

**Studi Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dalam Zeolit  
terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik**

**SKRIPSI**

oleh:

**Christiana Adi Damayanti**

**105090200111027**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2014**

**Studi Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dalam Zeolit  
terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik**

**SKRIPSI**

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

oleh:

**Christiana Adi Damayanti**

**105090200111027**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2014**

## LEMBAR PENGESAHAN

### Studi Pengaruh Konsentrasi $\text{TiO}_2$ dalam Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik

oleh:

**Christiana Adi Damayanti**

**105090200111027**

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

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Drs. Dinar Purwonugroho, M.Si  
NIP. 19600610 199203 1 002

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS  
NIP. 19571227 198603 1 003

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Christiana Adi Damayanti

NIM : 105090200111027

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

### **Studi Pengaruh Konsentrasi $TiO_2$ dalam Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik**

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 bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, ..... 2014

Christiana Adi Damayanti

NIM. 105090200111027

# Studi Pengaruh Konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik

## ABSTRAK

Sintesis dan karakterisasi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit telah dilakukan pada penelitian ini untuk mengetahui pengaruh konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam zeolit terhadap degradasi *methylene blue*. Pembuatan TiO<sub>2</sub> terimpregnasi pada zeolit dilakukan dengan variasi konsentrasi TiO<sub>2</sub> (5; 10; 12,5; 15; 20; 25 mmol dalam 1 gram zeolit). Padatan yang diperoleh dianalisis dengan FTIR, UV-Visible *Diffuse Reflectance*, dan SAA. Hasil karakterisasi menunjukkan terbentuknya TiO<sub>2</sub> pada permukaan zeolit dengan munculnya serapan pada daerah sekitar 2368,59 cm<sup>-1</sup>, 694,37 cm<sup>-1</sup> dan 416,62 cm<sup>-1</sup> dengan energi *band gap* (*E<sub>g</sub>*) sebesar 3,15 eV. Pengembangan TiO<sub>2</sub> pada zeolit menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik dan total volume pori, serta peningkatan rerata jejari pori dari zeolit. Proses fotokatalitik TiO<sub>2</sub> diamati melalui pengujian fotodegradasi pada 25 mL larutan *methylene blue* 20 mg/L yang diberikan katalis TiO<sub>2</sub>-zeolit sebanyak 50 mg dan dikenai sinar UV. Hasil menunjukkan bahwa konsentrasi TiO<sub>2</sub> berpengaruh terhadap konstanta laju degradasi *methylene blue*. Konstanta laju terbesar adalah 0,019 menit<sup>-1</sup> pada konsentrasi TiO<sub>2</sub> 10 mmol/g zeolit dengan efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) sebesar 79,91%; 77,31%; 76,38%; dan 72,06%.

*Kata kunci: fotokatalis, TiO<sub>2</sub>-zeolit, fotodegradasi, methylene blue*

# Study Effect of TiO<sub>2</sub> Concentration in Zeolite toward Photocatalytic Degradation of Methylene Blue

## ABSTRACT

Synthesis and characterization of TiO<sub>2</sub>-zeolite photocatalyst had been done on this research to study influence of TiO<sub>2</sub> concentration in zeolite toward photocatalytic degradation of methylene blue. Supporting TiO<sub>2</sub> on zeolite using various concentration of TiO<sub>2</sub> (5; 10; 12,5; 15; 20; 25 mmol in 1 gram zeolite). TiO<sub>2</sub>-zeolite photocatalyst was analyzed by FTIR, UV-Visible Diffuse Reflectance, and SAA. From characterization result, showed that a peak of TiO<sub>2</sub> supported on zeolite appear at range wavelength 2368,59 cm<sup>-1</sup>, 694,37 cm<sup>-1</sup> and 416,62 cm<sup>-1</sup> with band gap energy (E<sub>g</sub>) was 13,15 eV. Influence of supporting TiO<sub>2</sub> on zeolite was decreasing of surface area specific and total pore volume, and increasing average pore radius of zeolite. Photocatalytic process of TiO<sub>2</sub> had been examined using photodegradation test of 25 mL methylene blue solution 20 mg/l which added by 50 mg TiO<sub>2</sub>-zeolite photocatalyst and irradiated by UV light. Result showed that concentration of TiO<sub>2</sub> affect the degradation rate constants of methylene blue. The highest degradation rate constants was 0,019 minute<sup>-1</sup> on the concentration of TiO<sub>2</sub> 10 mmol/g zeolite and effectiveness of reuse was 79,91%; 77,31%; 76,38%; and 72,06%.

*Keywords: photocatalyst, TiO<sub>2</sub>-zeolite, photodegradation, methylene blue*



## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **Studi Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dalam Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue* secara Fotokatalitik**. Tujuan dari penulisan skripsi ini adalah untuk menyelesaikan masa perkuliahan Program Sarjana S-1 Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

Adapun penyusunan skripsi ini tidak akan dapat terselesaikan dengan baik tanpa bantuan dan kerjasama dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan Drs. Danar Purwonugroho, M.Si selaku dosen pembimbing II atas ilmu, bimbingan, kritik, dan saran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Para dosen penguji atas saran yang diberikan.
3. Dr. Edi Priyo Utomo, MS selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, staf pengajar, dan semua karyawan Jurusan Kimia atas segala fasilitas dan bantuan yang diberikan kepada penulis.
4. Kedua orang tua penulis (Bapak Sih Adi dan Ibu Emmy Haryanti), adik penulis (Christiawan Adi Prasetyo), dan kekasih tercinta (Lindu Prabowo), terima kasih atas doa, motivasi, nasihat, kasih sayang dan segala hal yang diberikan kepada penulis.
5. Rekan-rekan satu tim penelitian, yaitu Ika Oktavia W., Nevi Dwi A., Eka Wahyu P., Ilmimada H., dan Nadhir Dicky atas semua dukungan semangat dan berbagi ilmu yang terkait penelitian ini.
6. Bpk. Aprial Jastirbah selaku Laboran Kimia Anorganik yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian ini.
7. Sahabat-sahabatku, Rezza Chyta S., Baiq Octaviana, Cicilia Shinta, Imaroh Mufidah, Iftakhul M., Gilly Putri P., serta teman-teman satu angkatan Kimia 2010, dan semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dan keterbatasan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis dengan senang hati menerima kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi pihak yang membacanya.

Malang, 16 Januari 2014

Penulis





## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
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
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1 Zat Warna .....	5
2.2 Karakteristik <i>Methylene Blue</i> .....	6
2.3 Semikonduktor .....	7
2.4 Semikonduktor TiO <sub>2</sub> sebagai Fotokatalis .....	8
2.5 Zeolit sebagai Pengembangan TiO <sub>2</sub> .....	10
2.5.1 Zeolit Mordenit .....	11
2.5.2 Zeolit Klinoptilolit .....	11
2.6 Impregnasi TiO <sub>2</sub> pada Zeolit .....	12
2.7 Proses Fotodegradasi <i>Methylene Blue</i> Menggunakan TiO <sub>2</sub> - Zeolit .....	12
2.8 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Laju Fotodegradasi ..	14
2.9 Penggunaan <i>Reusable Photocatalyst</i> dalam Proses Fotodegradasi .....	14
2.10 Penentuan Konsentrasi <i>Methylene Blue</i> dengan Metode Spektrofotometri .....	15
2.11 Konstanta Laju Degradasi Fotokatalitik .....	16
2.12 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -Zeolit .....	16
2.12.1 Spektroskopi Infra Merah (IR) .....	16

