waktu Penyinaran Terhadap Degradasi <i>Methyl Orange</i> pada Berbagai Konsentrasi Nitrat	27
Gambar 4.7	Kurva Hubungan Antara Jumlah Fotokatalis TiO ₂ -zeolit Terhadap Degradasi <i>Methyl Orange</i>	28
Gambar L.A.1	Diagram Alir Penelitian	37
Gambar L.D.1	Grafik Kurva Hubungan Waktu Penyinaran Terhadap ln(Co/Ct) Berbagai Konsentrasi Nitrat 0 Dan 0,5 M	45
Gambar L.D.2	Grafik Kurva Hubungan Waktu Penyinaran Terhadap ln(Co/Ct) Berbagai Konsentrasi 1; 1,5 Dan 2 M	46
Gambar L.E.1	Spektra Hasil Degradasi Selama 1 Jam	48
Gambar L.E.2	Spektra Hasil Degradasi Selama 1 Jam Dibiarkan Semalam.....	48
Gambar L.E.3	Spektra Hasil Degradasi Selama 2 Jam.....	48
Gambar L.E.4	Spektra Hasil Degradasi Selama 2 Jam Dibiarkan Semalam.....	49
Gambar L.E.5	Spektra Hasil Degradasi Selama 3 Jam	49

Gambar L.E.6	Spektra Hasil Degradasi Selama 3 Jam Dibiarkan Semalam.....	49
Gambar L.E.7	Spektra Hasil Degradasi Selama 4 Jam	50
Gambar L.E.8	Spektra Hasil Degradasi Selama 4 Jam Dibiarkan Semalam	50
Gambar L.E.9	Spektra Hasil Degradasi Selama 5 Jam	50
Gambar L.E.10	Spektra Hasil Degradasi Selama 5 Jam Dibiarkan Semalam	51
Gambar L.E.11	Spektra <i>Methyl Orange</i> Sebelum Degradasi ...	51
Gambar L.F.1- 4	Data Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Sebelum Impregnasi	52
Gambar L.F.5	Standard XRD Zeolit Klipnotilolit	56
Gambar L.F.6	Standard XRD Zeolit Mordenit	56
Gambar L.F.7 - 9	Data Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Sesudah Impregnasi	57
Gambar L.F.10	Standard XRD TiO ₂ -Anatase	60
Gambar L.F.11	Standard XRD TiO ₂ -Rutil	60
Gambar L.G.1	Gambar Reaktor Fotokatalis	61
Gambar L.H.1	Gambar Larutan <i>Methyl Orange</i> Hasil Degradasi	61

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbedaan struktur rutil dan anatase.....	7
Tabel 4.1	Perbandingan hasil karakterisasi zeolit teraktivasi dan TiO_2 -Zeolit dengan standard klipnotilit, mordenit, dan anatase	22
Tabel 4.2	Keterangan Simbol pada Gambar 4.3, persamaan regresi serta nilai R^2 berbagai konsentrasi NO_3^- ...	27
Tabel L.B.2	Perhitungan pengenceran larutan MO 50 mg/L ...	38
Tabel L.C.2	Data Absorbansi larutan MO standar (pH 6).....	40
Tabel L.D.1	Konversi konsentrasi larutan NaNO_3^- dalam sistem larutan MO	42
Tabel L.D.2	Penentuan persen degradasi <i>methyl orange</i> dengan penambahan nitrat 0 M pada berbagai waktu penyinaran	42
Tabel L.D.3	Penentuan persen degradasi <i>methyl orange</i> dengan penambahan nitrat 0,5 M pada berbagai waktu penyinaran.....	42
Tabel L.D.4	Penentuan persen degradasi <i>methyl orange</i> dengan penambahan nitrat 1 M pada berbagai waktu penyinaran	43
Tabel L.D.5	Penentuan persen degradasi <i>methyl orange</i> dengan penambahan nitrat 1,5 M pada berbagai waktu penyinaran	43
Tabel L.D.6	Penentuan persen degradasi <i>methyl orange</i> dengan penambahan nitrat 2 M pada berbagai waktu penyinaran	43
Tabel L.D.7	Penentuan nilai $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ konsentrasi penambahan nitrat berturut-turut dari atas ke bawah: 0; 0,5; 1; dan 1,5 M	44
Tabel L.D.8	Penentuan nilai $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ konsentrasi penambahan nitrat 2 M	45
Tabel L.D.9	Penentuan degradasi <i>methyl orange</i> pada penambahan berbagai jumlah fotokatalis	47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Diagram Alir Penelitian.....	37
Lampiran B	Perhitungan dan Pembuatan Larutan	38
Lampiran B.1	Preparasi Larutan Induk <i>Methyl Orange</i> 50 mg/L.....	38
Lampiran B.2	Pembuatan Larutan Standar <i>Methyl Orange</i> 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 ppm	38
Lampiran B.3	Pembuatan 500 mL Larutan pH 6	38
Lampiran B.4	Pembuatan Larutan <i>Methyl Orange</i> 15mg/L pH 2	38
Lampiran B.5	HCl 0,4 M 250 mL	39
Lampiran B.6	Perhitungan Massa AgNO ₃ 0,1 M	39
Lampiran C	Penentuan Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi. ..	40
Lampiran C.1	Pembuatan Kurva Baku dan Penentuan Persamaan regresi serta koefisien korelasi kurva baku <i>Methyl Orange</i>	40
Lampiran C.2	Penentuan Persen <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi ..	40
Lampiran D	Data Pengukuran Konsentrasi <i>Methyl Orange</i> Terdegradasi	42
Lampiran D.1	Perhitungan Konsentrasi NO ₃ Dalam Larutan	42
Lampiran D.2	Pengaruh Lama Penyinaran Terhadap Degradasi <i>Methyl Orange</i> dengan Fotokatalis TiO ₂ -zeolit.....	42
Lampiran D.3	Pengaruh Berbagai Konsentrasi Nitrat Terhadap Konstanta Laju.....	44
Lampiran D.4	Pengaruh Berbagai Jumlah Fotokatalis Terhadap Degradasi.....	47
Lampiran E	Gambar Spektra Hasil Degradasi <i>Methyl Orange</i> Dengan Penyinaran Selama 1 hingga 5 jam	48
Lampiran F.	Gambar Hasil Karakterisasi XRD	52
Lampiran G.	Gambar Alat Penelitian	61
Lampiran H.	Gambar Larutan Hasil Degradasi	61

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri yang semakin meningkat berbanding lurus dengan banyaknya limbah yang dihasilkan, seperti kita ketahui bahwa industri tekstil menghasilkan limbah zat warna yang dapat membahayakan lingkungan disekitarnya, limbah zat warna tersebut dihasilkan dari proses pencelupan [1]. Zat warna yang digunakan merupakan jenis senyawa azo. Salah satu jenis zat warna yang banyak digunakan di industri dan merupakan senyawa azo yaitu *methyl orange*. Sifat *methyl orange* sangat berbahaya bagi lingkungan hal ini dikarenakan *methyl orange* merupakan zat warna yang bersifat toksik [2]. Sehingga diperlukan suatu metode khusus yang ramah lingkungan untuk mengurangi bahkan menghilangkan dampak dari limbah tersebut.

Limbah zat warna dapat diatasi dengan cara koagulasi, adsorpsi dan juga metode fotodegradasi dengan menggunakan fotokatalisis. Pada proses koagulasi akan dihasilkan limbah baru berupa *sludge* yang termasuk dalam limbah B3 [1], sedangkan pada proses adsorpsi oleh Mufrodi [3] didapatkan efisiensi degradasi zat warna yang rendah dibandingkan dengan metode yang sering digunakan pada saat ini yaitu fotokatalisis. Pada penelitian yang dilakukan oleh Safni [4] tentang fotokatalisis didapatkan efisiensi degradasi konsentrasi zat warna sebesar 65,20% dengan waktu degradasi 120 menit. Dari penelitian tersebut membuktikan bahwa fotokatalisis berhasil mengurangi konsentrasi limbah zat warna.

Fotokatalis menurut Arutanti [5] dapat didefinisikan sebagai proses degradasi suatu zat yang dibantu oleh adanya cahaya dan katalis. Fotokatalisis membutuhkan bahan semikonduktor yang menurut Palupi [6] berfungsi sebagai katalis yang diaktifkan dengan sinar UV untuk menguraikan senyawa organik. Ada berbagai macam semikonduktor yang digunakan dalam proses fotokatalis yaitu ZnS, TiO₂, ZnO, CdS dan Fe₂O₃. Namun, pada penelitian kali ini akan digunakan semikonduktor TiO₂. Hal ini dikarenakan TiO₂ memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi, mudah didapat, memiliki kestabilan

kimia yang baik pada saat penyinaran dengan UV serta memiliki ketahanan yang tinggi terhadap bahan kimia [7] selain itu TiO_2 memiliki *band gap* energi sebesar 3,2 eV [8]. Proses fotokatalisis dapat ditingkatkan dengan pengembangan pada suatu material pendukung, material pendukung yang digunakan yaitu zeolit. Menurut Jan [9] pengembangan zeolit dapat membantu meningkatkan laju fotoaktivitas TiO_2 secara signifikan. TiO_2 dalam zeolit dapat diamati dengan menggunakan instrument *X-Ray Diffraction* [10].

Pada proses fotokatalis semikonduktor TiO_2 yang disinari dengan UV dengan panjang gelombang 100–400 nm, menyebabkan elektron (e^-) tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi, meninggalkan *hole* (h^+) pada pita valensi. *Hole* (h^+) yang ditinggalkan oleh elektron tersebut berinteraksi dengan pelarut (air) membentuk radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) sedangkan elektron akan mengabsorpsi molekul O_2 dan H_2O menghasilkan $\text{O}_2\bullet$, $\bullet\text{OH}$, $\text{HO}_2\bullet$ yang dikenal sebagai spesies oksidator yang sangat kuat sehingga dapat menguraikan senyawa organik [11].

Dalam partikel semikonduktor, elektron tereksitasi memiliki *lifetime* 30 nS [12] untuk kembali ke pita valensi oleh karena itu diperlukan suatu senyawa untuk menghalangi terjadinya rekombinasi antara elektron tereksitasi dengan pita valensi. Pada penelitian oleh Pare [13] penambahan oksidator H_2O_2 dengan nilai potensial reduksi +1,78 eV [14] dapat meningkatkan laju degradasi. Hal ini dikarenakan H_2O_2 dapat menghambat rekombinasi elektron-*hole* dengan menangkap elektron yang tereksitasi dan membentuk radikal hidroksil sehingga akan membantu degradasi zat warna pada saat proses fotokatalisis. Kelemahan dari H_2O_2 yaitu mudah mengalami dekomposisi karena adanya sinar. Kelemahan H_2O_2 dapat diatasi dengan menggantikan dengan oksidator lain, salah satunya yaitu penambahan anion anorganik seperti yang dilakukan oleh Konstantinou [15].

Degradasi zat warna dengan proses fotokatalisis dapat dipengaruhi oleh beberapa hal yaitu adanya oksidator [13] serta keberadaan anion anorganik yaitu Cl^- , SO_4^{2-} , PO_4^{2-} , ClO_4^- , NO_3^- [15], selain itu fotodegradasi zat warna dipengaruhi pada lamanya waktu penyinaran [16] serta jumlah fotokatalis [17]. Berdasarkan hal tersebut diatas maka pada penelitian ini akan digunakan nitrat

sebagai oksidator untuk membantu proses degradasi *methyl orange*. Ion nitrat merupakan senyawa yang banyak ditemukan dalam air sungai akibat pencemaran air oleh limbah rumah tangga, industri pupuk, industri cat, dll. Nilai potensial reduksi yang dimiliki oleh nitrat yaitu +0,94 eV [14] menandakan bahwa nitrat merupakan oksidator. Hal ini didukung oleh penelitian yang dilakukan Poueretedal [18] yang menunjukkan adanya penambahan ion nitrat dapat meningkatkan efisiensi degradasi zat warna *Congo red*, sedangkan pada penelitian Hastuti [19] adanya ion nitrat dapat membantu proses degradasi zat warna *Remazol yellow* yang terkatalis ZnO.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang dapat dikemukakan pada penelitian kali ini yaitu :

1. Bagaimana Karakterisasi TiO_2 dalam zeolit dengan menggunakan alat XRD (X-Ray Diffraction)?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi nitrat (NO_3^-) terhadap konstanta laju degradasi *methyl orange* dengan fotokatalisis TiO_2 -zeolit?
3. Bagaimana pengaruh lama penyinaran serta jumlah fotokatalis terhadap degradasi *methyl orange* dengan fotokatalis TiO_2 -zeolit?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan pada rumusan masalah yang dikemukakan, penelitian ini memiliki batasan masalah sebagai berikut :

1. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam dengan aktivasi zeolit menggunakan larutan asam klorida 0,4 M.
2. Penambahan ion nitrat yang digunakan berasal dari garam nitrat NaNO_3 teknis.
3. Variasi konsentrasi nitrat yang digunakan yaitu 0,5; 1; 1,5 dan 2 M.
4. Variasi penambahan jumlah fotokatalis yang ditambahkan yaitu 12,5, 25, 50 dan 75 mg.
5. Variasi waktu lama penyinaran yaitu 20, 40, 60, 80 dan 100 menit.

6. Penentuan konsentrasi *methyl orange* hasil degradasi dengan menggunakan instrument UV-Visible.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu :

1. Mengetahui karakterisasi TiO_2 -zeolit dengan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD).
2. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi nitrat terhadap konstanta laju degradasi zat warna *methyl orange* dengan fotokatalis TiO_2 -zeolit.
3. Mengetahui pengaruh lama penyinaran serta variasi penambahan fotokatalis terhadap degradasi *methyl orange* dengan fotokatalis TiO_2 -zeolit.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat dalam memberikan informasi tentang permasalahan limbah zat warna dengan fotokatalis TiO_2 -zeolit yang dipengaruhi adanya ion nitrat dalam proses fotodegradasi *methyl orange*.

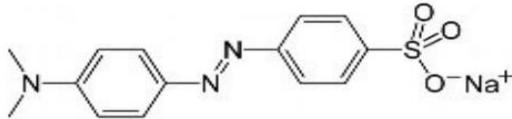
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zat Warna Azo

Zat warna azo yaitu zat warna yang banyak digunakan pada industri tekstil dan paling banyak terkandung dalam limbah tekstil dengan kandungan sebesar 60%-70%. Senyawa azo memiliki struktur umum $R-N=N-R'$ dengan R dan R' merupakan senyawa organik yang sama ataupun berbeda. Suatu zat warna digolongkan ke dalam senyawa azo karena mengandung gugus azo dengan struktur azo ($-N=N-$) [20]. Zat warna azo dibedakan menjadi dua yaitu zat warna anionik dan kationik. Zat warna anionik merupakan zat warna yang gugus pembentuk garamnya merupakan gugus asam sulfonat contohnya yaitu zat warna asam (*acid orange 7*). Zat warna kationik yaitu zat warna yang gugus pembentuk garamnya merupakan garam amonium contohnya yaitu (*Mellachite Green*). Zat warna azo memberikan dampak pencemaran pada lingkungan yang berpotensi menimbulkan racun karena sulit mengalami degradasi secara alami [1].