2.12.2 Spektroskopi UV-Vis <i>Diffuse Reflectance</i> .....	18
2.12.3 <i>Surface Area Analyzer (SAA)</i> .....	19
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>21</b>
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	21
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	21
3.2.1 Bahan Penelitian.....	21
3.2.2 Alat Penelitian.....	21
3.3 Tahap Penelitian.....	21
3.4 Prosedur Penelitian.....	22
3.4.1 Preparasi Zeolit Alam.....	22
3.4.2 Preparasi TiO <sub>2</sub> Terimpregnasi pada Zeolit (TiO <sub>2</sub> -Zeolit) .....	22
3.4.3 Pengaruh Konsentrasi TiO <sub>2</sub> dalam Zeolit terhadap Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	23
3.4.4 Uji Efektivitas Penggunaan Kembali ( <i>Reuse</i> ) Fotokatalis TiO <sub>2</sub> - Zeolit pada Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	23
3.4.5 Degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan TiO <sub>2</sub> -Zeolit, Zeolit, TiO <sub>2</sub> , dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum.....	23
3.5.5 Penentuan Konsentrasi Sisa <i>Methylene Blue</i> secara Spektrofotometri.....	24
3.5.5.1 Penentuan $\lambda$ maksimum.....	24
3.5.5.2 Pembuatan Kurva Baku <i>Methylene Blue</i> .....	24
3.5.5.3 Penentuan Konsentrasi <i>Methylene Blue</i> yang Tidak Terdegradasi.....	24
3.5 Analisis Data .....	25
3.5.1 Penentuan Persentase Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	25
3.5.2 Penentuan Konstanta Laju Reaksi Fotodegradasi .....	25
3.6 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -Zeolit.....	25
3.6.1 Karakterisasi Gugus Fungsional Menggunakan Spektrometer FTIR.....	25
3.6.2 Karakterisasi Energi <i>Band Gap (Eg)</i> Menggunakan Spektrofotometer DR UV-Vis.....	25
3.6.3 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan <i>Surface Area Analyzer (SAA)</i> .....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>27</b>
4.1 Preparasi Zeolit .....	27
4.2 Preparasi TiO <sub>2</sub> Terimpregnasi pada Zeolit.....	28
4.3 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -Zeolit.....	29

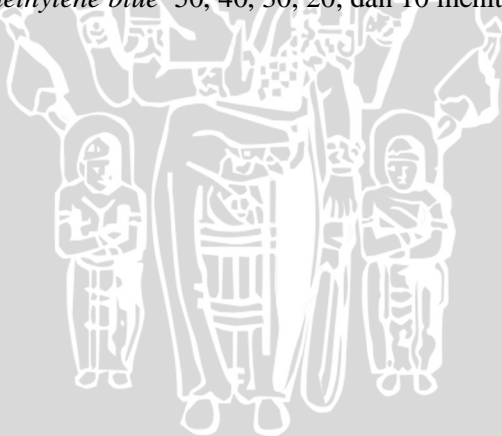
4.3.1 Karakterisasi Gugus Fungsional Menggunakan Spektrofotometer FTIR.....	29
4.3.2 Karakterisasi Energi <i>Band Gap</i> ( <i>Eg</i> ) Menggunakan Spektrofotometer DR UV-Vis.....	30
4.3.3 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan <i>Surface Area Analyzer</i> (SAA).....	32
4.4 Pengaruh Konsentrasi TiO <sub>2</sub> dalam Zeolit terhadap Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	33
4.5 Pengaruh Waktu Penyinaran terhadap Efektivitas Fotodegradasi <i>Methylene Blue</i> .....	36
4.6 Degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan TiO <sub>2</sub> -Zeolit, Zeolit, TiO <sub>2</sub> , dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum.....	37
4.9 Uji Efektivitas Penggunaan Kembali ( <i>Reuse</i> ) Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Zeolit pada Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	39
<b>BAB V PENUTUP</b> .....	<b>41</b>
5.1 Kesimpulan .....	41
5.2 Saran .....	41
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>42</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>48</b>



## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
<b>Gambar 2.1</b> Struktur <i>methylene blue</i> .....	6
<b>Gambar 2.2</b> Struktur kristal TiO <sub>2</sub> (a) anatase dan (b) rutil .....	8
<b>Gambar 2.3</b> Energi celah, posisi pita valensi (bawah), konduksi (atas), dan potensial redoks. Potensial reduksi bertanda negatif dan potensial oksidasi Satuan dalam volt diukur pada larutan elektrolit dengan pH=1 .....	10
<b>Gambar 2.4</b> Struktur zeolit mordenit .....	11
<b>Gambar 2.5</b> Struktur zeolit klinoptilolit .....	12
<b>Gambar 2.6</b> Mekanisme fotokatalis dari TiO <sub>2</sub> .....	13
<b>Gambar 2.7</b> Spektra FTIR (a) zeolit, (b) kristal TiO <sub>2</sub> ( <i>anatase</i> ), dan (c) TiO <sub>2</sub> -zeolit .....	17
<b>Gambar 2.8</b> Grafik hubungan panjang gelombang dan K/S .....	19
<b>Gambar 4.1</b> Spektra IR zeolit [6], kristal TiO <sub>2</sub> ( <i>anatase</i> ) [6], dan TiO <sub>2</sub> -zeolit .....	29
<b>Gambar 4.2</b> Kurva hubungan panjang gelombang terhadap nilai K/S pada TiO <sub>2</sub> -zeolit .....	31
<b>Gambar 4.3</b> Kurva distribusi ukuran pori zeolit dan TiO <sub>2</sub> - zeolit .....	33
<b>Gambar 4.4</b> Diagram batang hubungan variasi konsentrasi TiO <sub>2</sub> -zeolit terhadap konstanta laju degradasi <i>methylene blue</i> .....	34
<b>Gambar 4.5</b> Kurva hubungan antara pengaruh lama waktu penyinaran terhadap persentase degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L pada berbagai konsentrasi TiO <sub>2</sub> -zeolit .....	36
<b>Gambar 4.6</b> Diagram batang hubungan penggunaan kembali ( <i>reuse</i> ) fotokatalis TiO <sub>2</sub> -zeolit terhadap persentase degradasi larutan <i>methylene blue</i> .....	39
<b>Gambar C.1</b> Spektra IR TiO <sub>2</sub> -zeolit .....	59
<b>Gambar C.2</b> Spektrum hubungan absorbansi terhadap panjang gelombang TiO <sub>2</sub> -zeolit .....	60
<b>Gambar C.3</b> Spektrum hubungan reflektansi terhadap panjang gelombang TiO <sub>2</sub> -zeolit .....	60
<b>Gambar C.4</b> Kurva hubungan panjang gelombang terhadap nilai K/S .....	61

<b>Gambar C.5</b>	Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori zeolit menggunakan metode BET .....	63
<b>Gambar C.6</b>	Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori TiO <sub>2</sub> -zeolit 10 mmol/g menggunakan metode BET .....	64
<b>Gambar C.7</b>	Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori TiO <sub>2</sub> -zeolit 15 mmol/g menggunakan metode BET .....	65
<b>Gambar C.8</b>	Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori TiO <sub>2</sub> -zeolit 20 mmol/g menggunakan metode BET .....	66
<b>Gambar C.9</b>	Kurva absorbansi larutan <i>methylene blue</i> 1 mg/L pada rentang panjang gelombang 610-700nm .....	67
<b>Gambar C.10</b>	Kurva baku larutan <i>methylene blue</i> .....	68
<b>Gambar C.11</b>	Reaktor untuk uji reaksi fotokatalitik .....	72
<b>Gambar C.12</b>	Perbandingan hasil degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L menggunakan 50 mg TiO <sub>2</sub> -zeolit 10 mmol/g (dari kiri ke kanan: hasil degradasi <i>methylene blue</i> 50, 40, 30, 20, dan 10 menit).....	72





## DAFTAR TABEL

	Halaman
<b>Tabel 2.1</b>	Macam-macam gugus kromofor..... 5
<b>Tabel 2.2</b>	Perbandingan serapan gugus fungsional dari zeolit asal, kristal TiO <sub>2</sub> (anatase) dan TiO <sub>2</sub> -zeolit .... 18
<b>Tabel 4.1</b>	Hasil penentuan luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume total pori total menggunakan metode BET ..... 32
<b>Tabel 4.2</b>	Konstanta laju degradasi <i>methylene blue</i> ..... 35
<b>Tabel 4.3</b>	Hasil perlakuan degradasi <i>methylene blue</i> pada kondisi gelap dan terang ..... 38
<b>Tabel B.1</b>	Volume larutan <i>methylene blue</i> 20 mg/L yang dibutuhkan untuk membuat larutan <i>methylene blue</i> konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L ..... 57
<b>Tabel C.1</b>	Perhitungan nilai K/S dalam penentuan energi <i>band gap</i> ( <i>E<sub>g</sub></i> )..... 62
<b>Tabel C.2</b>	Data absorbansi larutan <i>methylene blue</i> 1 mg/L..... 67
<b>Tabel C.3</b>	Data absorbansi larutan <i>methylene blue</i> 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L..... 68
<b>Tabel C.4</b>	Penentuan nilai ln( <i>C<sub>0</sub>/C<sub>t</sub></i> ) dan persen degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L pada penambahan TiO <sub>2</sub> -zeolit 5 mmol/g..... 69
<b>Tabel C.5</b>	Penentuan nilai ln( <i>C<sub>0</sub>/C<sub>t</sub></i> ) dan persen degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L pada penambahan TiO <sub>2</sub> -zeolit 10 mmol/g..... 69
<b>Tabel C.6</b>	Penentuan nilai ln( <i>C<sub>0</sub>/C<sub>t</sub></i> ) dan persen degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L pada penambahan TiO <sub>2</sub> -zeolit 12,5 mmol/g..... 69
<b>Tabel C.7</b>	Penentuan nilai ln( <i>C<sub>0</sub>/C<sub>t</sub></i> ) dan persen degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L pada penambahan TiO <sub>2</sub> -zeolit 15 mmol/g..... 70
<b>Tabel C.8</b>	Penentuan nilai ln( <i>C<sub>0</sub>/C<sub>t</sub></i> ) dan persen degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L pada penambahan TiO <sub>2</sub> -zeolit 20 mmol/g..... 70
<b>Tabel C.9</b>	Penentuan nilai ln( <i>C<sub>0</sub>/C<sub>t</sub></i> ) dan persen degradasi <i>methylene blue</i> 20 mg/L pada penambahan TiO <sub>2</sub> -zeolit 25 mmol/g..... 70