2.2 Methyl Orange

Methyl orange merupakan pewarna azo yang berbahaya karena bersifat toksik serta merupakan pewarna azo yang bersifat karsinogen [21]. *Methyl orange* berbentuk kristal atau serbuk berwarna kuning. *Methyl orange* memiliki sifat larut dalam air dan hampir tidak larut dalam alkohol. *Methyl orange* memiliki warna yang berbeda pada kondisi pH yang berbeda, pada kondisi pH asam $< 3,1$ *methyl orange* berwarna merah dan pada kondisi pH basa > 4 *methyl orange* berwarna kuning [22]. *Methyl orange* banyak digunakan dalam industri sebagai pewarna tekstil, selain itu juga digunakan pada laboratorium sebagai indikator pada proses titrasi asam basa dengan trayek pH yang dimiliki 3,1 – 4,4 [2]. Nilai pKa yang dimiliki oleh *methyl orange* yaitu 3,46 [23]. Dengan struktur yang dimiliki *methyl orange* yaitu ditunjukkan pada Gambar 2.1 [24].



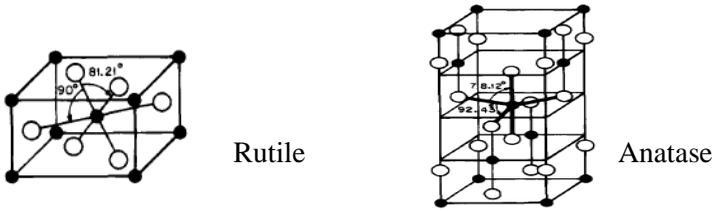
Gambar 2.1 Struktur *Methyl Orange*

2.3 Fotokatalisis

Fotokatalisis yaitu proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis [5]. Pada proses fotokatalisis biasa digunakan suatu fotokatalis yang merupakan bahan semikonduktor [25]. Semikonduktor adalah suatu bahan yang memiliki sifat di antara insulator dan konduktor. Semikonduktor memiliki nilai konduktivitas listrik (σ) 10^{-7} - $10^3 \text{ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$ dan energi celah sebesar 0,5-5,0eV sehingga memungkinkan elektron yang berada pada pita valensi semikonduktor tereksitasi pada pita induksi yang kosong [26]. Prinsip dari fotokatalisis yaitu adanya sinar UV yang mengenai permukaan semikonduktor akan menyebabkan elektron tereksitasi dan menyebabkan terbentuknya pasangan elektron-hole yang akan bereaksi dengan H_2O atau OH^- membentuk $\bullet\text{OH}$ Sedangkan di sisi lain elektron yang tereksitasi pada permukaan semikonduktor akan bereaksi dengan O_2 membentuk radikal $\text{O}_2^{\bullet-}$ [27]. Radikal yang dihasilkan akan mengoksidasi zat warna serta menguraikan zat berbahaya menjadi komponen yang tidak berbahaya misalnya karbon dioksida [28]. Semikonduktor yang biasa digunakan pada proses fotokatalisis yaitu TiO_2 , ZnS , ZnO , CdS , Fe_2O_3 [18].

2.4 Semikonduktor TiO_2 Sebagai Fotokatalis

Titanium dioksida (TiO_2) secara umum digunakan sebagai fotokatalis dalam proses fotodegradasi. Titanium dioksida (TiO_2) yang digunakan dibedakan menjadi 2 macam struktur kristal yaitu TiO_2 rutil dan TiO_2 anatase. Pada proses fotokatalisis kedua tipe dari titanium dioksida ini merupakan senyawa kimia aktif yang memberikan ketahanan kuat terhadap bahan kimia yang lain serta tidak mudah mengalami fotokorosi [29] perbedaan dari kedua jenis ini diketahui bahwa TiO_2 dengan struktur anatase menunjukkan aktivitas fotokatalis lebih tinggi. Dengan struktur yang dimiliki ditunjukkan pada Gambar 2.2 [12].



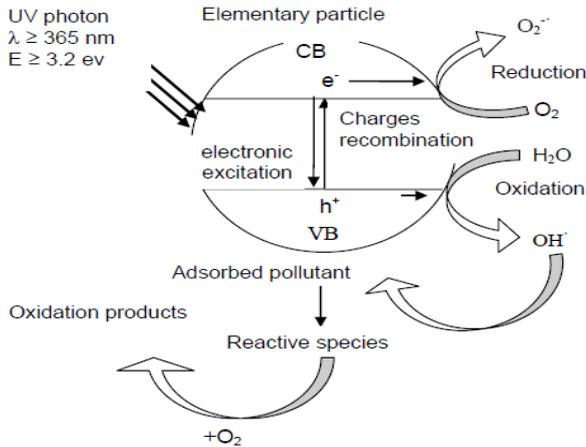
Gambar 2.2 Struktur TiO₂ Rutil dan Anatase

Berdasarkan struktur yang dimiliki struktur rutil dan anatase memiliki perbedaan yang ditampilkan pada Tabel 2.1 [12].

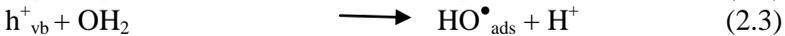
Tabel 2.1 Perbedaan Struktur Rutil dan Anatase

	Rutile	Anatase
$d_{\text{Ti-O}}^{\text{eg}}$	1,949 Å	1,934 Å
$d_{\text{Ti-O}}^{\text{AP}}$	1,980 Å	1,980 Å
Kisi Kristal	$a : 4,593 \text{ Å}$ $c : 2,959 \text{ Å}$	$a : 1,934 \text{ Å}$ $c : 1,980 \text{ Å}$
Eg	3,1 eV	3,3 eV
ρ (massa jenis)	4,250 g/cm ³	3,894 g/cm ³
ΔG_f^0	-212.6 kCal / mole	-211.4 kCal/mole

Reaksi yang terjadi pada permukaan semikonduktor TiO₂ yaitu diterangkan dalam Gambar 2.3 [30]. Adanya foton dengan energi $\geq 3,2 \text{ eV}$ yang menyinari permukaan TiO₂ akan menyebabkan elektron pada pita valensi mengalami eksitasi menuju ke pita konduksi semikonduktor sehingga akan terbentuk pasangan elektron-hole (h^+) yang bereaksi dengan H₂O membentuk radikal hidroksil sedangkan elektron yang tereksitasi pada pita konduksi (e^-_{cb}) akan bereaksi dengan O₂ menghasilkan radikal anion superoksida. Selanjutnya radikal yang dihasilkan akan mendegradasi zat warna azo menjadi senyawa organik yang tidak berbahaya. Pembentukan radikal ditunjukkan pada persamaan 2.1- 2.4 [30].



Gambar 2.3 Reaksi Pada Permukaan Semikonduktor



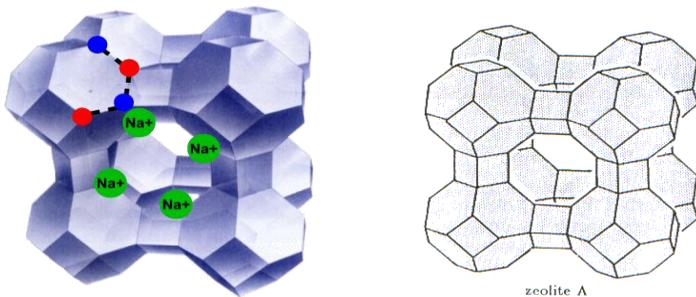
2.5 Zeolit

Zeolit merupakan mineral alam yang terdiri dari aluminosilikat alkali yang memiliki struktur kerangka tiga dimensi terbuka yang dibangun oleh tetrahedral-tetrahedral SiO_4^{4-} dan AlO_4^{3-} dengan atom O sebagai penghubung antara atom Si dan atom Al membentuk rongga-rongga intrakristalin dan saluran-saluran yang teratur [31]. Aktivasi merupakan suatu proses untuk menaikkan kapasitas adsorpsi suatu adsorben sehingga diperoleh sifat yang dibutuhkan. Aktivasi yang dilakukan dapat berupa aktivasi asam ataupun aktivasi basa. Pada proses aktivasi asam bahan yang umum digunakan yaitu asam sulfat dan asam klorida, sedangkan untuk aktivasi basa digunakan NaOH. Proses aktivasi ini memiliki fungsi untuk meningkatkan luas permukaan serta menghilangkan senyawa pengotor. Zeolit memiliki rumus kimia sebagai berikut [23]:



Keterangan: M : Kation (biasanya Na, K, Mg, atau Ca)
 n : Valensi kation
 x, y : Jumlah total tetrahedral per unit sel.
 W : Jumlah molekul air per unit sel.

Zeolit yang pada umumnya terdapat di alam Indonesia merupakan zeolit jenis klinoptilolit dan mordenit. Kedua jenis ini merupakan jenis zeolit dengan kandungan Si yang tinggi serta tidak mengalami dekomposisi pada pH asam (sekitar pH 2) [31]. Zeolit memiliki struktur berpori sehingga dapat digunakan sebagai adsorben dan penyaring molekul. Kristal zeolit yang telah terhidrasi akan mempunyai efektivitas adsorpsi yang lebih tinggi. Zeolit memiliki bentuk halus dan lunak dengan densitas yang dimiliki 2,0-2,3 g/cm³. Struktur yang dimiliki zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.4 [32].



Gambar 2.4 Struktur Zeolit.

2.6 Pengembangan TiO₂ Dalam Zeolit

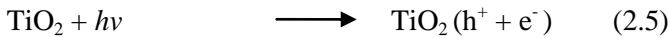
Pengembangan fotokatalis pada permukaan adsorben dapat membantu proses penyaringan dan memberikan hasil terbaik pada proses penghilangan *pollutant* senyawa organik. Salah satunya yaitu pengembangan fotokatalis TiO₂ kedalam material pendukung zeolit. Ada beberapa bahan pendukung untuk pengembangan TiO₂, namun yang dirasa paling cocok yaitu zeolit. Hal ini dikarenakan zeolit memiliki keunikan pori dengan ukuran yang sama [33]. Zeolit memiliki beberapa sifat khusus seperti luas permukaan yang besar,

memiliki sifat hidrofobik dan hidrofilik, stabil terhadap suhu tinggi, dan ramah lingkungan [34].

Pengembangan TiO₂ ke dalam adsorben zeolit dilakukan dengan cara preparasi TiO₂-zeolit. Preparasi dilakukan dengan cara mencampurkan serbuk Ti menggunakan perbandingan 10 mmol Ti per gram zeolit [35].

2.7 Degradasi Methyl Orange

Proses degradasi senyawa azo diawali dengan adanya pembentukan radikal akibat adanya reaksi antara air dengan permukaan semikonduktor yang dikenai sinar UV. Reaksi pembentukan radikal yang mungkin terjadi ditunjukkan pada persamaan reaksi 2.5 - 2.10 [36].



Berdasarkan literatur, diperkirakan mekanisme degradasi terhadap senyawa azo methyl orange ditunjukkan pada Gambar 2.5 [37].

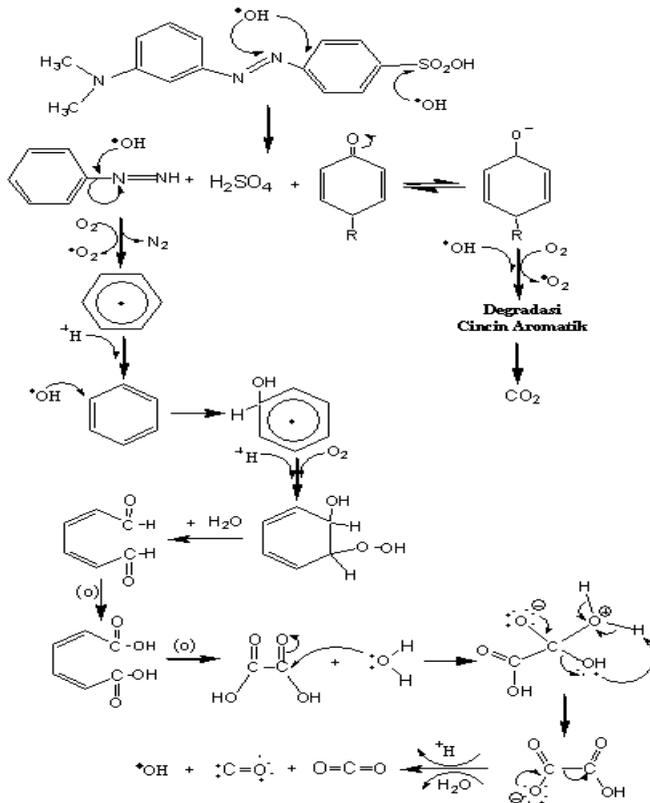
Berdasarkan Gambar 2.5 radikal hidroksil merupakan radikal utama yang melakukan tahap inisiasi degradasi pada gugus utama senyawa azo sehingga akan menghasilkan senyawa organik yang tidak berbahaya.

2.8 Ion Nitrat

Anion anorganik pada fotodegradasi zat warna dapat bertindak sebagai *scavenger* elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-) dan *scavenger hole* pada pita valensi (h_{vb}^+). Kedua *scavenger* ini memiliki fungsi untuk menghambat terjadinya *recombination* antara

elektron pada pita konduksi dengan *hole* pada pita valensi. Beberapa anion anorganik yang digunakan yaitu $S_2O_8^{2-}$, Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} .

Ion nitrat merupakan ion anorganik yang banyak ditemukan dalam air sungai akibat pencemaran limbah rumah tangga maupun limbah industri. Ion nitrat memiliki nilai potensial reduksi sebesar +0,94 [14]. Pada proses fotodegradasi, adanya ion nitrat dapat menurunkan absorbansi zat warna azo *remazol yellow* [19] dengan reaksi pembentukan radikal oleh ion nitrat yang mungkin terjadi pada proses fotokatalisis dipaparkan pada persamaan reaksi 2.11[17].



Gambar 2.5 Penguraian Zat Warna Azo *Methyl Orange*

2.9 Penentuan Konstanta Laju Degradasi.

Pada penelitian yang dilakukan oleh Rashed [39] diperoleh konstanta laju kinetika orde satu untuk degradasi *methyl orange* sebesar $0,057 \text{ min}^{-1}$ dengan R^2 yang diperoleh mendekati satu yaitu 0,992. Hal ini didukung pula oleh Faghihian [33] yang memperoleh nilai konstanta laju untuk degradasi *methylen blue* sebesar $13.10^{-3} \text{ min}^{-1}$ dengan nilai R^2 yang diperoleh yaitu 0,942. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada umumnya, laju reaksi pada reaksi fotokatalis mengikuti model kinetik orde 1 yaitu dengan persamaan 2.12 [39].

$$\ln \frac{C_0}{C_t} = K_{\text{app}} \cdot t. \quad (2.12)$$

Keterangan : K_{app} = konstanta laju reaksi orde satu yang diperoleh berdasarkan reaksi fotokatalisis.

2.10 Spektrofotometer UV-Visible

Prinsip dari alat spektrofotometer UV-Visible yaitu mengukur intensitas cahaya dari suatu sampel (I) dan membandingkan intensitas cahaya sesudah melewati sample. Dengan hukum yang mengikuti prinsip kerja alat ini yaitu hukum lambeert beer. Dengan persamaan 2.13 [25]:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot C \quad (2.13)$$

Keterangan :
A = Absorbansi
b = tebal kuvet (cm)
 ϵ = absorptivitas molar ($\text{M}^{-1}\text{cm}^{-1}$)
C = Konsentrasi larutan (M)

2.11 Karakterisasi TiO_2 -Zeolit dengan XRD

Karakterisasi zeolit dengan menggunakan instrument XRD biasanya menggunakan *powder-XRD*. *Powder-XRD* berfungsi untuk menentukan struktur kristal dari suatu kristalin. Identifikasi menggunakan XRD akan didapatkan data berupa jarak interplanar d (nm), intensitas relatif (I/I_0), indeks Miller hkl, dan parameter unit sel (a, b, c, α , β dan γ) [31].

Pola XRD merupakan plot interaksi sinar terdifraksi (I) dengan 2θ dimana θ adalah sudut difraksi yang mengikuti hukum Bragg. Persamaan hukum Bragg ditunjukkan pada persamaan 2.14 [31].

$$n\lambda = 2 d \sin\theta \quad (2.14)$$

Keterangan : d = jarak interplanar
 λ = panjang gelombang sinar x

BAB III METODOLOGI

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya. Waktu pelaksanaan bulan Oktober hingga Desember.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat-Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain mortar porselin, ayakan 120 dan 150 mesh, oven, neraca digital, shaker, pH meter, pengaduk magnet, peralatan gelas, tanur, kertas saring, alumunium foil, instrumen UV-Vis, instrumen XRD. Lampu UV-Vis merk sankyo 10 watt λ 352 nm, kotak reaktor fotokatalisis berukuran 49,7 x 47,2 x 40,7 cm.

3.2.2 Bahan-Bahan Penelitian

Zeolit alam, aquades, HCl (0,4M, bj = 1,19 g/mL), AgNO₃ (p.a), NaNO₃ (teknis), TiO₂ (p.a), etanol 99%, NaOH (p.a), *methyl orange* (p.a).

3.3 Tahapan Penelitian

Beberapa tahapan yang akan dilakukan dalam penelitian ini yaitu sebagai berikut :

1. Preparasi zeolit alam dengan aktivasi asam
2. Impregnasi TiO₂ dengan zeolit hasil preparasi.
3. Penentuan panjang gelombang maksimum *methyl orange*
4. Pembuatan kurva baku *methyl orange*
5. Uji fotokatalisis
 - a. Uji pendahuluan fotodegradasi *methyl orange*.
 - b. Uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis TiO₂-zeolit dengan variasi konsentrasi NO₃⁻.

- c. Uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan variasi penambahan jumlah TiO₂-zeolit.
6. Karakterisasi TiO₂-zeolit dengan menggunakan instrument XRD.
7. Analisis data.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Zeolit Alam dengan Asam

Batuan zeolit dalam bentuk bongkahan ditimbang sebanyak 100 gram kemudian dihaluskan dengan menggunakan mortar porselin dan diayak dengan menggunakan ayakan ukuran 120 mesh, padatan zeolit yang lolos diayak kembali dengan menggunakan ayakan ukuran 150 mesh. Padatan zeolit yang tertahan pada ayakan ukuran 150 mesh digunakan untuk penelitian selanjutnya dengan perkiraan ukuran zeolit antara 120-150 mesh. Zeolit hasil penyaringan dicuci dengan menggunakan aquades dan dilakukan penyaringan dengan kertas saring. Endapan hasil penyaringan dikeringkan dalam oven pada temperatur 110 °C selama 2 jam. Zeolit selanjutnya ditimbang hingga berat konstan. Zeolit yang telah dipreparasi diambil sebanyak 6 gram dan direndam dalam larutan HCl 0,4 M sebanyak 75 mL dalam Erlenmeyer 100 mL dan ditutup dengan menggunakan alumunium foil. Campuran dikocok dengan *shaker* 100 rpm selama 4 jam. Zeolit kemudian disaring dan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan ion Cl⁻. Filtrat diuji bebas ion Cl⁻ dengan ditambahkan AgNO₃ 0,1M pada filtrat hingga tidak terbentuk endapan putih AgCl. Setelah itu endapan dikeringkan dalam oven pada temperature 110°C selama 2 jam dan kemudian ditimbang hingga diperoleh berat konstan.

3.4.2 Impregnasi Fotokatalis TiO₂.

Sintesis fotokatalis TiO₂-zeolit dengan keadaan optimum yaitu dengan mencampurkan 1 gram zeolit dengan 1,2 gram (15 mmol TiO₂/g) zeolit [40]. Pada penelitian ini, digunakan zeolit sebanyak 4 gram sehingga dibutuhkan 4,8 gram TiO₂. Zeolit yang telah dipreparasi (hasil 3.4.1) ditimbang sebanyak 4 gram dan dicampurkan dengan 4,8 gram TiO₂ kemudian ditambahkan dengan

4 mL etanol 99% dan diaduk dengan menggunakan *stirrer* selama 5 jam. TiO₂-zeolit yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 5 jam. Endapan kering yang didapat digerus sampai halus dan diayak dengan ayakan berukuran 200 mesh setelah itu dikalsinasi pada temperature 400-500 °C selama 5 jam. Hasil yang didapatkan kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan siap digunakan.

3.4.3 Penentuan Kurva Baku *Methyl Orange*.

Larutan *methyl orange* dengan konsentrasi 6 mg/L pada pH 6 diambil secukupnya dan dimasukkan ke dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan UV-Visible pada panjang gelombang 400-500 nm.

Larutan *methyl orange* dibuat dengan bermacam-macam konsentrasi yaitu 2 , 4, 6, 8, 10, 12 mg/L. Masing-masing larutan *methyl orange* dengan berbagai variasi diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Larutan *methyl orange* kemudian dibuat kurva baku dengan hubungan antara konsentrasi *methyl orange* sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y.

3.4.4 Uji Fotodegradasi

3.4.4.1 Uji Pendahuluan.

Larutan *methyl orange* 15 mg/L pada pH 2 diambil sebanyak 25 mL dan disiapkan dalam 6 *beaker glass* 50 mL. Pada gelas kedua ditambahkan TiO₂ sebanyak 50 mg. Pada gelas ketiga dan kelima ditambahkan TiO₂-zeolit sebanyak 50 mg, pada gelas ke empat dan keenam ditambahkan TiO₂-zeolit sebanyak 50 mg dan larutan NaNO₃ 2 M sebanyak 5 mL. Larutan 1 sampai larutan 4 disinari dengan sinar UV dalam reaktor fotokatalisis selama 60 menit, sedangkan gelas kelima dan keenam diberikan perlakuan tanpa penyinaran dengan diletakkan dalam ruang gelap selama 60 menit. Larutan *methyl orange* hasil degradasi dipisahkan dari fotokatalis dengan didekantasi, kemudian filtrat yang diperoleh diukur pH nya kemudian di ambil sebanyak 2 mL dan ditambah aquades 5 mL, pH larutan diatur hingga pH sesuai dengan pH larutan standar yaitu pH 6. Kemudian larutan dituang ke dalam labu ukur 10 mL, diencerkan

dengan larutan pH 6 hingga tanda batas. Selanjutnya diukur nilai absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang maksimum. Persentase degradasi *methyl orange* ditentukan dengan menggunakan persamaan 3.4.6.1. Perlakuan diatas dilakukan secara duplo.

3.4.4.2 Variasi Konsentrasi Penambahan NO_3^-

Larutan *methyl orange* 15 mg/L pada pH 2 dipipet masing-masing sebanyak 25 mL ke dalam lima beaker glass 50 mL yang telah disediakan, kemudian masing-masing gelas ditambahkan fotokatalis TiO_2 -zeolit sebanyak 50 mg dan larutan NO_3^- 2 M sebanyak 5 mL. Selanjutnya kelima larutan tersebut disinari dengan variasi waktu penyinaran gelas pertama 20 menit, gelas kedua 40 menit, gelas ketiga 60 menit, gelas keempat 80 menit dan gelas kelima 100 menit. Kemudian larutan *methyl orange* hasil degradasi dipisahkan dari fotokatalis dengan didekantasi, kemudian filtrat yang diperoleh diukur pH nya kemudian di ambil sebanyak 2 mL dan ditambah aquades 5 mL, pH larutan diatur hingga pH sesuai dengan pH larutan standar yaitu pH 6. Kemudian larutan dituang ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan larutan pH 6 hingga tanda batas. Selanjutnya diukur nilai absorbansinya dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Persentase degradasi *methyl orange* ditentukan dengan menggunakan persamaan 3.4.6.1. Prosedur diatas dilakukan sebanyak dua kali pengulangan. Selanjutnya dilakukan hal yang sama sesuai prosedur diatas dengan variasi konsentrasi NO_3^- 0 ; 0,5; 1 dan 1,5 M.

3.4.4.3 Variasi Jumlah Fotokatalis TiO_2 -zeolit.

Larutan *methyl orange* 15 mg/L pada pH 2 dipipet masing-masing sebanyak 25 mL ke dalam 4 *beaker glass* 50 mL yang telah disediakan. Pada gelas pertama ditambahkan TiO_2 -zeolit sebanyak 25 mg, pada gelas kedua ditambahkan TiO_2 -zeolit sebanyak 50 mg, pada gelas ketiga ditambahkan TiO_2 -zeolit sebanyak 75 mg, pada gelas keempat ditambahkan TiO_2 -zeolit sebanyak 12,5 mg. Selanjutnya keempat gelas tersebut ditambahkan masing-masing larutan NaNO_3 dengan konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL dan

kemudian disinari selama 100 menit. Larutan *methyl orange* hasil degradasi dipisahkan dari fotokatalis dengan didekantasi, kemudian filtrat yang diperoleh diukur pH nya, kemudian diambil sebanyak 2 mL dan ditambah aquades 5 mL, pH larutan diatur hingga pH sesuai dengan pH larutan standar yaitu pH 6. Kemudian larutan dituang ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan larutan pH 6 hingga tanda batas. Selanjutnya diukur nilai absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang maksimum. Persentase degradasi *methyl orange* ditentukan dengan menggunakan persamaan 3.4.6.1. prosedur diatas dilakukan secara duplo.

3.4.5 Karakterisasi TiO₂-zeolit

Sejumlah katalis TiO₂-zeolit dianalisis struktur kristalnya dengan menggunakan *instrumen* XRD. Mula-mula sampel diletakkan pada tempat sampel kemudian di masukkan ke dalam alat XRD, selanjutnya diatur range sudut θ yang diinginkan dan ditunggu hingga pengujian selesai. Hasil dari pengujian didapatkan nilai d yang kemudian dibandingkan dengan nilai d dari senyawa yang ada pada standar JCPDS yang dibutuhkan.

3.4.6 Analisis Data

3.4.6.1 Penentuan Presentase Degradasi *Methyl Orange*.

Persentase degradasi zat warna *methyl orange* dapat dihitung berdasarkan persamaan berikut :

$$\% \text{ degradasi} = \frac{C_o - C_t}{C_o} \times 100\% \quad (3.4.6.1)$$

keterangan:

C_o = konsentrasi *methyl orange* sebelum degradasi (awal)

C_t = konsentrasi *methyl orange* setelah degradasi (akhir)

3.4.6.2 Penentuan konstanta laju reaksi fotodegradasi

Penentuan konstanta laju reaksi fotodegradasi dapat ditentukan dengan persamaan 3.4.6.2

$$\ln\left(\frac{C_0}{C_t}\right) = k \quad (3.4.6.2)$$

Keterangan

C_0 : konsentrasi *methyl orange* sebelum penyinaran

C_t : konsentrasi *methyl orange* setelah penyinaran

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Zeolit Alam Dengan Asam

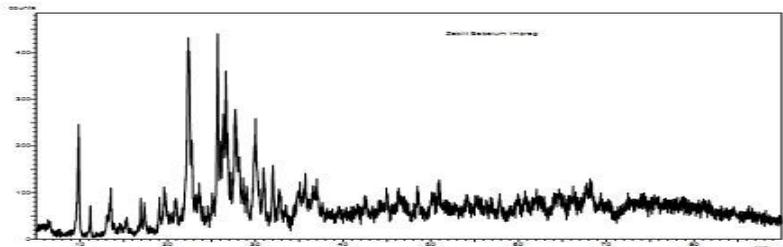
Preparasi zeolit alam dengan asam dilakukan dengan cara 100 g zeolit alam turen dihaluskan dengan menggunakan mortar agar diperoleh zeolit dalam ukuran kecil. Kemudian diayak dengan ayakan ukuran 120 mesh, padatan zeolit yang lolos dilakukan pengayakan kembali dengan menggunakan ayakan ukuran 150 mesh, hal ini bertujuan agar didapatkan keseragaman ukuran zeolit. Selanjutnya zeolit 120-150 mesh dicuci dengan menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang larut dalam air. Zeolit kemudian dikeringkan dalam oven 110°C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air dalam endapan dan diperoleh endapan kering sebesar 21,10 g. Zeolit yang telah dicuci selanjutnya diaktivasi dengan menggunakan HCl 0,4 M, hal ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor anorganik [40] serta terjadi pertukaran kation Na^+ , K^+ dan Ca^+ dengan H^+ [31] sehingga dapat memaksimalkan ukuran pori zeolit [42]. Penghilangan Cl^- dari zeolit teraktivasi asam dicuci dengan aquades hingga bebas ion Cl^- . Pengujian bebas Cl^- pada zeolit dilakukan dengan pengujian Cl^- filtrat hasil pencucian dengan menggunakan AgNO_3 . Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh zeolit teraktivasi sebanyak 20,55 g.

4.2 Impregnasi TiO_2 -zeolit

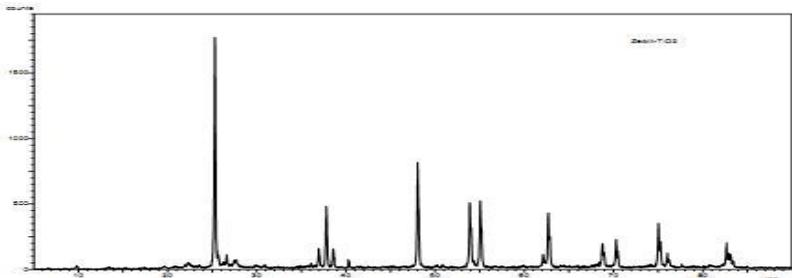
Setelah proses preparasi, selanjutnya dilakukan proses impregnasi TiO_2 ke dalam pengemban zeolit. Fungsi pengembanan fotokatalis dalam zeolit menurut Faghihian [33] yaitu untuk membantu meningkatkan hasil degradasi pada proses penghilangan pollutant senyawa organik. Sedangkan menurut Slamet [36] fungsi pengembanan fotokatalis dalam zeolit yaitu untuk mendapatkan kinerja yang sinergis antara proses adsorpsi dan proses fotokatalisis dalam mendegradasi polutan organik. Fotokatalis TiO_2 sangat baik digunakan karena memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi [7] serta memiliki *band gap* energi sebesar 3,2 eV [8] adanya *band gap* yang

cukup tinggi menunjukkan TiO_2 memiliki batas minimum dalam menyerap foton sehingga terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Pengembangan TiO_2 dalam zeolit dilakukan dengan mencampurkan 4 g zeolit dan 4,8 g TiO_2 , kemudian ditambahkan dengan 4 mL etanol 99% yang berfungsi untuk membantu proses pengembangan kemudian diaduk selama 5 jam dan dikeringkan dalam oven $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam. Endapan kering yang didapat digerus diayak 200 mesh hal ini berfungsi agar didapatkan ukuran yang seragam. TiO_2 -zeolit kemudian dikalsinasi pada temperatur $400\text{-}500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam yang berfungsi untuk melekatkan TiO_2 ke dalam struktur kerangka zeolit.