<b>Tabel C.10</b>	Penentuan persen degradasi <i>methylene blue</i> hasil fotodegradasi dengan variasi kontrol perlakuan .....	71
<b>Tabel C.11</b>	Konsentrasi larutan <i>methylene blue</i> sisa hasil fotodegradasi pada proses penggunaan kembali ( <i>reuse</i> ) fotokatalis $\text{TiO}_2$ -zeolit 10 mmol/g .....	71

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## DAFTAR LAMPIRAN

		Halaman	
<b>Lampiran A</b>	Diagram Alir Penelitian.....	48	
	<b>A.1</b> Preparasi Zeolit Alam.....	48	
	<b>A.2</b> Preparasi TiO <sub>2</sub> Terimpregnasi pada zeolit (TiO <sub>2</sub> -Zeolit) .....	49	
	<b>A.3</b> Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Methylene Blue</i> .....	49	
	<b>A.5</b> Pembuatan Kurva Baku <i>Methylene Blue</i> .....	50	
	<b>A.6</b> Fotoderadasi <i>Methylene Blue</i> .....	51	
	<b>A.6.1</b> Pengaruh Konsentrasi TiO <sub>2</sub> dalam Zeolit terhadap Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	51	
	<b>A.6.2</b> Degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan TiO <sub>2</sub> -Zeolit, TiO <sub>2</sub> , dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum.....	52	
	<b>A.6.3</b> Penggunaan Kembali ( <i>Reuse</i> ) Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Zeolit pada Degradasi <i>Methylene Blue</i> ...	53	
	<b>A.6.4</b> Penentuan Konsentrasi <i>Methylene Blue</i> yang Tidak terdegradasi .....	55	
	<b>Lampiran B</b>	Perhitungan dan Pembuatan Larutan.....	56
		<b>B.1</b> Pembuatan Larutan Stok <i>Methylene Blue</i> 20 mg/L .....	56
		<b>B.2</b> Pembuatan 100 mL Larutan AgNO <sub>3</sub> 0,1 M .....	56
		<b>B.3</b> Pembuatan 1000 mL Larutan HCl 0,4 M .....	56
<b>B.4</b> Pembuatan Larutan Standar <i>Methylene Blue</i> 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L.....		57	
<b>B.5</b> Pembuatan TiO <sub>2</sub> -Zeolit.....	57		
<b>Lampiran C</b>	Data Hasil Penelitian .....	59	
	<b>C.1</b> Karakterisasi FTIR .....	59	
	<b>C.2</b> Karakterisasi DR UV-Vis .....	60	
	<b>C.2.1</b> Spektrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800 .....	60	
	<b>C.2.2</b> Spektrum Reflektansi Panjang Gelombang 200 – 800 .....	60	
	<b>C.2.3</b> Penentuan Energi <i>Band Gap</i> ( <i>E<sub>g</sub></i> ) .....	61	
<b>C.3</b> Karakterisasi SAA.....	63		
<b>C.3.1</b> Zeolit .....	63		
<b>C.3.2</b> TiO <sub>2</sub> -Zeolit 10 mmol/g .....	64		

<b>C.3.3</b>	TiO <sub>2</sub> -Zeolit 15 mmol/g .....	65
<b>C.3.4</b>	TiO <sub>2</sub> -Zeolit 20 mmol/g .....	66
<b>C.4</b>	Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum <i>Methylene Blue</i> .....	67
<b>C.5</b>	Pembuatan Kurva Baku dan Penentuan Persamaan Regresi serta Nilai Absorptivitas <i>Methylene Blue</i> .....	68
<b>C.6</b>	Penentuan Konsentrasi Larutan <i>Methylene Blue</i> Menggunakan Spektrometri 20 .....	68
<b>C.7</b>	Pengaruh Konsentrasi TiO <sub>2</sub> dalam Zeolit terhadap Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	69
<b>C.8</b>	Degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan TiO <sub>2</sub> - Zeolit, TiO <sub>2</sub> , dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum.....	71
<b>C.9</b>	Penggunaan Kembali ( <i>Reuse</i> ) Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Zeolit pada Degradasi <i>Methylene Blue</i> ...	71
<b>C.10</b>	Fotoreaktor.....	72
<b>C.11</b>	Hasil Fotodegradasi.....	72



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Berkembangnya sektor industri sekarang ini memberikan dampak signifikan terhadap peningkatan penggunaan zat warna yang menimbulkan pencemaran lingkungan. Limbah zat warna yang dikeluarkan dari industri khususnya industri tekstil cukup tinggi, yaitu sekitar 20-50% dari zat warna yang digunakan [1]. Zat warna dapat mengalami degradasi secara alami oleh cahaya matahari, namun berlangsung lambat. Hal ini mengakibatkan akumulasi yang lebih cepat dibandingkan degradasinya, sehingga konsentrasi zat warna tersebut akan terus meningkat dan pada konsentrasi tertentu pelepasan zat warna ke lingkungan dapat membahayakan kesehatan masyarakat sekitar. Zat warna juga dapat merusak lingkungan karena merupakan material berwarna yang dapat menutupi masuknya cahaya ke dalam badan perairan serta mengakibatkan terganggunya keseimbangan ekosistem dalam air [2].

Salah satu jenis bahan pewarna yang digunakan secara luas pada industri tekstil adalah *methylene blue*. Senyawa ini bersifat toksik, menyebabkan mutasi genetik dan berpengaruh pada reproduksi sehingga perlu menjadi perhatian besar dalam proses pengolahan karena warnanya yang sulit diuraikan. Batas konsentrasi *methylene blue* dalam perairan adalah (5,0 –10,0) mg/L [3][4].

Selama ini metode-metode pengendalian dan penanggulangan limbah zat warna yang sering dilakukan untuk memenuhi baku mutu pencemaran adalah metode adsorpsi, biodegradasi, serta metode kimia seperti klorinasi, ozonisasi, koagulasi kombinasi, oksidasi elektrokimia, flokulasi, osmosis balik, dan adsorpsi menggunakan karbon aktif. Metode-metode tersebut cukup efektif dalam menanggulangi limbah namun memiliki kelemahan seperti terbentuknya fasa baru dengan kandungan polutan yang lebih terkonsentrasi [5]. Di antara metode-metode yang ada, fotodegradasi merupakan metode alternatif yang relatif murah dan mudah diterapkan. Keberhasilan metode fotodegradasi ini berdasarkan pada fotokatalis yaitu bahan padatan yang memiliki sifat semikonduktor misalnya  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{ZnO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Bahan tersebut dengan pengaruh radiasi sinar UV mampu menguraikan senyawa

organik melalui oksidasi fotokatalitik [6]. Di antara bahan semikonduktor tersebut,  $\text{TiO}_2$  merupakan fotokatalis yang paling banyak digunakan dalam proses fotodegradasi.  $\text{TiO}_2$  bersifat stabil (tahan terhadap korosi), non toksik, dan memiliki energi celah sebesar 3,2 eV yang merupakan *band gap* antara energi pita konduksi (-4,5 eV) dengan posisi tingkat energi pita valensi (-7,7 eV). Menunjukkan bahwa  $h^+$  pada permukaan  $\text{TiO}_2$  merupakan spesi oksidator kuat sehingga dapat mengoksidasi spesi kimia lainnya yang mempunyai potensial redoks lebih kecil [7]. Berdasarkan sifat-sifat itulah  $\text{TiO}_2$  dipandang sebagai semikonduktor yang tepat untuk mengoksidasi polutan organik, selain juga karena ketersediaannya yang banyak di pasaran [8].

Fotodegradasi adalah proses penguraian suatu senyawa-senyawa organik dengan bantuan energi foton, di dalamnya terjadi reaksi oksidasi dan reduksi pada permukaan semikonduktor. Ketika semikonduktor  $\text{TiO}_2$  disinari cahaya dengan panjang gelombang antara 100 – 400 nm, elektron ( $e^-$ ) akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi, meninggalkan *hole* ( $h^+$ ) pada pita valensi. *Hole* bereaksi dengan  $\text{H}_2\text{O}$  atau  $\text{OH}^-$  yang teradsorpsi pada permukaan semikonduktor dan menghasilkan radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) yang dikenal sebagai spesies oksidator yang sangat kuat, sedangkan electron akan mengadsorpsi molekul  $\text{O}_2$  atau  $\text{H}_2\text{O}$  untuk membentuk radikal anion superoksida ( $\bullet\text{O}_2^-$ ) yang merupakan spesies reduktor [9]. Spesies-spesies oksidator dan reduktor ini akan menyerang kontaminan yang terlarut dalam sistem dan mendegradasinya menjadi senyawa organik berbahaya menjadi  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ , reduksi ion logam, deaktivasi dan destruksi mikroorganisme, dekomposisi polutan udara seperti senyawa organik volatil,  $\text{NO}_x$ ,  $\text{CO}$  dan  $\text{NH}_3$ , serta degradasi limbah industri kimia [10][11].

Penggunaan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  murni dalam proses fotodegradasi, masih kurang efektif karena  $\text{TiO}_2$  memiliki luas permukaan yang relatif kecil, sehingga dibutuhkan dalam jumlah yang banyak. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Andarini [12] dan Ramadhana [13] aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat ditingkatkan melalui pengembanan pada material pendukung, seperti adsorben. Salah satu adsorben yang dapat digunakan adalah zeolit alam yang mempunyai pori dan luas permukaan yang relatif besar [11]. Material  $\text{TiO}_2$  teremban pada zeolit alam akan menghasilkan



adsorben yang dapat menyerap sekaligus mampu menguraikan zat warna seperti *methyl orange* menjadi senyawa yang aman di lingkungan. Keuntungan lain yang diperoleh dengan menggunakan fotokatalis yang menempel stabil di permukaan polimer pengemban, akan dapat digunakan pada proses fotodegradasi hingga pengulangan beberapa kali atau bersifat *reusable* [14].

Dalam proses fotodegradasi konsentrasi katalis perlu dikaji lebih lanjut, karena penambahan konsentrasi katalis akan meningkatkan reaksi fotokatalisis, akan tetapi penambahan konsentrasi katalis yang berlebih dapat menurunkan aktivitas katalis dalam membentuk radikal hidroksil. Selain itu, perlu juga dipelajari waktu radiasi oleh sinar UV pada proses fotodegradasi. Bertambahnya waktu radiasi pada proses fotodegradasi, akan meningkatkan jumlah zat warna yang terdegradasi [15].

Berdasarkan latar belakang di atas, penelitian ini bertujuan untuk mengurangi limbah cair berupa zat warna *methylene blue* sebagai produk samping dari industri tekstil yang akan didegradasi secara fotokatalitik menggunakan bantuan cahaya sinar UV dengan kombinasi zeolit alam dan  $\text{TiO}_2$  sebagai katalis. Untuk mengetahui bahwa impregnasi  $\text{TiO}_2$  dengan zeolit alam dapat mendegradasi senyawa *methylene blue* maka perlu dipelajari pengaruh  $\text{TiO}_2$ -zeolit berkaitan dengan konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang teremban dalam zeolit, lama waktu kontak, serta efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis pada proses fotokatalitik.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan di atas, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

1. Bagaimana karakterisasi  $\text{TiO}_2$  yang diimbangkan dalam zeolit dengan menggunakan Spektroskopi FTIR, Spektroskopi UV-Visible *Diffuse Reflectance*, dan *Surface Area Analyzer* (SAA)?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dalam zeolit terhadap degradasi *methylene blue* menggunakan radiasi sinar ultraviolet?
3. Bagaimana efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit terhadap proses fotodegradasi *methylene blue*?



### 1.3 Batasan Masalah

1. Zeolit yang digunakan merupakan zeolit hijau dari Turen yang telah diaktivasi dengan HCl 0,4 M.
2. Variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang digunakan adalah 5; 10; 12,5; 15; 20; 25 mmol dalam 1 gram zeolit.
3. Karakterisasi  $\text{TiO}_2$  yang telah diimbangkan dalam zeolit menggunakan Spektroskopi FTIR, Spektroskopi UV-Visible *Diffuse Reflectance*, dan *Surface Area Analyzer* (SAA).
4. Penentuan konsentrasi hasil degradasi *methylene blue* menggunakan spektronik 20.
5. Reaktor yang digunakan berukuran 40 cm x 40 cm x 40 cm dengan dua buah lampu UV-Vis merk sankyo 10 watt  $\lambda$  352 nm.

### 1.4 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui karakterisasi  $\text{TiO}_2$  yang diimbangkan dalam zeolit dengan menggunakan Spektroskopi FTIR, Spektroskopi UV-Visible *Diffuse Reflectance*, dan *Surface Area Analyzer* (SAA).
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dalam zeolit terhadap degradasi *methylene blue*.
3. Mengetahui efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit terhadap proses fotodegradasi *methylene blue*.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu dapat memberikan informasi mengenai konsentrasi optimum  $\text{TiO}_2$  dalam zeolit yang baik digunakan dalam proses fotodegradasi, efektivitas penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit pada proses fotodegradasi, guna memberikan solusi penanganan limbah zat warna *methylene blue*.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Zat Warna

Zat warna adalah senyawa organik berwarna yang digunakan untuk memberi warna ke suatu objek atau suatu kain. Zat warna tekstil mempunyai sifat sulit diuraikan oleh bakteri biasa ataupun panas. Oleh karena itu kadar zat warna yang tinggi dalam perairan dapat mempengaruhi kehidupan air [16].

Pada umumnya, zat warna mempunyai struktur kimia aromatik yang sederhana hingga kompleks, dilengkapi dengan gugus-gugus yang dapat memberikan sifat-sifat tertentu pada zat warna tersebut, seperti kemampuan bereaksi dengan serat (daya ikat), daya larut, intensitas warna, dan tahan luntur. Suatu senyawa organik yang tidak berwarna dapat menjadi berwarna dengan adanya gugus tertentu yang dikenal sebagai gugus kromofor. Macam-macam gugus kromofor ditampilkan pada Tabel 2.1 [17].

**Tabel 2.1** Macam-macam gugus kromofor

Gugus	Struktur Molekul
Azo	-N=N-
Nitroso	-NO
Nitro	-NO <sub>2</sub>
Karbonil	-C=O
Etilena	-C=C-
Asetilena	-C≡C-

Secara umum terjadinya warna disebabkan oleh absorpsi panjang gelombang tertentu suatu cahaya putih oleh senyawa organik. Tipe struktur parsial yang berhubungan dengan terbentuknya warna (gugus tak jenuh yang dapat mengalami transisi dari  $\pi-\pi^*$  dan  $n-\pi^*$ ) disebut dengan kromofor [18]. Beberapa kromofor dapat diintensifkan warnanya dengan menambah suatu gugus lain yaitu auksokrom. Gugus auksokrom dibagi menjadi dua golongan, yaitu [17]:

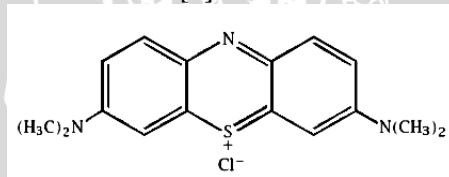
Gugus anion:  $-\text{SO}_3\text{H}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{COOH}$ ,  $-\text{OR}$

Gugus kation:  $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{NHR}$ ,  $-\text{NR}_2$

## 2.2 Karakteristik *Methylene Blue*

*Methylene blue* atau metiltionium klorida merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul  $C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$  dengan bobot molekul 373,91 gram/mol, titik lebur  $105\text{ }^\circ\text{C}$  dan daya larut sebesar  $4,36 \times 10^4 \text{ mg/L}$ , berwarna hijau tua, tidak berbau, stabil dalam udara serta mudah larut dalam air (larutannya berwarna biru tua), kloroform dan alkohol [3]. *Methylene blue* yang dilarutkan dalam air akan berwarna biru tua. *Methylene blue* senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan merupakan *dye* kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat [9].