Analisa TiO_2 -zeolit dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD yang bertujuan untuk mengetahui keberadaan TiO_2 dalam zeolit dengan membandingkan difraktogram zeolit sebelum impregnasi dan zeolit setelah impregnasi yang ditunjukkan oleh Gambar 4.1 dan Gambar 4.2. Identifikasi jenis zeolit dan TiO_2 yang digunakan ditunjukkan dalam Tabel 4.1.



Gambar 4.1 Difraktogram Zeolit Teraktivasi



Gambar 4.2 Difraktogram TiO_2 -zeolit

Berdasarkan Tabel 4.1 diketahui bahwa zeolit yang digunakan pada penelitian ini memiliki struktur klipnotilolit dan mordenit berdasarkan dengan JCPDS (Joint Committe for Powder Difrraction Standard) 47-1870 untuk standard klipnotilolit dan JCPDS 29-1257 untuk standard mordenit. Dengan puncak intensitas tipe mordenit pada 2θ yaitu 22,334; 25,693; 26,058; 27,703 sedangkan klipnotilolit yaitu 9,857; 11,197; 17,346; 28,121.

Tabel 4.1 Perbandingan sudut 2θ Zeolit Teraktivasi dan TiO_2 -zeolit dengan Standard Klipnotilolit, Mordenit, dan Anatase.

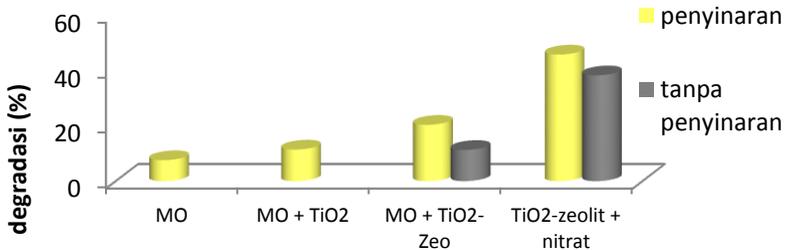
No	Sudut difraksi 2θ		Standard nilai sudut difraksi 2θ		
	Zeolit Teraktivasi	TiO_2 -Zeolit	Klipnotilolite (47-1870)	Mordenite (29-1257)	Anatase (21-1272)
1	-	-		9.754	
2	9.857	9.811	9.872		
3	11.197	-	11.171		
4	17.346	17.265	17.345		
5	22.334	22.304		22.205	
6	25.693	25.309		25.207	
7	-	25.309			25.281
8	26.058	-	26.058		
9	-	-		26.266	
10	27.703	-		27.68	
11	28.121	-	28.176		
12	-	37.793			37.8
13	-	48.032			48.049
14	-	53.881			53.89
15	-	55.052			55.06

Karakterisasi TiO_2 -zeolit bertujuan untuk mengetahui adanya TiO_2 yang terbentuk dalam kerangka zeolit. Adanya TiO_2 dapat diketahui berdasarkan Tabel 4.1 yang menunjukkan adanya puncak-puncak milik TiO_2 dengan struktur anatase berdasarkan JCPDS 21-1272 sebagai standard TiO_2 -Anatase, dengan puncak-puncak pada 2θ yaitu 25,309; 37,793; 48,032; 53,881; 55,052 dengan nilai *d-spacing* berturut-turut 3,516; 2,378; 1,893; 1,888; 1,700;

1,696; 1,667. Pada karakterisasi TiO₂-zeolit masih didapatkan puncak-puncak milik mineral alam klipnotilolit dan mordenit.

4.3 Uji Fotokatalisis

4.3.1 uji pendahuluan fotodegradasi *methyl orange*.



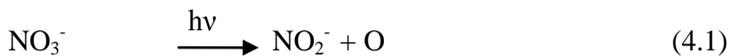
Gambar 4.3 Degradasi Larutan *Methyl Orange* 15 mg/L Pada Berbagai Perlakuan Awal.

Pada penelitian ini dilakukan beberapa variasi perlakuan yaitu proses degradasi larutan *methyl orange* tanpa penambahan apapun dan disinari, dengan penambahan TiO₂ dan disinari, dengan penambahan TiO₂-zeolit disinari UV dan tanpa penyinaran, dengan penambahan TiO₂-zeolit dan ion nitrat 2 M disinari UV dan tanpa penyinaran. Fotodegradasi larutan MO tanpa penambahan apapun dan disinari diperoleh hasil degradasi sebesar 8 %, hal ini menunjukkan zat warna MO dapat mengalami degradasi dengan adanya sinar UV (352 nm, E = 340,13 kJ/mol), dapat memutus satu ikatan gugus azo N=N pada senyawa *methyl orange* dengan energi ikatan yang dimiliki N-N yaitu 193 kJ/mol. Fotodegradasi dengan penambahan TiO₂ dan disinari, diperoleh degradasi lebih besar dibandingkan fotodegradasi tanpa penambahan apapun yaitu sebesar 11 %. Hal ini menunjukkan bahwa adanya sinar UV yang mengenai permukaan TiO₂ akan menghasilkan [•]OH yang dapat membantu degradasi zat warna sesuai dengan reaksi 2.1- 2.4.

Fotodegradasi larutan MO dengan penambahan TiO₂-zeolit dengan penyinaran, diperoleh degradasi yang lebih besar dibandingkan fotodegradasi dengan fotokatalis tanpa pengembunan

yaitu sebesar 20%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan pengembunan dalam zeolit, aktivitas dari fotokatalis akan meningkat karena dengan pengembunan akan memperluas permukaan fotokatalis, dan juga penyebaran TiO₂ yang merata pada permukaan pengembunan. Selain itu peningkatan dimungkinkan juga karena adanya proses adsorpsi zat warna pada permukaan fotokatalis TiO₂-zeolit sehingga akan membantu mempercepat degradasi zat warna *methyl orange*. Sedangkan penambahan TiO₂-zeolit pada larutan *methyl orange* tanpa penyinaran diperoleh degradasi yang menurun dibandingkan dengan penyinaran. Hal ini dimungkinkan karena tidak adanya sinar UV menyebabkan proses pembentukan •OH pada permukaan fotokatalis TiO₂ sesuai reaksi 2.1- 2.4 tidak terjadi, sehingga degradasi yang diperoleh disebabkan oleh proses adsorpsi zat warna oleh zeolit sebagai pengembunan TiO₂.

Fotodegradasi larutan MO dengan penambahan TiO₂-zeolit dan nitrat dengan penyinaran, diperoleh peningkatan degradasi. Hal ini menunjukkan bahwa adanya nitrat dapat membantu meningkatkan degradasi zat warna, hal ini dikarenakan terbentuknya •OH dari adanya nitrat yang bereaksi dengan cahaya sehingga akan meningkatkan jumlah •OH dalam larutan. Dengan reaksi yang ditunjukkan pada persamaan 4.1-4.4 [43]



Sedangkan tanpa adanya penyinaran diperoleh peningkatan degradasi yang lebih besar dibandingkan dengan penambahan fotokatalis saja tanpa penyinaran. Adanya peningkatan degradasi menunjukkan bahwa nitrat merupakan oksidator dengan nilai potensial reduksi +0,94 eV [14] sehingga dapat mendegradasi zat warna. Hasil degradasi variasi perlakuan ditunjukkan dalam Gambar 4.3.

Berdasarkan Gambar L.E.1-L.E.11 spektrum UV sebelum dan sesudah degradasi diperoleh perbedaan puncak spektrum. Sebelum

degradasi puncak methyl orange muncul pada panjang gelombang 465 nm. Degradasi larutan *methyl orange* selama 1-5 jam menunjukkan terdapat dua puncak dengan puncak baru pada 301,5-302 nm dan 422,5-455 nm. Serapan ini merupakan serapan intermediet yang terbentuk dari proses degradasi fotokatalitik. Dengan intermediete yang terbentuk pada panjang gelombang 301,5 hingga 302 nm menunjukkan adanya cincin aromatis yang tersubstitusi (287 nm-372 nm) [26], sedangkan serapan pada daerah 422,5 nm-455 nm menunjukkan masih adanya serapan suatu gugus azo dari senyawa *methyl orange* dengan nilai panjang gelombang maksimum yaitu 464 nm. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi pergeseran panjang gelombang yang menandakan struktur *methyl orange* tidak lagi utuh.

4.3.2 Pengaruh variasi konsentrasi NO_3^- terhadap konstanta laju degradasi.

Pengaruh konsentrasi ion NO_3^- terhadap konstanta laju degradasi MO dipelajari dengan melakukan variasi terhadap konsentrasi NO_3^- yang ditambahkan. Larutan *methyl orange* 15 mg/L sebanyak 25 mL ditambahkan 50 mg TiO_2 -zeolit dan larutan NO_3^- dengan konsentrasi 0 ; 0,5 ; 1 ; 1,5 ; 2 M. Lama penyinaran yang dilakukan yaitu 20, 40, 60, 80 dan 100 menit. Konsentrasi sisa *methyl orange* diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang (λ) 464 nm.

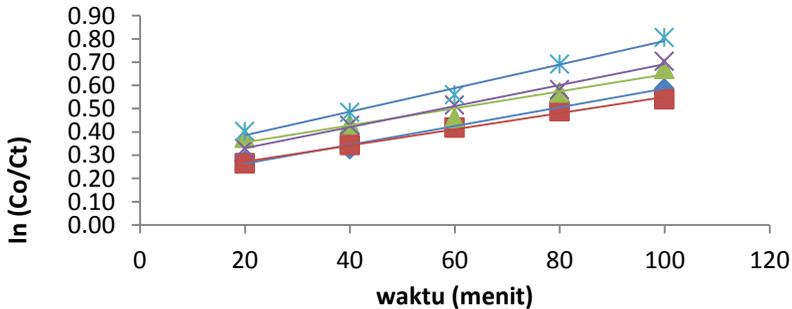
Berdasarkan hasil penelitian yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 diperoleh kurva hubungan antara waktu terhadap $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ sehingga dapat ditentukan nilai konstanta laju (k) melalui slope kurva yang diperoleh. Penentuan konstanta laju degradasi zat warna menggunakan persamaan laju orde satu. Reaktan yang terlibat dalam reaksi fotokimia adalah senyawa *methyl orange* dan $\cdot\text{OH}$. Konsentrasi $\cdot\text{OH}$ dalam larutan diasumsikan tetap meskipun terjadi penambahan fotokatalis dan nitrat berlebih, sehingga digunakan persamaan konstanta laju orde reaksi sesuai persamaan 2.2. Berdasarkan Tabel 4.2 ditunjukkan bahwa orde reaksi satu merupakan orde reaksi yang tepat untuk degradasi zat warna. Hal ini dibuktikan dengan diperolehnya nilai regresi linier yang mendekati 1

pada berbagai variasi konsentrasi NO_3^- yang ditambahkan. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Moghaddam [38] dan Ping-Feng [43] dalam degradasi *methylene blue*.

Berdasarkan Gambar 4.5 diketahui adanya nitrat pada konsentrasi rendah menyebabkan penurunan konstanta laju degradasi *methyl orange* dan meningkat pada konsentrasi tinggi. Hal ini dikarenakan adanya NO_3^- dalam konsentrasi rendah 0,5 dan 1 M akan menyebabkan proses pembentukan $\cdot\text{OH}$ terganggu. Adanya NO_3^- pada larutan akan mengalami adsorpsi pada fotokatalis TiO_2 -zeolit dan bereaksi dengan *hole* (h_{vb}^+) pada permukaan TiO_2 (reaksi 2.1) menghasilkan $\text{NO}_3\cdot$ (reaksi 2.11). Selain itu adanya NO_3^- dalam larutan dapat bereaksi dengan $\cdot\text{OH}$ menghasilkan $\text{NO}_3\cdot$. sesuai dengan reaksi pada persamaan 4.5. Namun $\text{NO}_3\cdot$ memiliki nilai potensial reduksi yang lebih rendah dibandingkan $\cdot\text{OH}$ sehingga kecepatan reaksi menjadi menurun.



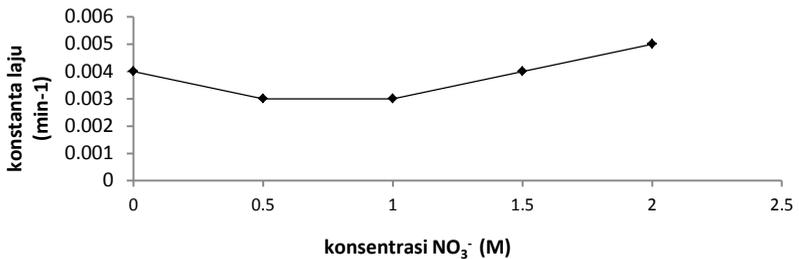
Adanya NO_3^- pada konsentrasi tinggi 1,5 dan 2 M akan menyebabkan sebagian nitrat tidak teradsorpsi bereaksi dengan cahaya dan air menghasilkan radikal hidroksil (reaksi 4.1–4.3) dan radikal nitrit yang dihasilkan akan bereaksi dengan air menghasilkan sumber nitrat (reaksi 4.4) yang akan mengalami reaksi 4.1-4.3 kembali, sehingga dapat mempercepat laju reaksi dan meningkatkan degradasi *methyl orange*.



Gambar 4.4. Kurva Hubungan Antara Waktu Terhadap $\ln(Co/Ct)$ Pada Berbagai Variasi Konsentrasi Nitrat.

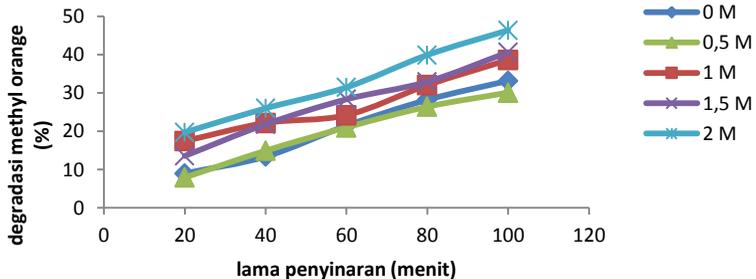
Tabel 4.2 Keterangan Simbol Pada Gambar 4.3, Persamaan Regresi Serta Nilai R^2 Berbagai Konsentrasi NO_3^- .

Simbol	Keterangan	Persamaan regresi	R^2
◆	Nitrat konsentrasi 0 M	$y = 0,004x + 0,183$	0,991
■	Nitrat konsentrasi 0,5 M	$y = 0,003x + 0,203$	0,990
▲	Nitrat konsentrasi 1 M	$y = 0,003x + 0,282$	0,951
X	Nitrat konsentrasi 1,5 M	$y = 0,004x + 0,293$	0,992
*	Nitrat konsentrasi 2 M	$y = 0,005x + 0,283$	0,987



Gambar 4.5. Kurva Hubungan Antara Variasi Konsentrasi Nitrat (M) dengan Konstanta Laju (min^{-1}).