Proses pembuatannya melalui oksidasi dari p-aminodimetilanilin dengan  $FeCl_3$  dalam asam sulfat. Zat warna *methylene blue* dapat diserap oleh sejenis lempung dalam larutan. Proses ini dapat diukur dengan kolorimeter atau spektrofotometer. *Methylene blue* berbentuk padatan segi empat dengan dimensi volume  $17,0 \times 7,6 \times 3,25 \text{ \AA}$  [19]. Struktur *methylene blue* ditunjukkan pada Gambar 2.1 [9].



**Gambar 2.1** Struktur *methylene blue*

*Methylene blue* merupakan pewarna *thiazine* yang kerap digunakan sebagai bakterisida dan fungisida pada akuarium, pewarna kapas, kertas, sutra, katun, wool, tekstil, peralatan kantor, dan kosmetik, serta digunakan sebagai indikator pada titrasi oksidasi reduksi dalam analisis volumetri [9]. *Methylene blue* mempunyai pengaruh buruk terhadap filtrasi biologi, sehingga dapat berakibat buruk pada tanaman. Kemampuan warnanya untuk melekat pada kulit, pakaian, dekorasi akuarium dan peralatan lainnya termasuk lem akuarium sangat kuat [19].

Pengukuran *methylene blue* secara kualitatif dapat dilihat dari intensitas warna yang dimilikinya dan secara kuantitatif umumnya dilakukan dengan spektroskopi sinar tampak pada kisaran panjang gelombang 609-668 nm [19].

### 2.3 Semikonduktor

Semikonduktor adalah material yang dicirikan dengan terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi. Elektron tidak dapat berada pada daerah *bandgap* antara pita valensi dan pita konduksi. Berdasarkan pembawa muatannya, semikonduktor dapat diklasifikasikan dalam dua kelompok, yaitu semikonduktor intrinsik dan semikonduktor ekstrinsik [9].

Semikonduktor intrinsik adalah semikonduktor yang belum disisipi atom lain, contohnya seperti grafit, germanium, dan timah abu-abu. Ketersediaan pembawa muatan pada semikonduktor ini berasal dari persenyawaan unsur-unsur secara langsung. Jenis semikonduktor ini memiliki *bandgap* antara pita valensi dan pita konduksi yang sangat kecil. Semikonduktor ekstrinsik adalah semikonduktor yang partikel pembawa muatannya berasal dari unsur lain. Semikonduktor ekstrinsik diperoleh melalui rekayasa pemberian sejumlah *impuritas* atau *injeksi* partikel agar bahan mengalami peningkatan energi [20].

Aplikasi penggunaan semikonduktor untuk mengatasi pencemaran lingkungan telah dilakukan pada beberapa senyawa seperti alkana, alkohol alifatik, asam karboksilat aromatik, zat warna, alkena, surfaktan dan pestisida. Dalam beberapa kasus bahkan semikonduktor mampu mendegradasi sampai mineralisasi komplet senyawa-senyawa organik, misalnya oksidasi hidrokarbon teroksidasi menjadi  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  oleh  $\text{TiO}_2$  dengan adanya foton [21].

Bahan semikonduktor, ketika disinari cahaya dengan panjang gelombang yang tepat akan menyebabkan elektron pada pita valensi mengabsorpsi energi foton, tereksitasi, dan berpindah ke pita konduksi. Hasil eksitasi elektron ini adalah terbentuknya *hole* (muatan positif) pada pita valensi ( $h^+_{\text{VB}}$ ) dan elektron pada pita konduksi ( $e^-_{\text{CB}}$ ). Pasangan elektron-*hole* ini tidak stabil. Mereka dapat kembali ke tempat asalnya (berekombinasi) dengan melepaskan panas. Secara termodinamik, level energi pita konduksi ( $E_{\text{CB}}$ ) adalah ukuran kekuatan reduksi elektron pada semikonduktor, sedangkan level energi pita valensi ( $E_{\text{VB}}$ ) adalah ukuran daya oksidasi *hole*. Semikonduktor yang berbeda memiliki level pita energi yang berbeda. Semakin tinggi potensial pita valensi, semakin tinggi daya oksidasi yang dimiliki oleh *hole*. Agar suatu

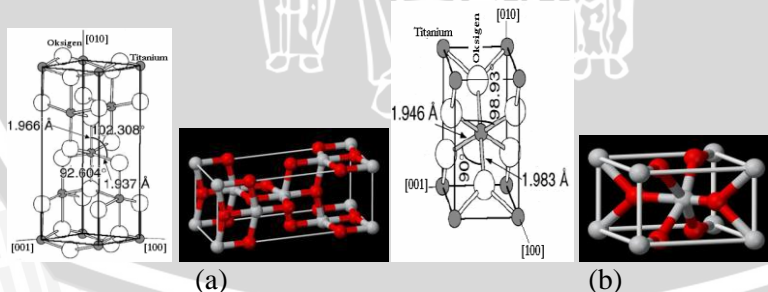


semikonduktor mampu mendegradasi senyawa-senyawa organik yang berbeda, maka level energi valensinya harus terletak pada potensial yang relatif tinggi [9].

## 2.4 Semikonduktor TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis

Partikel TiO<sub>2</sub> telah cukup lama digunakan sebagai fotokatalis pendegradasi berbagai senyawa organik. TiO<sub>2</sub> merupakan semikonduktor yang berfungsi sebagai fotokatalis yang memiliki fotoaktivitas tinggi. Selain itu TiO<sub>2</sub> juga bersifat non toksik, murah, dan memiliki sifat redoks yaitu mampu mengoksidasi polutan organik dan mereduksi sejumlah ion logam dalam larutan serta tersedia secara komersial dan preparasinya mudah dilakukan di laboratorium. Sifatnya yang anorganik menjadikannya tidak cepat rusak sehingga proses yang diinginkan dapat lebih lama dan relatif menekan biaya operasional. Berdasarkan sifat-sifat itulah TiO<sub>2</sub> dipandang sebagai semikonduktor katalis yang paling tepat untuk mengoksidasi atau mereduksi polutan organik [21].

Titanium dioksida memiliki 3 jenis struktur kristal, yaitu rutil, anatase dan brokit. Namun diantara tiga jenis struktur tersebut, hanya anatase dan rutil yang cukup stabil keberadaannya. Jenis struktur yang berbeda tentunya berpengaruh pada perbedaan massa jenis (3,9 g/mL untuk anatase dan 4,2 g/mL untuk rutil), dan tentunya hal ini dapat mempengaruhi pada luas permukaan dan sisi aktif dari TiO<sub>2</sub> tersebut. Selain itu, struktur kristal ternyata mengakibatkan perbedaan tingkat energi struktur pita elektroniknya. Besarnya energi gap ( $E_g$ ) diantara keduanya akan berbeda bila lingkungan, dalam hal ini penyusunan atom Ti dan O di dalam Kristal TiO<sub>2</sub> berbeda [7]. Struktur kristal TiO<sub>2</sub> anatase dan rutil ditunjukkan pada Gambar 2.2 [9].



**Gambar 2.2** Struktur kristal TiO<sub>2</sub> (a) anatase dan (b) rutil

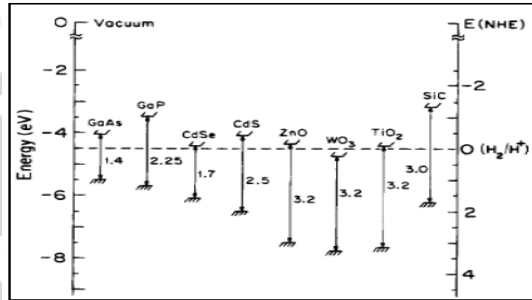
Struktur anatase dan rutil digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral  $\text{TiO}_6$ . Struktur kedua kristal dibedakan oleh distorsi oktahedron dan pola susunan rantai oktahedronnya. Setiap ion  $\text{Ti}^{4+}$  dikelilingi oleh enam atom  $\text{O}^{2-}$ . Oktahedron pada rutil memperlihatkan sedikit distorsi ortorhombik, sedangkan oktahedron pada anatase memperlihatkan distorsi yang cukup besar sehingga relatif tidak simetri. Jarak Ti-Ti pada anatase lebih besar (3.79 dan 3.04 Å serta 3.57 dan 2.96 Å untuk rutil), sedangkan jarak ion Ti-O lebih pendek dibandingkan rutil (1,937 Å dan 1,966 Å pada anatase dan 1,946 Å dan 1,983 Å untuk rutil). Pada rutil setiap oktahedronnya mengalami kontak dengan 10 oktahedron tetangganya, sedangkan pada anatase setiap oktahedron mengalami kontak dengan delapan oktahedron tetangganya. Perbedaan dalam struktur kisi ini menyebabkan perbedaan massa jenis dan struktur pita elektronik antara dua bentuk  $\text{TiO}_2$ , yaitu anatase memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan rutil sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan rutil. Besar *bandgap* yang dimiliki pun menjadi berbeda, untuk struktur anatase memiliki  $E_g$  sebesar 3,2 eV dan rutil memiliki  $E_g$  sebesar 3,0 eV [9]. Dari hasil analisa difraksi sinar-X oleh Ramadhana [13] ditemukan bahwa struktur dari  $\text{TiO}_2$  yang akan digunakan pada penelitian ini adalah anatase.