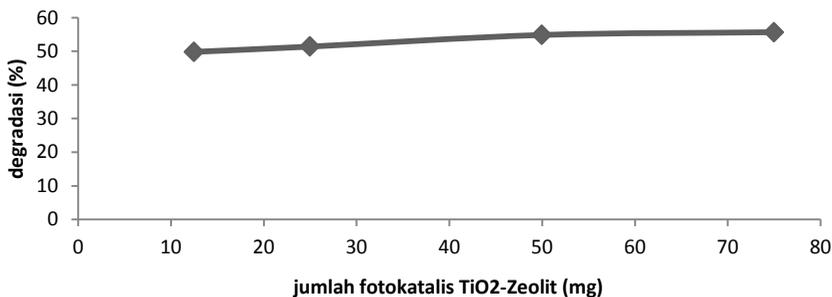
4.3.3 Pengaruh lama penyinaran terhadap degradasi.



Gambar 4.6 Kurva hubungan Antara Lama Penyinaran (menit) Terhadap Degradasi *Methyl Orange* (%) Pada 25 mL *Methyl Orange* 15 mg/L dan NO_3^- Pada Berbagai Variasi Konsentrasi.

Pengaruh lama penyinaran terhadap degradasi *methyl orange* dipelajari dengan dilakukan penyinaran selama 20, 40, 60, 80, 100 menit. Berdasarkan hasil penelitian yang ditunjukkan pada Gambar 4.6 diperoleh hasil bahwa semakin lama penyinaran dapat meningkatkan persen degradasi *methyl orange*. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu penyinaran maka akan meningkatkan waktu kontak antara sinar UV dengan nitrat ataupun antara sinar UV dengan fotokatalis TiO_2 sehingga akan dihasilkan $\cdot\text{OH}$ dan $\text{NO}_2\cdot$ yang lebih banyak sebagai sumber radikal dalam degradasi *methyl orange* sesuai dengan reaksi 4.1-4.4. Namun degradasi yang dihasilkan tidak cukup besar dengan degradasi tertinggi yang didapatkan yaitu 49 % pada penambahan NO_3^- 2 M dan waktu penyinaran 100 menit. hal ini dikarenakan adanya nitrat yang bereaksi dengan *hole* ($h_{\nu b}^+$) dan OH radikal yang dihasilkan pada permukaan fotokatalis sesuai dengan reaksi 2.1 dan 2.13. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Zilfa [17] yang menyatakan semakin lama waktu penyinaran maka hasil degradasi senyawa permetrin yang diperoleh semakin tinggi.

4.3.4 Pengaruh penambahan jumlah fotokatalis TiO_2 -zeolit.



Gambar 4.7. Kurva Hubungan Antara Jumlah Fotokatalis Dengan Degradasi *Methyl Orange*.

Pengaruh penambahan jumlah fotokatalis dipelajari dengan melakukan fotodegradasi 25 mL larutan *methyl orange* 15 mg/L pH 2 dengan penambahan 5 mL NO_3^- 2 M dan fotokatalis sebanyak 12,5; 25; 50; 75 mg. Kemudian disinari selama 100 menit.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh hasil (Gambar 4.7) bahwa penambahan jumlah fotokatalis mengalami peningkatan, namun tidak signifikan. Hal ini dikarenakan semakin banyaknya fotokatalis yang ditambahkan akan terjadi persaingan antara TiO_2 -zeolit dengan nitrat. NO_3^- yang teradsorpsi akan bereaksi dengan h^+_{vb} dan $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan pada permukaan TiO_2 sesuai dengan reaksi 2.1 dan reaksi 2.11. Sedangkan NO_3^- yang tidak teradsorpsi akan membentuk radikal hidroksil sesuai dengan reaksi 4.1-4.4, sehingga penambahan fotokatalis sampai 75 mg diperoleh degradasi yang semakin meningkat namun tidak signifikan. Degradasi tertinggi yang diperoleh yaitu 56%. Hal ini didukung oleh Zilfa [17] yang menyatakan penambahan jumlah fotokatalis 50 mg akan meningkatkan degradasi, namun penambahan fotokatalis yang lebih besar akan diperoleh degradasi yang tetap.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini kesimpulan yang dapat diambil yaitu :

1. Karakterisasi katalis TiO₂-zeolit dengan XRD menunjukkan adanya TiO₂ yang teremban pada zeolit dengan struktur anatase, sedangkan karakterisasi Zeolit teraktivasi menunjukkan tipe zeolit klipnotilolit dan mordenit.
2. Adanya NO₃⁻ dalam konsentrasi 0,5 dan 1 M dapat menurunkan konstanta laju menjadi 0,003 min⁻¹ sedangkan dalam konsentrasi 1,5 dan 2 M terjadi peningkatan konstanta laju hingga 0,005min⁻¹ dibandingkan penambahan nitrat 0 M dengan konstanta laju 0,004 min⁻¹.
3. Semakin lama penyinaran dapat meningkatkan degradasi *methyl orange* pada berbagai variasi konsentrasi nitrat, dengan nilai degradasi tertinggi diperoleh pada nitrat 2 M dan lama penyinaran 100 menit yaitu 46%. Sedangkan Penambahan jumlah fotokatalis akan meningkatkan degradasi namun tidak signifikan, dengan degradasi tertinggi yang diperoleh yaitu 56% pada penambahan 75 mg TiO₂-zeolit.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya diperlukan waktu penyinaran yang lebih lama dari 100 menit untuk mengetahui hasil degradasi dengan adanya ion nitrat dan penelitian lebih lanjut mengenai variasi ion nitrat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Manurung R., Hasibuan R., dan Irvan, 2004, **Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob Dan Aerob**, *e-USU Repository*, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- [2] Dharmayanti Y., Wijaya K., dan Tahir I., 2005, **Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fe₂O₃-Montmorilonit Dan Sinar Ultraviolet**, *Proseding Seminar Nasional DIES ke50 FMIPA UGM*, Yogyakarta.
- [3] Mufrodi Z., Widiastuti N., dan Kardika C. R., 2008, **Adsorpsi Zat Warna Tekstil Dengan Menggunakan Abu Terbang (Fly Ash) Untuk Variasi Massa Adsorben dan Suhu Operasi**, *laporan penelitian*, Universitas Ahmad Dahlan, Yogyakarta.
- [4] Safni., Maizatisna., Zulfarman., dan Sakai T., 2007, **Degradasi Zat Warna Naphtol Blue Black Secara Sonolisis Dan Fotolisis Dengan Penambahan TiO₂-Anatase**, *J. Ris. Kim*, Vol.1, No.1.
- [5] Arutanti O., Abdullah M., Khairurrijal., dan Mahfudz H., 2009, **Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium dioksida (TiO₂)**, *Jurnal Nanosains dan Teknologi*, ISSN 1979-0880
- [6] Palupi E., 2006, **Degradasi Methylene Blue dengan Metoda Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂**, *Skripsi*, FMIPA, IPB.
- [7] Ljubas D., Curkovic L., dan Dobrovic, S., 2010, **Photocatalytic Degradation Of An Azo Dye By UV Irradiation at 254 and 365 nm**, *Transactions Of Famera XXXIV-1*, ISSN 1333-1124
- [8] Schmidt M., 2007, **Thermochemical treatment of TiO₂ nanoparticles for photocatalytic applications**, *Theses*, College of Engineering, University of South Florida

- [9] Jan Y.H., Lin L.Y., Karthik M., dan Bai H., 2009, **Titanium Dioxide/Zeolite Catalytic Adsorbent For The Removal Of NO and Acetone Vapors**, *J. air & waste manage. Assoc.*, Vol. 59, pp:1186-1193
- [10] Fatimah I., dkk., 2006, **Titanium Oxide Dispersed On Natural Zeolite (TiO₂-Zeolite) And Its Application For Congo Red Photodegradation**, *Indo.J.Chem.*, Vol.6,No.1, pp: 38-42.
- [11] Mehta P., Mehta R., Surana M., dan Kabra B.V., 2011, **Influence Of Operational Parameters On Degradation Of Commercial Textile Azo Dye Acid Blue 113 (Cyane SR) by Advanced Oxidation Technology**, *J. Curr. Chem. Pharm. Sc.*, Vol.1, No. 1, pp: 28-36.
- [12] Linsebigler A. L., Lu G., dan Yates J. T., 1995, **Photocatalysis on TiO₂ Surfaces:Principles, Mechanism, and Selected Result**, *Chem. Rev.*, vol.95, No.3, pp: 735-758.
- [13] Pare B., Singh P., dan Jonhalagadda S. B., 2008, **Visible Light Induceed Heterogeneous Advanced Oxidation Process to Degrade Pararosanilin Dye in Aqueous Suspension of ZnO**, *Indian Journal of Chemistry*, vol. 47, pp: 830-835.
- [14] Skoog D. A., West D. M., dan Holler F. J., 2004, **Fundamentals Of Analytical Chemistry**, Eight edition, Brook Cole, Canada.
- [15] Konstantinou I. K., dan Albanis T. A., 2003, **TiO₂-Assisted Photocatalytic Degradation of Azo dyes in Aqueous Solution : Kinetic and Mechanistic Investigations A Review**, *Applied Catalysis B*, Vol.49, pp: 1-14.
- [16] Widihati I. A. G., Diantarinani N. P., dan Nikmah Y. F., 2011, **Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al₂O₃**, *Jurnal Kimia*, vol.5, No.1, pp: 31-42

- [17] Zilfa, Suyani H., Safni., dan Jamarun N., 2010, **Degradasi Senyawa Permetrin Dengan Menggunakan Zeolit Alam Terpilir TiO_2 -Anatase Secara Sonolisis**, *Ecolab*, Vol.5, No. 1, pp:1-44.
- [18] Pouretedal H. R., dan Hosseini M., 2009, **Bleaching Kinetic and Mechanism Study of Congo Red Catalyzed by ZrO_2 Nanoparticles Prepared by using a Simple Precipitation Method**, *Acta chim.slov*, vol.57, 415-423.
- [19] Hastuti S., dan Suryanti V., 2003, **Pengaruh ion Nitrat dan Ion Nitrit Terhadap Fotodegradasi Zat Warna Terkatalis ZnO** , *Alchemy*, vol.2, No.2, pp: 59-62.
- [20] Christina P. M., Mu'nisatun M., dan Saptajaaji R., 2007, **Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350 keV/10 mA**, *JFN*, vol.1. No.1, pp: 1978-8783.
- [21] Ghanem K. M., Fassi F. A. A., dan Biag A. K., 2012, **Optimization of Methyl Orange Decolorization by mono and Mixed Bacterial Culture Techniques Using Statistical Design**, *AJMR*, vol.6, No.3, pp: 575-585.
- [22] Anonimous¹, 2012, **Material Safety Data Sheet Methyl Orange**.
http://www.google.co.id/url?sa=t&rct=j&q=material%20safety%20data%20sheet%20methyl%20orange%20sc-206030&source=web&cd=2&cad=rja&ved=0CCcQFjAB&url=http%3A%2F%2Fdatasheets.scbt.com%2Fsc-206030.pdf&ei=5NhaUPXuGIEzrAemqoGICw&usg=AFQjCNGjW_G3NdgtIWPpAUQvM3X_hij9vg, diakses tanggal 25 juni 2012, 10:30
- [23] Fanzuri M., 2011, **Pengaruh pH awal Methyl Orange Terhadap Degradasi Methyl Orange dengan Fotokatalis Fe_2O_3 -Zeolit**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

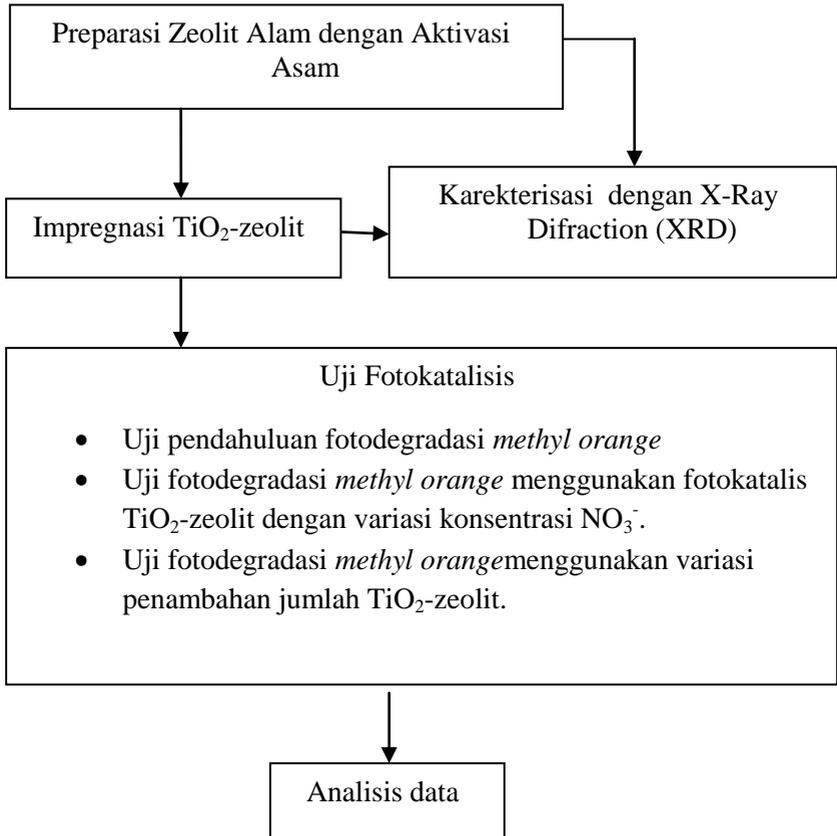
- [24] Vinoth M., dkk., 2010, **Removal of Methyl Orange From Solutions Using Yam Leaf Fibers**, *ChemTech*, Vol.2, No.4, pp: 1892-1900.
- [25] Fatimah I., dan Wijaya K., 2005, **Sintesis TiO₂/ Zeolit Sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi**, *TEKNOIN*, Vol. 10, No. 4, pp: 257-267
- [26] Gunadi N., 2008, **Degradasi Fotokatalitik Zat Warna Remazol Red RB 133 Dalam Sistem TiO₂ Suspensi**, *Skripsi*, FMIPA, UI, Depok.
- [27] Barka N., Qourzal S., Assabane A., Nounah A., dan Ichou Y. A., 2007, **Factors Influencing the Photocatalytic Degradation Of Rhodamine B by TiO₂-Coated non-Woven Paper**. *Journal of photochemistry and photobiology A : chemsitry*, Vol. 195, pp: 346-351
- [28] Sumartono A., dan Andayani W., 2006, **The Use of TiO₂-Zeolit As a Catalyst On The Degradation Process Of Erionil Red Dye**, *Indo. J. Chem*, Vol.7, No.1, pp: 141-146
- [29] Sobczynski A, dan Dobosz A., 2001, **Water Purification by Photocatalysis on Semiconductors**, *Polish Journal of Environmental studies*, Vol. 10, No.4, pp: 195-205.
- [30] Laoufi N. A, Tassalit D., dan Bentahar F., 2008, **The Degradation of Phenol In Water Solution By TiO₂ Photocatalysis In A Helical Reactor**, *Global Nest*, Vol.10, No.3, pp: 404-418.
- [31] Jon H., 2001, **Karakterisasi Zeolit Alami Termodifikasi Asam**, *Skripsi*, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- [32] Rini D. K., dan Lingga F. A., 2010, **Optimasi Aktivasi Zeolit Alam Untuk Dehumifikasi**, skripsi, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro, Semarang