Dari Gambar 2.3 [17] dapat dilihat bahwa energi celah  $\text{TiO}_2$  anatase sebesar 3,2 eV merupakan selisih absolut antara energi pita konduksi (-4,5 eV) dengan posisi tingkat energi pita valensi (-7,7 eV). Hal ini mengindikasikan bahwa  $h^+$  pada permukaan  $\text{TiO}_2$  merupakan spesies oksidator kuat sehingga dapat mengoksidasi spesi kimia lainnya yang mempunyai potensial redoks lebih kecil. Dalam hal ini adalah air yang akan menghasilkan radikal hidroksil. Karena berdasarkan data yang ada, radikal hidroksil pada pH = 1 memiliki potensial sebesar 2,8 Volt, dan berdasarkan data yang lain juga, sebagian besar zat organik yang ada memiliki potensial redoks yang lebih kecil dari 2,8 Volt. Hal inilah yang membuat penyinaran pada  $\text{TiO}_2$  dapat memecah zat organik menjadi senyawa lainnya [7].

Aktifitas fotokatalitik permukaan  $\text{TiO}_2$  dengan sinar UV juga bergantung pada pH, konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dan waktu yang digunakan selama proses fotolisis.  $\text{TiO}_2$  pada kondisi asam (pH  $\leq$  5)  $\text{TiO}_2$  akan membentuk muatan permukaannya menjadi positif dengan adanya



gugus ( $\text{TiO}^{2+}$ ) dan mendekati netral pada pH (5-7). Dan pada kondisi basa ( $\text{pH} \geq 7$ ) akan membentuk muatan permukaan negatif dengan adanya gugus  $\text{TiO}^-$  [22].



**Gambar 2.3** Energi celah, posisi pita valensi (bawah), konduksi (atas), dan potensial redoks. Potensial reduksi bertanda negatif dan potensial oksidasi bertanda positif. Satuan dalam volt diukur pada larutan elektrolit dengan  $\text{pH} = 1$

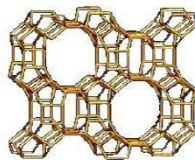
## 2.5 Zeolit sebagai Pengemban $\text{TiO}_2$

Mineral zeolit adalah kelompok mineral aluminium silikat terhidrasi  $\text{L}_m\text{Al}_x\text{Si}_y\text{O}_z \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , dari logam alkali dan alkali tanah (terutama Ca, dan Na), m, x, y, dan z merupakan bilangan 2 hingga 10, n koefisien dari  $\text{H}_2\text{O}$ , serta L adalah logam. Zeolit secara empiris ditulis  $(\text{M}^+, \text{M}^{2+})\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot z\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{M}^+$  berupa Na atau K dan  $\text{M}^{2+}$  berupa magnesium, kalsium, atau besi. Litium, stronsium atau barium dalam jumlah kecil dapat menggantikan  $\text{M}^+$  atau  $\text{M}^{2+}$ , z bilangan koefisien. Beberapa jenis zeolit berwarna putih, kebiruan, kemerahan, coklat, atau warna lainnya karena hadirnya oksida besi atau logam lainnya. Densitas zeolit antara  $2,0 - 2,3 \text{ g/cm}^3$ , dengan bentuk halus dan lunak. Kilap yang dimiliki bermacam-macam [23].

Struktur kimia zeolit yang terdiri dari silika alumina terhidrat yang mengandung kation dapat dipertukarkan. Jika kation tersebut digantikan oleh  $\text{Ti}^{4+}$ , dilanjutkan dengan oksidasi dan kalsinasi, diharapkan dibentuk oksida Ti terdispersi pada permukaan padatan secara merata sesuai posisi ion tertukar [11]. Dari hasil analisa difraksi sinar-X [13] ditemukan bahwa jenis dari zeolit alam turen adalah campuran dari mordenit dan klinoptilolit.

### 2.5.1 Zeolit Mordenit

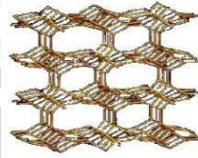
Mordenit adalah mineral zeolit yang terjadi secara alami yang mempunyai ratio Si/Al mendekati 10. Keistimewaan dari mordenit adalah permukaan oval cincin 12 dengan ukuran 0,67 x 0,7 nm. Dekat dengan permukaan terdapat cincin 8 dengan diameter 0,39 nm. Dilihat dari strukturnya, setiap kerangka atom berada di sebelah rongga cincin 12 atau 8. Struktur menyebabkan semua atom aluminium dan anion atau situs asam yang bergabung dengannya berada pada dinding rongga dan dapat dicapai oleh spesies reaktan yang melaluinya. Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam yang dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam karena berpori cukup besar ( $\pm 7\text{\AA}$ ). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator. Mordenit termasuk zeolit berpori besar yang tersusun dari cincin-12 anggota sehingga dapat mengadsorpsi baik molekul berantai lurus, cabang maupun siklik. Mordenit juga dikenal memiliki stabilitas termal yang tinggi, terbukti dari kemampuannya untuk mempertahankan struktur sampai temperatur 800–900 °C. Rumus kimia zeolit mordenit adalah  $M_8 [(AlO_2)_8 (SiO_2)_{40}] \cdot 24 H_2O$  [23]. Struktur zeolit mordenit ditunjukkan pada Gambar 2.4 [6].



**Gambar 2.4** Struktur zeolit mordenit

### 2.5.2 Zeolit Klinoptilolit

Zeolit klinoptilolit merupakan salah satu zeolit yang sering ditemui di alam yang mempunyai kandungan silika yang tinggi dengan perbandingan Si/Al antara 7-18. Struktur kristalnya berbentuk monoklinik dengan cincin 8, cincin 10. Zeolit klinoptilolit memiliki kerangka struktur unit tetrahedral  $[AlO_4]^{5-}$  dan  $[SiO_4]^{4-}$  dengan unit bangun sekunder  $T_{10}O_{20}$ . Zeolit klinoptilolit alam pada suhu 25°C dan tekanan 2,67 kPa kapasitas adsorpsinya terhadap  $H_2O$  dapat mencapai 16 gram  $H_2O/100$  gram [24]. Struktur zeolit klinoptilolit ditunjukkan pada Gambar 2.5 [6].



**Gambar 2.5** Struktur zeolit klinoptilolit

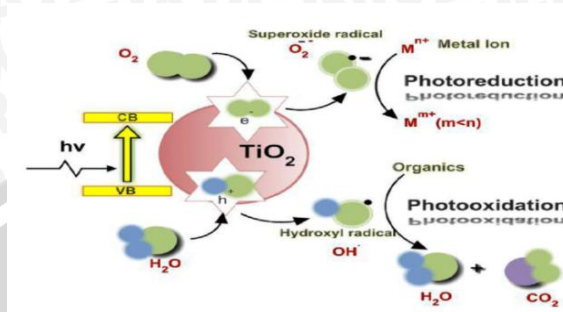
## 2.6 Impregnasi $\text{TiO}_2$ pada Zeolit

Impregnasi merupakan metode preparasi zeolit dengan menempelkan komponen aktif logam dari garam prekursor ke dalam material penyangga [21]. Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dilakukan [12] [13], pembuatan  $\text{TiO}_2$  terimpregnasi pada zeolit dilakukan dengan cara mencampurkan padatan halus zeolit dengan serbuk  $\text{TiO}_2$  ditambah etanol absolut sambil diaduk untuk meratakan proses dispersi  $\text{TiO}_2$  ke dalam zeolit.  $\text{TiO}_2$ -zeolit dikeringkan dalam oven dan dikalsinasi pada temperatur  $400^\circ\text{C}$ - $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam.

Terdispersinya logam titanium yang merata pada zeolit, menyebabkan pertambahan luas permukaan dan sisi aktif dari logam titanium [23]. Material  $\text{TiO}_2$  teremban pada zeolit alam (selanjutnya disebut  $\text{TiO}_2$ -zeolit) memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) serta sebagai fotokatalis [11]. Sehingga dapat menghasilkan degradasi limbah zat warna yang lebih baik dibandingkan tanpa menggunakan zeolit sebagai pengemban [8].

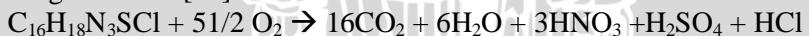
## 2.7 Proses Fotodegradasi *Methylene Blue* Menggunakan $\text{TiO}_2$ -Zeolit

$\text{TiO}_2$ -zeolit mengandung oksida titan yang merupakan suatu bahan semikonduktor dengan struktur elektronik yang khas yaitu memiliki pita valensi terisi dan pita konduksi yang kosong (Gambar 2.5), Hal ini berakibat ketika  $\text{TiO}_2$ -zeolit dikenai sinar UV yang bersesuaian atau melebihi energi celah pita dalam oksida titan tersebut, maka elektron akan mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi (menghasilkan  $e_{\text{CB}}$ ) yang menyebabkan adanya kekosongan atau *hole* ( $h_{\text{VB}}^+$ ) yang dapat berperan sebagai muatan positif [8]. Mekanisme fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan pada Gambar 2.6 [10].

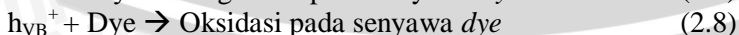
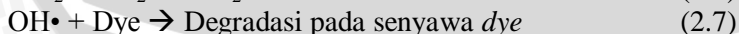
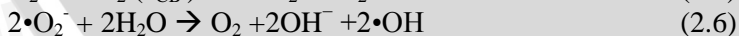
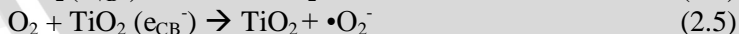
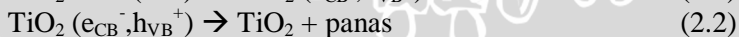
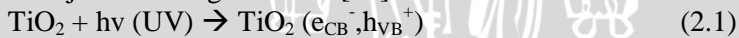


**Gambar 2.6** Mekanisme fotokatalitik TiO<sub>2</sub>

Selanjutnya *hole* ( $h_{VB}^+$ ) akan bereaksi dengan H<sub>2</sub>O dan OH yang terdapat dalam larutan membentuk radikal hidroksida ( $\bullet\text{OH}$ ) (persamaan 2.3) yang merupakan oksidator kuat. Elektron ( $e_{CB}^-$ ) pada permukaan semikonduktor dapat bereaksi dengan penangkap elektron yang ada dalam larutan seperti O<sub>2</sub> membentuk radikal superoksida ( $\bullet\text{O}_2^-$ ) (persamaan 2.5). Radikal superoksida ( $\bullet\text{O}_2^-$ ) bereaksi dengan H<sub>2</sub>O menghasilkan radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) (persamaan 2.6). Radikal yang terbentuk akan mengoksidasi zat warna dalam larutan dan terus menerus terbentuk selama sinar UV masih mengenai TiO<sub>2</sub>-zeolit dan akan menyerang zat warna yang ada pada permukaan katalis sehingga zat warna mengalami degradasi. Fotodegradasi zat warna menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit terjadi melalui proses adsorpsi zat warna ke permukaan partikel fotokatalis yang secara simultan disertai dengan proses oksidasi fotokatalitik terhadap *methylene blue* [8]. Adapun persamaan reaksinya adalah sebagai berikut [25]:



Mekanisme proses fotokatalitik semikonduktor TiO<sub>2</sub> ditunjukkan sebagai berikut [26]:





## 2.8 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Laju Fotodegradasi

Dari penelitian yang dilakukan Widihati [15], diketahui pengaruh konsentrasi katalis terhadap proses degradasi. Proses fotodegradasi dengan radiasi sinar UV dilakukan dengan melakukan variasi konsentrasi aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Konsentrasi optimum dapat diketahui dari kurva hubungan antara konsentrasi  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan persentase degradasi (%D). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa persentase degradasi (%D) dari larutan *methylene blue* semakin meningkat dengan bertambahnya konsentrasi katalis. Sedangkan pada penambahan konsentrasi katalis yang berlebih, menyebabkan persentase degradasi (%D) menjadi menurun [15].

Percobaan ini membuktikan bahwa dengan radiasi sinar UV dan bertambahnya konsentrasi katalis maka jumlah zat warna *methylene blue* yang terdegradasi akan meningkat. Bertambahnya konsentrasi katalis menyebabkan radikal hidroksida dan ion superoksida yang terbentuk untuk mendegradasi zat warna *methylene blue* semakin banyak. Namun setelah mencapai kondisi optimum, penambahan konsentrasi dari katalis akan menurunkan laju degradasi *methylene blue* [15].

## 2.9 Penggunaan *Reusable Photocatalyst* dalam Proses Fotodegradasi

Untuk mengetahui kestabilan fotokatalis, dilakukan pengujian fotodegradasi dengan membandingkan aktivitas fotokatalitik material katalis yang digunakan untuk pertama kali, kedua kali, ketiga kali dan keempat kalinya.

Penelitian Aliah [14] menggunakan material  $\text{TiO}_2/\text{PP}$  (Polimer Polipropilena) dalam uji fotodegradasi *methylene blue* secara berulang hingga empat kali pakai. Pada tahap awal, uji fotodegradasi *methylene blue* dilakukan untuk katalis yang baru pertama kali digunakan dan sampel uji diambil pada hari kelima. Selanjutnya, uji dilakukan dengan menggunakan katalis yang baru digunakan satu kali bersamaan dengan uji fotodegradasi *methylene blue* dengan katalis yang dipakai untuk kedua kalinya. Pada hari kelima pengujian, diperoleh sampel uji yang menunjukkan fotodegradasi *methylene blue* yang menggunakan katalis satu kali dan dua kali pakai. Demikian seterusnya, hingga diperoleh

fotodegradasi *methylene blue* yang menggunakan katalis satu kali, dua kali, tiga kali dan empat kali pakai.

Hasil yang diperoleh katalis yang digunakan untuk pertama kali, kedua kali, ketiga kali dan keempat kali mampu mendegradasi *methylene blue* berturut-turut sebanyak 99,54%, 99,42%, 99,36% dan 99,00%. Menunjukkan tidak ada perbedaan yang cukup berarti antara persen degradasi *methylene blue* dengan katalis yang dipakai untuk pertama kali dibandingkan dengan persen degradasi *methylene blue* dengan katalis yang digunakan untuk keempat kali.

Penelitian lain dengan pengujian yang sama menggunakan katalis TiO<sub>2</sub>-bentonit dapat digunakan kembali hingga keempat kalinya dengan penurunan degradasi berturut-turut sebanyak 80,23%, 68,14%, 49,79%, dan 49,7% [27].

Kedua penelitian ini membuktikan bahwa katalis yang menempel di permukaan polimer bersifat stabil, dapat digunakan untuk menguraikan senyawa organik pada air hingga empat kali penggunaan dengan penurunan efisiensi degradasi setiap pengulangannya.

## 2.10 Penentuan Konsentrasi *Methylene Blue* dengan Metode Spektrofotometri

Penentuan konsentrasi *methylene blue* menggunakan metode Spektrofotometri sinar tampak. Semua reaksi kimia dapat terlibat diantaranya melalui reaksi redoks, reaksi pembentukan kompleks dan reaksi yang menggunakan senyawa organik [28]. Spektrofotometer sinar tampak merupakan alat yang digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang [29].

Radiasi elektromagnetik yang digunakan dalam spektrofotometri sinar tampak meliputi daerah dengan panjang gelombang antara 400 – 700 nm [30]. Menurut hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi zat yang menyerap dan panjang lintasan radiasi dalam medium. Hal ini dapat dituliskan melalui persamaan [31]:

$$A = -\log T \quad (2.9)$$

$$A = \epsilon bc \quad (2.10)$$



Keterangan:

A = Absorbansi

c = Konsentrasi larutan ( $\text{mol L}^{-1}$ )

$\varepsilon$  = Absorptivitas ( $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ )

b = Tebal medium yang menyerap (cm)

T = Transmittan

Absorbansi *methylene blue* dapat ditentukan dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 660 nm. Warna dari *methylene blue* disebabkan oleh perpanjangan sistem konjugasi dimana hal ini dapat terjadi karena sistem konjugasi akan memperkecil jarak antara tingkat energi dasar dan tingkat energi eksitasi. Dengan jarak yang kecil ini menyebabkan energi yang diperlukan untuk melakukan eksitasi elektron dari keadaan dasar ke keadaan yang lebih tinggi (eksitasi) akan berkurang, sehingga akan menyebabkan panjang gelombang untuk terjadinya serapan pancaran sinar yang diperlukan akan meningkat [1].