- [33] Faghihian H., dan Bahranifard A., 2011, **Application of TiO₂-Zeolite as Photocatalyst for Photodegradation of Some Organic Pollutant**, *Iranian journal of catalysis*, Vol.1, pp: 45-50
- [34] Delshade E. G., Yangjeh A. H., dan Moghaddam M. K., 2011, **Hydrothermal low-Temperature Preparation and Characterization of ZnO Nanoparticles Supported on Natural Zeolite as a Highly Efficient Photocatalyst**, *Monatsh Chem*, vol. 142, pp: 119-129
- [35] Wijaya K., dkk., 2006, **Utilisasi TiO₂-Zeolit Dan Sinar UV Untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red**, *TEKNOIN*, vol.11, No.3, pp: 199-209
- [36] Slamet, Ellyanna M., dan Bismo, S., 2008, **Modifikasi Zeolit Lampung Dengan Fotokatalis TiO₂ Melalui Metode Sol Gel Dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol**, *Jurnal Teknologi*, 59-68, ISSN 0215-1685
- [37] Prakasa, A. B., 2012, **Studi Pengaruh Variasi Konsentrasi Hidrogen Peroksida Terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis Bentonit-TiO₂**, *Skripsi*, Departemen kimia Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [38] Moghaddam, M. B., dan Yangjeh, A.H., 2010, **Effect of Operational Parameters on Photodegradation of Methylene Blue on ZnS Nanoparticles Prepared in Presence of an Ionic Liquid as a Highly Efficient Photocatalyst**, *J. Iran. Chem. Soc*, vol. 8, pp: 169-175
- [39] Rashed M. N., dan El-Amin A. A., 2007, **Photocatalytic Degradation Of Methyl Orange In Aqueous TiO₂ Under Different Solar Irradiation Sources**, *IJPS*, Vol.2, No.3, pp. 073-081
- [40] Agustin B. D., 2011, **Degradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang

- [41] Lestari D.W., 2010, **Kajian Modifikasi Dan Karakterisasi Zeolit Alam Dari Berbagai Negara**, *Prosiding seminar nasional kimia dan pendidikan kimia*, Yogyakarta
- [42] Affandi F., dan Hadisi H., 2011, **Pengaruh Metode Aktivasi Zeolit Alam Sebagai Bahan Penurun Temperatur Campuran Beraspal Hangat (The Activation Method Influence Of Natural Zeolit On Decreasing Temperature Of Warm-Mix Asphalt)**, *laporan penelitian pusat litbang jalan dan jembatan*, Bandung.
- [43] Ping feng F., Zhuo Z., Peng P., dan Xue-Gang D., 2008, **Photodegradation of Methylene Blue in a Batch Fixed Bed Photoreactor Using Activated Carbon Fibers Supported TiO₂ Photocatalyst**, *Journal of Process engineering*, Vol. 8, No.1
- [44] Zhang W., An T., Cui M., Sheng G., dan Fu J., 2005, **Effect of Anions On The Photocatalytic and Photoelectrocatalytic Degradation of Reactive Dye in a Packed-bed Reactor**, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, vol.80, pp: 223-229

LAMPIRAN

LAMPIRAN A. DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar L.A.1 Diagram alir penelitian

LAMPIRAN B. PERHITUNGAN DAN PEMBUATAN LARUTAN

B.1 Preparasi Larutan Induk Methyl Orange 50 mg/L

Dalam pembuatan larutan zat warna *methyl orange* 50mg/L sebanyak 1000 mL dibutuhkan padatan zat warna *methyl orange* sebanyak 50 mg kemudian dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades secukupnya, dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.2 Pembuatan Larutan Standar *Methyl Orange* 2; 4; 6; 8; 10 dan 12 ppm.

Pembuatan larutan standar *methyl orange* dalam berbagai konsentrasi dilakukan dengan pengenceran larutan induk *methyl orange* 50 ppm.

Tabel L.B.2 Perhitungan pengenceran Larutan MO 50 mg/L

V_1 (mL)	C_1 (mg/L)	V_2 (mL)	C_2 (mg/L)
1	50	25	2
2	50	25	4
3	50	25	6
4	50	25	8
5	50	25	10
6	50	25	12

B.3 Pembuatan 500 mL Larutan pH 6

Sebanyak 500 mL akuades dituang ke dalam gelas kimia 1000 mL selanjutnya diukur pH akuades dengan menggunakan pH-meter dan ditambahkan Asam atau basa hingga pH larutan menjadi 6.

B.4 Pembuatan Larutan *Methyl Orange* 15 mg/L pH 2

Larutan induk *methyl orange* 50 mg/L dipipet sebanyak 300 mL kedalam beaker glass 600 mL selanjutnya diukur pH larutan *Methyl Orange* dengan pH meter dan selanjutnya diatur pH larutan hingga mencapai pH 2. Selanjutnya larutan *methyl orange*

dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditandabatkan dengan larutan aquades pH 2 kemudian dikocok hingga homogen.

B. 5 HCl 0,4 M 250 mL

Perhitungan Molaritas Larutan HCl pekat 37%

Massa jenis HCl pekat = 1,1900 g/mL

Kadar HCl pekat = 37 %

Mr HCl = 36,461 g/mol

Konsentrasi HCl pekat adalah:

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

Larutan HCl 0,4 M dibuat dari pengenceran HCl pekat 37%

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

$$12,0759 \text{ M} \times V_1 = 0,4 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,28 \text{ mL}$$

B.6 Perhitungan Massa AgNO₃ 0,1 M

$$\text{Mol AgNO}_3 = [\text{AgNO}_3] \times \text{Volume}$$

$$= 0,1 \text{ M} \times 0,05 \text{ L}$$

$$= 0,005 \text{ mol}$$

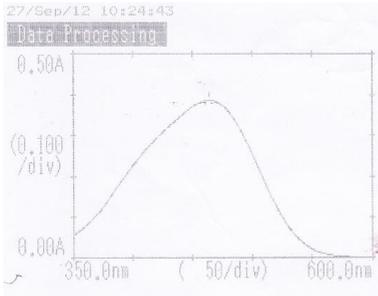
$$\text{Massa AgNO}_3 = \text{mol} \times \text{Mr AgNO}_3$$

$$= 0,005 \text{ mol} \times 169,91 \text{ g/mol}$$

$$= 0,849 \text{ g}$$

LAMPIRAN C. PENENTUAN PERSEN METHYL ORANGE TERDEGRADASI.

Lampiran Penentuan panjang gelombang maksimum

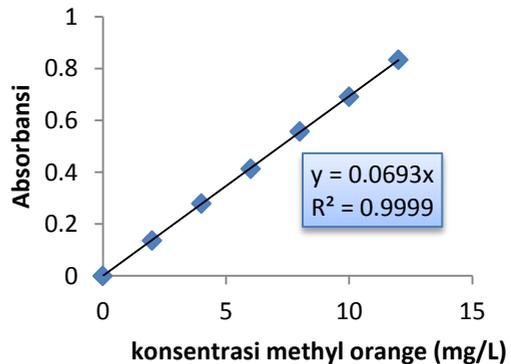


Peak detection	
Abcis.	ABS
464.0	0.387

C.1 Pembuatan Kurva Baku dan Penentuan Persamaan regresi serta koefisien korelasi kurva baku *methyl orange*.

Tabel L.C.2 Data absorbansi Larutan methyl orange Standar (pH 6)

Konsentrasi (mg/L)	absorbansi
0	0
2	0,136
4	0,2797
6	0,4137
8	0,5568
10	0,6907
12	0,8334



C.2 Penentuan Persen Methyl Orange Terdegradasi

Persamaan kurva baku *methyl orange* : $y=0,069x$

Keterangan : x = Konsentrasi

y = Absorbansi

Sehingga :

$$\begin{aligned}\text{konsentrasi MO akhir} &= \frac{y}{0,069} \times fp(\text{faktor pengenceran}) \\ &= \frac{0,0926}{0,069} \times 5 \\ &= 6,71 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi MO terdegradasi} &= [\text{MO}] \text{ awal} - [\text{MO}] \text{ akhir} \\ &= 15 \text{ mg/L} - 6,71 \text{ mg/L} \\ &= 8,294 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Presentase Methyl Orange terdegradasi} &= \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \\ &= \frac{15 - 8,294}{15} \times 100\% \\ &= 55 \%\end{aligned}$$

LAMPIRAN D. DATA PENGUKURAN PERSEN METHYL ORANGE TERDEGRADASI

D.1 Perhitungan konsentrasi NO_3^- dalam larutan.

Tabel L.D.1 Konversi konsentrasi larutan NaNO_3^- dalam sistem larutan methyl orange.

$[\text{NaNO}_3^-]$ (M)	BM NaNO_3^-	Volume NaNO_3^-	Volume MO	Volume Total	NaNO_3 (M)
0	85	5	25	30	0
0,5	85	5	25	30	0,08
1	85	5	25	30	0,16
1,5	85	5	25	30	0,25
2	85	5	25	30	0,33

D.2 Pengaruh Lama Penyinaran Terhadap Degradasi Methyl Orange Dengan Fotokatalis Tio_2 -Zeolit.

Tabel L.D.2 Penentuan persen degradasi *methyl orange* dengan penambahan nitrat 0 M pada berbagai waktu penyinaran

Waktu (menit)	C_0	Absorbansi	C_t	Degradasi (%)
20	15	0,1570	11,3768	24
40	15	0,1495	10,8297	28
60	15	0,1356	9,8225	35
80	15	0,1239	8,9783	40
100	15	0,1153	8,3551	44

Tabel L.D.3 Penentuan persen degradasi *methyl orange* dengan penambahan nitrat 0,5 M pada berbagai waktu penyinaran.

Waktu (menit)	C_0	Absorbansi	C_t	Degradasi (%)
20	15	0,1589	11,5109	23
40	15	0,1468	10,6377	29
60	15	0,1363	9,8768	34
80	15	0,1270	9,2029	39
100	15	0,1207	8,7418	41

Tabel L.D.4 Penentuan persen degradasi *methyl orange* dengan penambahan nitrat 1 M pada berbagai waktu penyinaran

Waktu (menit)	Co	Absorbansi	Ct	Degradasi (%)
20	15	0,1415	10,3225	31
40	15	0,1343	9,7319	35
60	15	0,1308	9,4783	37
80	15	0,1173	8,4964	43
100	15	0,1059	7,6739	49

Tabel L.D.5 Penentuan persen degradasi *methyl orange* dengan penambahan nitrat 1,5 M pada berbagai waktu penyinaran

Waktu (menit)	Co	Absorbansi	Ct	Degradasi (%)
20	15	0,1492	10,8080	28
40	15	0,1349	9,7754	35
60	15	0,1237	8,9601	40
80	15	0,1158	8,3877	44
100	15	0,1025	7,4139	51

Tabel L.D.6 Penentuan persen degradasi *methyl orange* dengan penambahan nitrat 2 M pada berbagai waktu penyinaran

Waktu (menit)	Co	Absorbansi	Ct	Degradasi (%)
20	15	0,1385	10,0362	33
40	15	0,1277	9,2536	38
60	15	0,1183	8,5688	43
80	15	0,1037	7,5145	50
100	15	0,0926	6,7065	55

D.3 Pengaruh Berbagai Konsentrasi Nitrat Terhadap Konstanta Laju.

Tabel L.D.7 Penentuan nilai $\ln (C_0/C_t)$ konsentrasi penambahan nitrat berturut-turut dari atas ke bawah: 0; 0,5; 1 dan 1,5 M.

Waktu	C_0	C_t	$\ln (C_0/C_t)$
20	15	11,3768	0,27647
40	15	10,8297	0,32576
60	15	10	0,41338
80	15	8,9783	0,51324
100	15	8,3551	0,58518

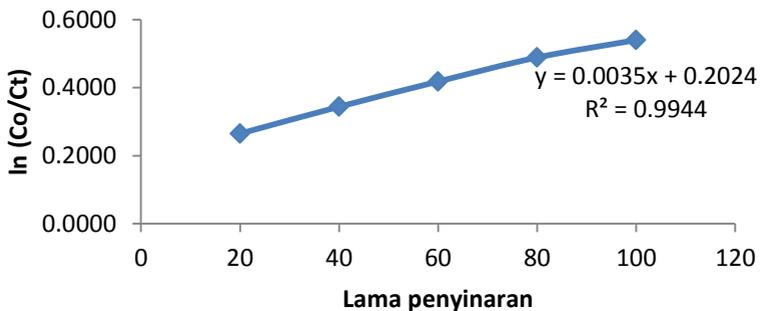
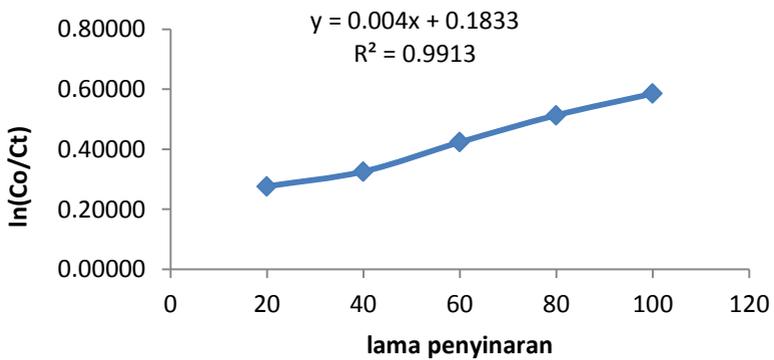
waktu	C_0	C_t	$\ln (C_0/C_t)$
20	15	11,5109	0,2648
40	15	10,6377	0,3436
60	15	9,8768	0,4179
80	15	9,2029	0,4885
100	15	8,7418	0,5398

waktu	C_0	C_t	$\ln (C_0/C_t)$
20	15	10,3225	0,3737
40	15	9,7319	0,4326
60	15	9,4783	0,4590
80	15	8,4964	0,5684
100	15	7,6739	0,6702

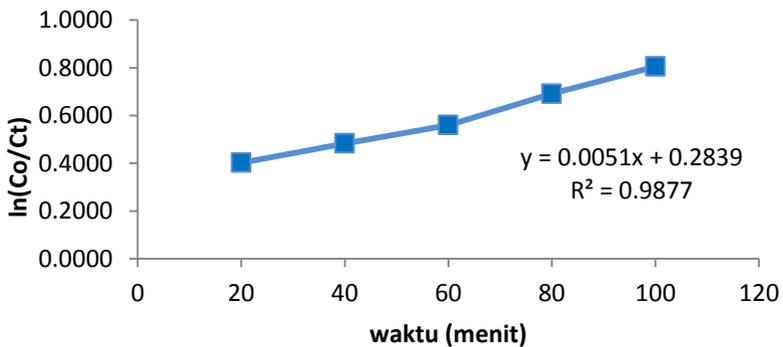
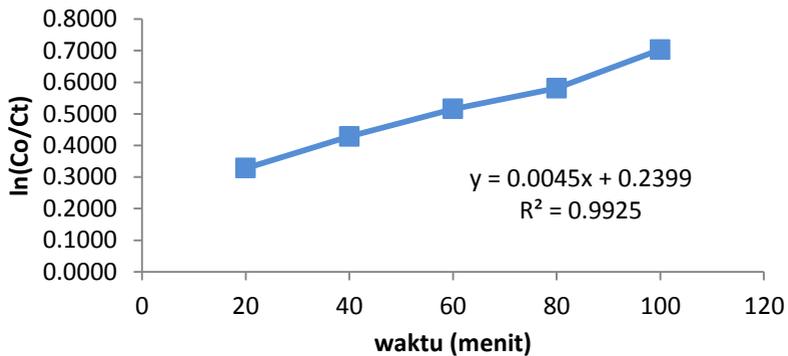
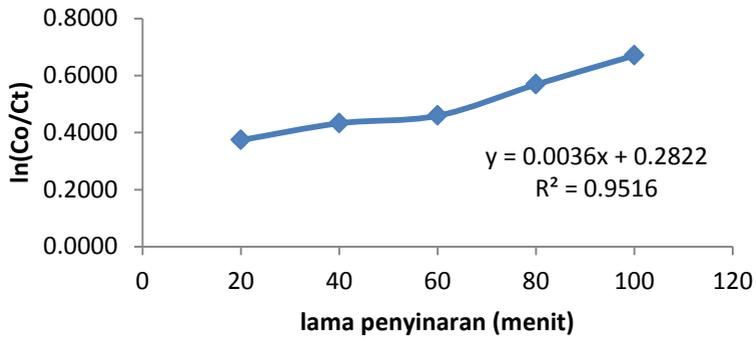
Waktu	C_0	C_t	$\ln (C_0/C_t)$
20	15	10,8080	0,3278
40	15	9,7754	0,4182
60	15	8,9601	0,5153
80	15	8,3877	0,5813
100	15	7,4139	0,7033

Tabel L.D.8 Penentuan nilai Ln (Co/Ct) konsentrasi penambahan nitrat 2 M.

Waktu	Co	Ct	ln (Co/Ct)
20	15	0,1385	0,4018
40	15	0,1277	0,4830
60	15	0,1183	0,5599
80	15	0,1037	0,6912
100	15	0,0926	0,8050



Gambar L.D.1 Grafik kurva hubungan waktu penyinaran terhadap $\ln(Co/Ct)$. Berbagai konsentrasi NO_3^- , bagian atas: 0 M , bagian bawah: 0,5 M.



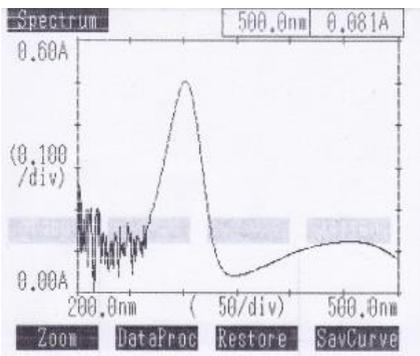
Gambar L.D.2 Grafik kurva hubungan waktu penyinaran terhadap $\ln(Co/Ct)$. Berbagai konsentrasi NO_3^- , bagian atas: 1 M, bagian tengah: 1,5 M, bagian bawah: 2 M.

D.4 Pengaruh Berbagai Jumlah Fotokatalis Terhadap Degradasi.

Tabel L.D.9 Penentuan degradasi *methyl orange* pada penambahan berbagai jumlah fotokatalis

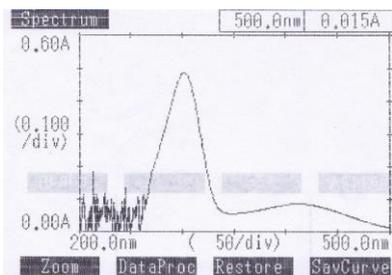
jumlah fotokatalis (mg)	Co	Absorbansi	Ct	Degradasi (%)
12,5	15	0,1039	7,5290	50
25	15	0,1007	7,2935	51
50	15	0,0935	6,7754	55
75	15	0,0918	6,6522	56

LAMPIRAN E. GAMBAR SPEKTRA HASIL DEGRADASI METHYL ORANGE SELAMA 1 HINGGA 5 JAM



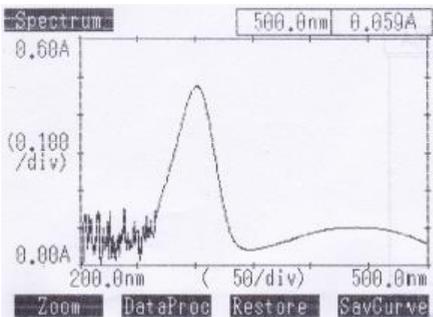
Peak detection	
Abscis.	ABS
455.0	0.124
301.5	0.504

Gambar L.E.1 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 1 jam dengan $[NO_3^-]$ 2 M.



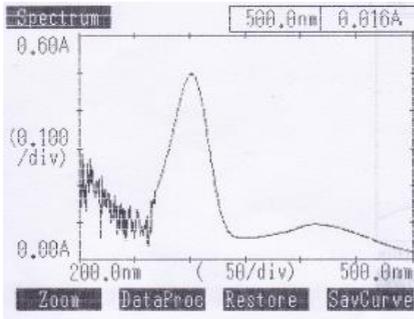
Peak detection	
Abscis.	ABS
412.0	0.087
302.0	0.486

Gambar L.E.2 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 1 jam dibiarkan semalam dengan $[NO_3^-]$ 2 M..



Peak detection	
Abscis.	ABS
441.0	0.102
302.0	0.478

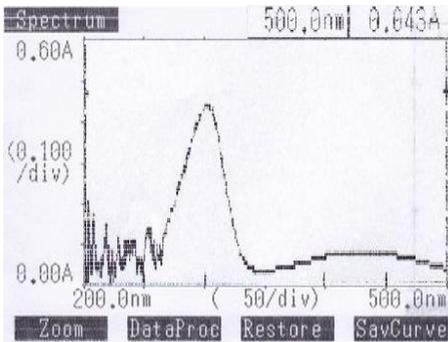
Gambar L.E.3 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 2 jam dengan dengan $[NO_3^-]$ 2 M.



Peak detection	
Abscis.	ABS
413.5	0.096
302.0	0.498

Graph

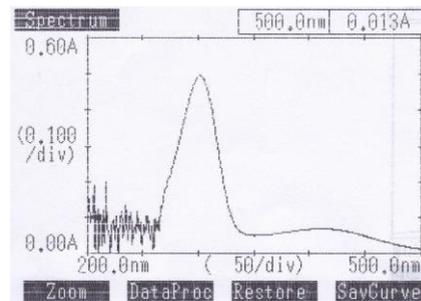
Gambar L.E.4 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 2 jam dibiarkan semalam dengan $[\text{NO}_3^-]$ 2 M.



Peak detection	
Abscis.	ABS
427.5	0.089
302.0	0.469

Graph

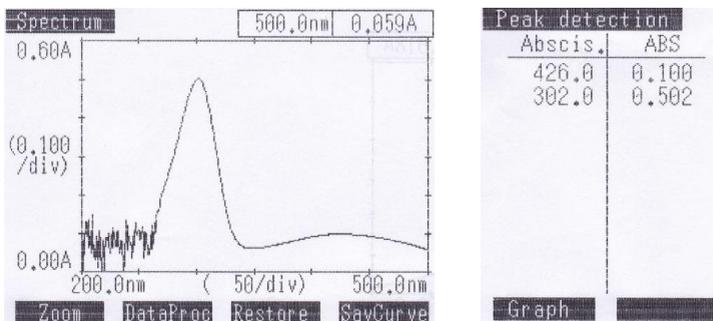
Gambar L.E.5 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 3 jam dengan dengan $[\text{NO}_3^-]$ 2 M.



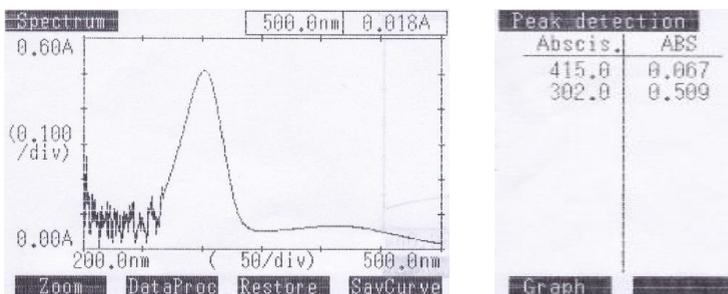
Peak detection	
Abscis.	ABS
411.0	0.070
302.0	0.495

Graph

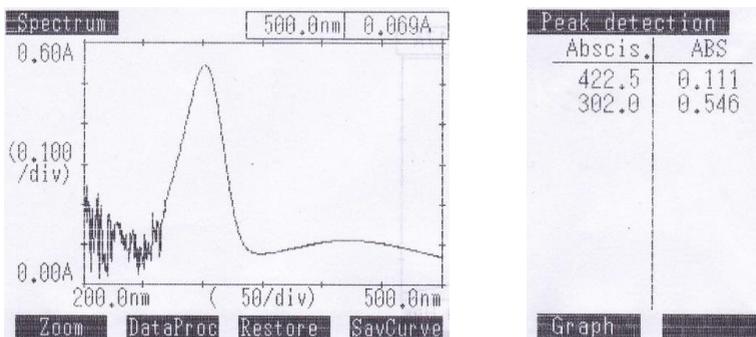
Gambar L.E.6 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 3 jam dibiarkan semalam dengan $[\text{NO}_3^-]$ 2 M.



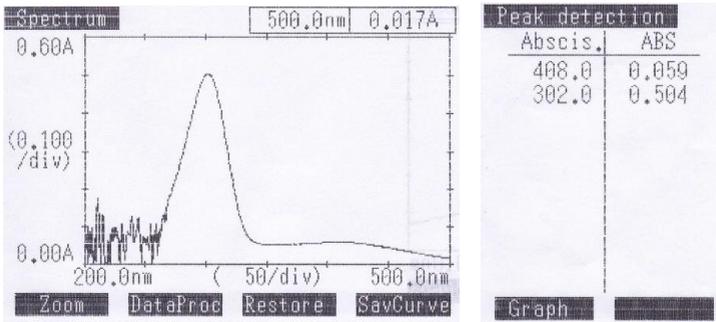
Gambar L.E.7 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 4 jam dengan dengan $[\text{NO}_3^-]$ 2 M.



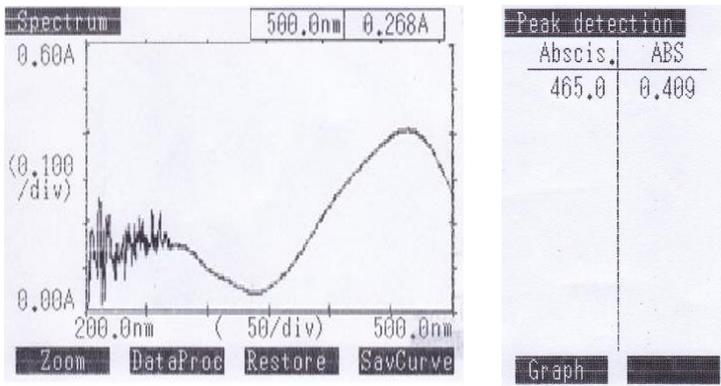
Gambar L.E.8 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 4 jam dibiarkan semalam dengan $[\text{NO}_3^-]$ 2 M.



Gambar L.E.9 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 5 jam dengan $[\text{NO}_3^-]$ 2 M.



Gambar L.E.10 Spektra hasil degradasi *methyl orange* selama 5 jam dibiarkan semalam dengan $[\text{NO}_3^-]$ 2 M.



Gambar L.E.11 Spektra *methyl orange* sebelum degradasi.

LAMPIRAN F. GAMBAR HASIL KARAKTERISASI XRD

Original scan: Zeolit sbml impreg
 Scan created: 9/13/12 09:44
 Description of scan:
 Novita R.A.(Kimia UB)

Used wavelength: K-Alpha
 Wavelength (Å): 1.54056

Peak search parameter set: As Measured Intensities
 Set created: 10/15/10 03:58
 Peak positions defined by: Minimum of 2nd derivative
 Minimum peak tip width (°2Theta): 0.00
 Maximum peak tip width (°2Theta): 1.00
 Peak base width (°2Theta): 2.00
 Minimum significance: 0.60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
13.64185	4.51	6.47380	18.38	15.42	0.24000	1.12
8.96527	57.03	9.85766	232.30	9.24	0.12000	3.92
7.89536	15.43	11.19749	62.86	8.33	0.10000	2.50
6.76540	8.85	13.07526	36.07	9.44	0.12000	0.77
6.54965	20.31	13.50795	82.75	9.76	0.06000	0.79
6.05566	4.33	14.61565	17.62	10.56	0.16000	1.07

Gambar L.F.1 Data hasil karakterisasi XRD zeolit sebelum impregnasi

X'Pert Graphics & Identify
(searched) peak list: Zeolit sbilm impreg

User-1
Date: 9/13/12 12:10

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
5.77144	7.88	15.33962	32.11	11.09	0.12000	1.47
5.25047	17.58	16.93724	71.63	12.25	0.08000	1.08
5.10788	11.03	17.34685	44.92	12.55	0.12000	0.99
4.64852	18.08	19.07630	73.64	13.81	0.08000	0.61
4.51301	20.75	19.65469	84.53	14.23	0.16000	1.22
4.34923	9.32	20.40261	37.98	14.78	0.16000	0.68
4.23537	17.36	20.95722	70.70	15.18	0.28000	2.92
3.97722	90.74	22.33444	369.62	16.18	0.10000	1.02
3.95001	83.66	22.49028	340.76	16.30	0.12000	1.90
3.90553	46.16	22.74980	188.03	16.49	0.12000	1.20
3.82581	14.85	23.23041	60.49	16.84	0.16000	0.65
3.76790	22.51	23.59253	91.71	17.10	0.24000	2.50
3.69816	10.97	24.04404	44.67	17.43	0.08000	1.14
3.61674	8.42	24.59366	34.28	17.83	0.16000	0.66
3.54716	19.60	25.08384	79.85	18.19	0.10000	0.93
3.46438	100.00	25.69333	407.33	18.63	0.12000	4.29
3.41945	43.55	26.03686	177.40	18.88	0.08000	1.42
3.38138	61.17	26.33523	249.15	19.10	0.10000	1.00
3.34393	85.31	26.63556	347.51	19.32	0.10000	2.11
3.31652	50.76	26.85979	206.77	19.48	0.06000	0.87
3.21737	63.05	27.70379	256.83	20.09	0.16000	2.12
3.17052	37.21	28.12152	151.59	20.40	0.16000	1.07
3.11771	27.67	28.60795	112.72	20.75	0.08000	0.84
3.07412	19.75	29.02241	80.45	21.06	0.20000	1.82
2.97777	47.40	29.98310	193.08	21.75	0.32000	6.37
2.88852	32.18	30.93231	131.08	22.45	0.08000	0.76
2.79501	32.43	31.99450	132.09	23.22	0.14000	2.38
2.73505	18.52	32.71543	75.42	23.74	0.24000	2.16

Gambar L.F.2 Data hasil karakterisasi XRD zeolit sebelum impregnasi

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
2.67257	10.20	33.50244	41.53	24.32	0.16000	0.60
2.62622	3.43	34.11167	13.99	24.76	0.10000	0.67
2.60501	9.14	34.39798	37.24	24.97	0.16000	0.84
2.57758	16.78	34.77567	68.34	25.24	0.24000	0.94
2.51351	28.44	35.69155	115.83	25.91	0.08000	0.65
2.45344	19.39	36.59598	79.00	26.57	0.20000	0.98
2.42800	18.66	36.99317	75.99	26.86	0.24000	0.70
2.38771	10.32	37.64072	42.03	27.33	0.20000	1.10
2.27764	9.54	39.53345	38.86	28.71	0.24000	1.92
2.16568	10.33	41.66971	42.08	30.27	0.24000	1.14
2.12345	12.14	42.53836	49.45	30.90	0.32000	1.52
2.01354	15.48	44.98343	63.04	32.68	0.20000	1.73
1.95814	16.36	46.32917	66.63	33.66	0.16000	0.74
1.87753	16.50	48.44278	67.21	35.20	0.10000	0.62
1.81562	12.23	50.20655	49.80	36.48	0.48000	2.20
1.79092	20.89	50.94827	85.10	37.02	0.16000	0.97
1.76307	10.21	51.81212	41.59	37.65	0.24000	0.92
1.69308	12.94	54.12441	52.72	39.34	0.24000	2.24
1.65917	9.95	55.32434	40.55	40.21	0.48000	2.18
1.61681	8.43	56.90368	34.34	41.36	0.32000	1.18
1.59236	11.95	57.85916	48.68	42.05	0.24000	1.68
1.54264	10.70	59.91100	43.58	43.55	0.32000	1.05
1.52297	10.01	60.76553	40.78	44.17	0.32000	0.96
1.49484	13.33	62.03395	54.31	45.10	0.12000	0.75
1.47907	7.76	62.77000	31.59	45.63	0.32000	0.79
1.44274	10.98	64.53876	44.74	46.92	0.64000	0.67
1.42293	6.14	65.54873	25.01	47.65	0.06000	0.60
1.41026	11.33	66.21288	46.15	48.14	0.32000	0.64

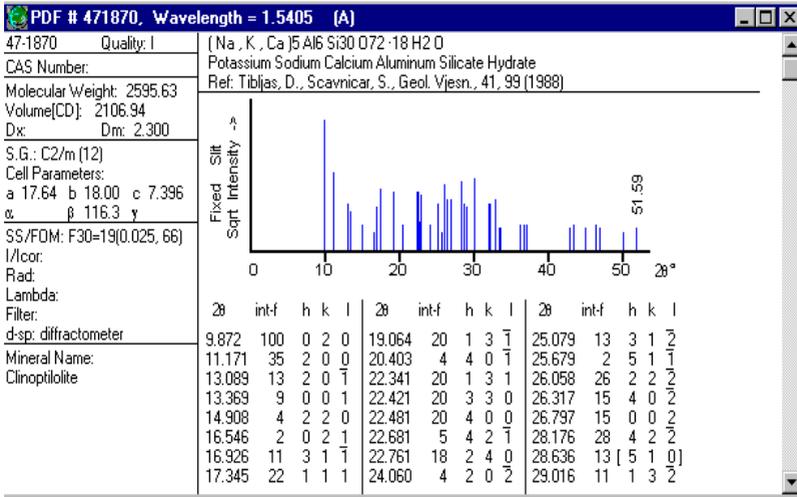
Gambar L.F.3 Data hasil karakterisasi XRD zeolit sebelum impregnasi

X'Pert Graphics & Identify
(searched) peak list: Zeolit sbllm impreg

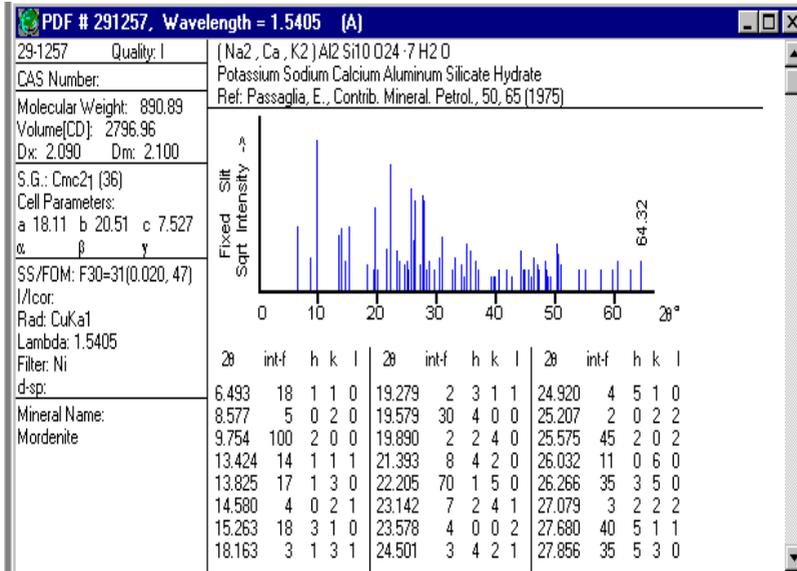
User-1
Date: 9/13/12 12:10

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
1.38132	17.64	67.78531	71.87	49.28	0.12000	0.78
1.37356	14.77	68.22090	60.15	49.60	0.32000	1.16
1.35384	9.18	69.35533	37.39	50.43	0.16000	0.74
1.34344	4.31	69.97000	17.55	50.87	0.64000	0.98
1.30316	6.35	72.46850	25.85	59.89	0.24000	0.61
1.27795	2.77	74.13405	11.29	69.31	0.80000	1.24
1.17657	2.19	81.79077	8.93	58.36	0.12000	0.76
1.14521	3.89	84.53779	15.85	48.90	0.24000	0.62
1.12635	2.29	86.29439	9.33	46.46	0.64000	0.64

Gambar L.F.4 Data hasil karakterisasi XRD zeolit sebelum impregnasi



Gambar L.F.5 Standard XRD zeolit clinoptilolit (JCPDS 47-1870)



Gambar L.F.6 Standard XRD mordenit (JCPDS 29-1257)

Original scan: Zeolit TiO2
 Scan created: 9/13/12 11:00
 Description of scan:
 Novita R.A(Kimia UB)

Used wavelength: K-Alpha
 Wavelength (Å): 1.54056

Peak search parameter set: **As Measured Intensities**
 Set created: 10/15/10 03:58
 Peak positions defined by: Minimum of 2nd derivative
 Minimum peak tip width (°2Theta): 0.00
 Maximum peak tip width (°2Theta): 1.00
 Peak base width (°2Theta): 2.00
 Minimum significance: 0.60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
9.00761	1.25	9.81121	22.11	4.18	0.20000	1.74
6.59577	0.68	13.41306	11.93	4.21	0.24000	1.29
5.80218	0.37	15.25788	6.55	4.82	0.24000	1.15
5.13209	0.30	17.26438	5.22	5.49	0.48000	0.81
4.51558	1.01	19.64342	17.83	6.28	0.20000	0.86
4.24795	0.84	20.89447	14.81	6.70	0.24000	0.72

Gambar L.F.7 Data hasil karakterisasi XRD zeolit sesudah impregnasi.

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
3.98248	2.49	22.30453	43.87	7.17	0.16000	0.69
3.78129	1.05	23.50775	18.44	7.57	0.28000	1.50
3.51599	100.00	25.30993	1764.19	8.17	0.14000	19.37
3.46184	4.72	25.71253	83.26	8.30	0.12000	0.65
3.34591	5.67	26.61953	100.04	8.61	0.10000	1.74
3.21979	3.17	27.68255	55.96	8.96	0.12000	0.65
2.98550	0.90	29.90369	15.87	9.70	0.32000	0.85
2.92558	0.63	30.53095	11.19	9.91	0.10000	0.63
2.89160	1.10	30.89853	19.44	10.03	0.28000	1.48
2.77838	0.40	32.19113	7.08	10.46	0.48000	0.71
2.56797	0.59	34.91002	10.49	11.37	0.64000	0.82
2.48729	1.66	36.08066	29.32	11.76	0.12000	1.69
2.43073	8.31	36.95019	146.68	12.05	0.10000	2.21
2.37842	26.95	37.79322	475.39	12.33	0.14000	8.09
2.33229	8.00	38.57011	141.13	12.59	0.10000	2.28
2.23737	3.69	40.27556	65.06	13.15	0.06000	0.67
2.18706	0.55	41.24378	9.65	13.48	0.20000	1.02
2.04963	0.35	44.14932	6.14	15.26	0.16000	0.73
1.89261	45.60	48.03223	804.48	16.82	0.10000	5.53
1.88758	22.99	48.16825	405.55	16.64	0.08000	1.02
1.81589	0.84	50.19851	14.87	15.21	0.20000	0.90
1.79359	0.55	50.86703	9.74	15.55	0.20000	0.87
1.70014	27.92	53.88144	492.53	16.38	0.08000	2.51
1.69566	16.74	54.03550	295.30	16.38	0.06000	1.82
1.66671	28.85	55.05275	508.95	16.39	0.08000	2.33
1.66229	15.88	55.21157	280.09	16.39	0.08000	1.49
1.62183	0.44	56.71155	7.73	16.40	0.24000	0.90
1.54297	0.68	59.89656	11.99	16.73	0.24000	0.75

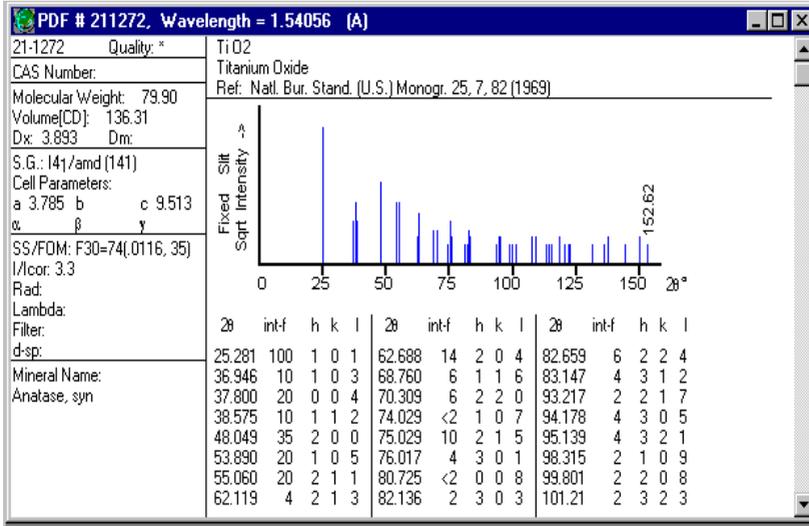
Gambar L.F.8 Data hasil karakterisasi XRD zeolit sesudah impregnasi.

X'Pert Graphics & Identify
(searched) peak list: Zeolit TiO₂

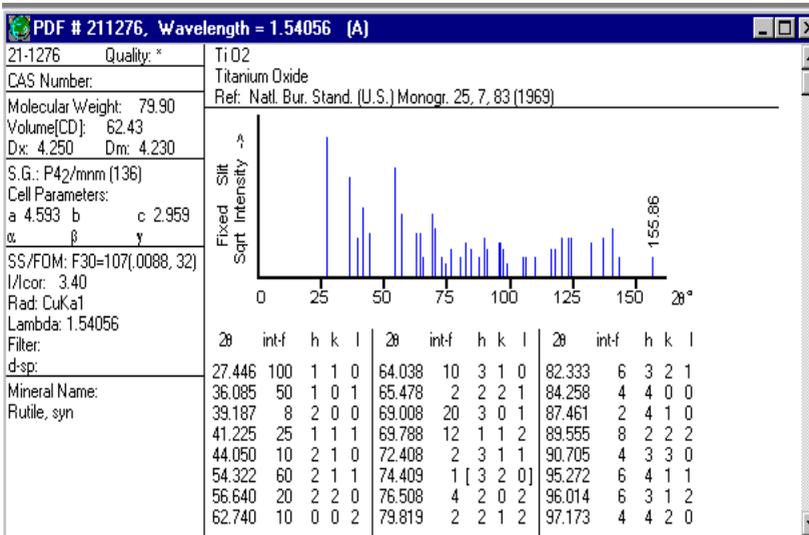
User-1
Date: 9/13/12 12:17

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
1.49357	4.47	62.09279	78.81	17.97	0.14000	3.10
1.48107	23.01	62.67577	405.94	18.30	0.10000	3.76
1.47683	12.77	62.87631	225.29	18.41	0.08000	1.17
1.44840	0.38	64.25618	6.75	19.19	0.48000	1.35
1.36421	9.52	68.75357	167.98	18.22	0.10000	1.96
1.36118	6.60	68.92814	116.37	18.09	0.12000	1.44
1.33822	11.93	70.28355	210.47	17.07	0.10000	2.22
1.33517	7.24	70.46751	127.73	16.93	0.08000	0.79
1.27831	0.64	74.10959	11.33	19.52	0.40000	1.57
1.26480	19.01	75.03627	335.43	19.00	0.12000	5.28
1.26164	9.72	75.25718	171.51	18.88	0.08000	1.40
1.25053	6.35	76.04361	112.03	18.43	0.06000	1.87
1.22850	0.83	77.65925	14.66	18.18	0.12000	0.76
1.18785	0.70	80.85193	12.28	16.76	0.40000	1.18
1.16645	9.25	82.65542	163.21	16.07	0.10000	2.30
1.16338	6.04	82.92148	106.53	15.96	0.06000	0.63
1.16098	5.72	83.13114	100.90	15.88	0.08000	0.75
1.15785	2.84	83.40571	50.18	15.78	0.08000	0.68

Gambar L.F.9 Data hasil karakterisasi XRD zeolit sesudah impregnasi.

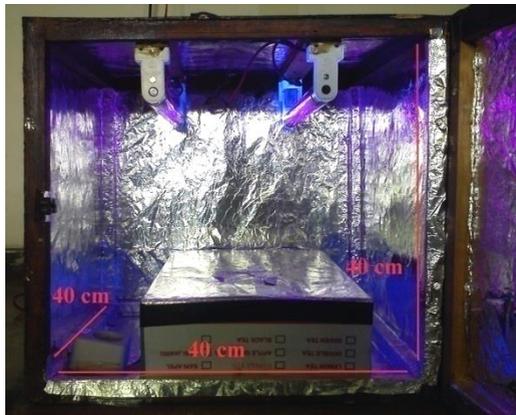


Gambar L.F.10 Standard XRD TiO₂ Anatase (JCPDS 21-1272)



Gambar L.F.11 Standard XRD TiO₂ Rutile (JCPDS 21-1276)

Lampiran G. Gambar alat penelitian



Gambar L.G.1 Gambar reaktor fotokatalis dengan ukuran 49,7 x 47,2 x 40,7 cm.

Lampiran H. Gambar larutan hasil degradasi.



Gambar L.H.1. Gambar larutan methyl orange 15 mg/L pada pH 2 dari kiri ke kanan: sebelum degradasi, penyinaran 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan 5 jam pada penambahan NO_3^- 2 M.