## 2.11 Konstanta Laju Degradasi Fotokatalitik

Kinetika proses fotokatalitik menunjukkan bahwa tingkat degradasi *methylene blue* menggunakan persamaan Langmuir-Hinshelwood (L-H).

$$r = -\frac{dC}{dt} = \frac{kKC}{1+KC} \quad (2.11)$$

$r$  adalah tingkat oksidasi reaktan ( $\text{mg /Lmin}$ ),  $C$  adalah konsentrasi reaktan ( $\text{mg/L}$ ),  $t$  menunjukkan waktu tertentu yang digunakan dalam proses fotodegradasi,  $k$  tetapan laju reaksi ( $\text{mg/Lmin}$ ), dan  $K$  adalah koefisien adsorpsi reaktan ( $\text{L/mg}$ ). Ketika konsentrasi senyawa kimia  $C_0$  sangat kecil persamaan di atas dapat disederhanakan menjadi persamaan orde pertama-semu [32]:

$$\ln \left( \frac{C_0}{C_t} \right) = kt \quad (2.12)$$

Konstanta laju pada orde pertama-semu ( $k$ ) dapat ditentukan melalui *slope* (kemiringan) pada persamaan regresi linier hubungan antara  $\ln C_0/C_t$  terhadap  $t$  (waktu).

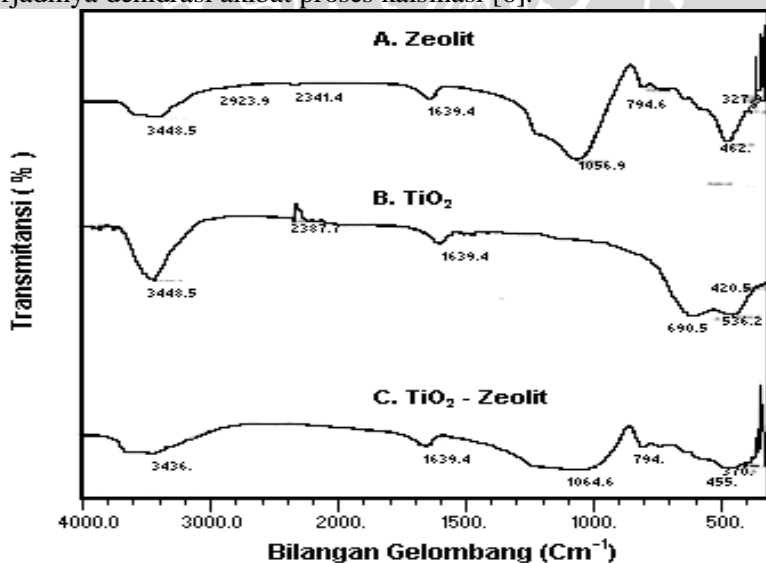
## 2.12 Karakterisasi $\text{TiO}_2$ -Zeolit

### 2.12.1 Spektroskopi Infra Merah (IR)

Spektroskopi infra merah merupakan salah satu alat yang banyak dipakai untuk mengidentifikasi senyawa baik alami maupun

buatan. Bila sinar infra merah dilewatkan melalui cuplikan senyawa organik, maka sejumlah frekuensi akan diserap sedang frekuensi yang lain diteruskan atau ditransmisikan tanpa diserap. Gambaran antara persen absorpsi atau persen transmisi terhadap frekuensi akan menghasilkan suatu spektrum infra merah. Transisi yang terjadi didalam serapan infra merah berkaitan dengan perubahan-perubahan vibrasi dalam molekul [33].

Daerah radiasi spektroskopi infra merah berkisar pada bilangan gelombang  $1280-10\text{ cm}^{-1}$  atau pada panjang gelombang  $0,78-1000\ \mu\text{m}$  [34]. Hasil analisis dengan spektroskopi infra merah (Gambar 2.7) memberikan informasi karakteristik serapan gugus fungsional secara kualitatif dari zeolit asal, kristal  $\text{TiO}_2$  (anatase), dan  $\text{TiO}_2$ -zeolit. Perbandingan serapan karakteristik tersebut disajikan dalam Tabel 2.2. Dari hasil analisis FTIR terlihat bahwa terdapat serapan pada bilangan gelombang  $2923,9\text{ cm}^{-1}$  merefleksikan adanya gugus C-H, karena daerah ini merupakan vibrasi ulur C-H. Gugus C-H ini diduga berasal dari pengotor senyawa organik yang tereperangkap dalam kerangka zeolit. Adanya penurunan serapan O-H regang pada  $\text{TiO}_2$ -zeolit yang menunjukkan terjadinya dehidrasi akibat proses kalsinasi [6].



**Gambar 2.7** Spektra FTIR (a) zeolit, (b) kristal  $\text{TiO}_2$  (anatase), dan (c)  $\text{TiO}_2$ -zeolit

**Tabel 2.2** Perbandingan serapan gugus fungsional dari zeolit asal, kristal TiO<sub>2</sub>(anatase) dan TiO<sub>2</sub>-zeolit

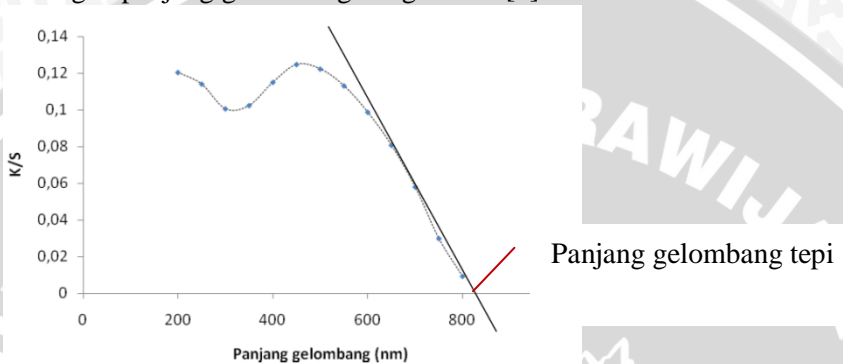
Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			Serapan
Zeolit Alam	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub> -Zeolit	
3448,5	3448,5	3436,9	OH regang dari OH oktahedral dan atau H <sub>2</sub> O
2923,9	-	-	Bahan organik
-	2387,7	-	Serapan Ti-O
1639,4	1639,4	1639,4	O-H tekuk dari H <sub>2</sub> O
1056,9	-	1064,6	Regangan 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 <sub>2</sub>
462,9	-	455	Al-O dan Si-O bonding

### 2.12.2 Spektroskopi UV-Vis *Diffuse Reflectance*

Spektroskopi UV-Vis *Diffuse Reflectance* digunakan untuk menentukan energi *band gap* dan sifat elektronik komposit serta menentukan serapan panjang gelombang baru suatu material. Prinsip kerja UV-Vis *Diffuse Reflectance* didasarkan pada interaksi antara energi radiasi UV-Vis dengan materi yang berupa molekul. Apabila suatu sinar monokromatis paralel datang dengan sudut tertentu mengenai lapisan permukaan materi padatan, maka sebagian sinar akan direfleksikan tanpa transmisi, sisa sinar akan diserap dan muncul kembali ke permukaan setelah dihamburkan (*scattered*) oleh material tersebut. Sinar yang muncul kembali ini disebut sinar difusi yang akan diterima detektor [35]. Hasil pengukuran dengan metode spektrofotometri *Diffuse Reflectance* berupa spektra yang menunjukkan hubungan %R versus panjang gelombang dan absorbansi versus panjang gelombang. Berdasarkan data UV-Vis *Diffuse Reflectance*, diolah dengan persamaan Kubelka-Munk sebagai berikut [36]:

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-R_{\infty})}{2R_{\infty}} = F(R_{\infty}) \quad (2.13)$$

K merupakan koefisien absorpsi dan S koefisien hamburan dalam satuan  $(\text{cm}^{-1})$ , untuk  $R_{\infty} = R_{\text{sample}} = R_{\text{standard}}$  menunjukkan nilai reflektansi. Setelah diperoleh nilai K/S selanjutnya dibuat grafik hubungan panjang gelombang dengan K/S [2].



**Gambar 2.8** Grafik hubungan panjang gelombang dan K/S

Dari grafik (Gambar 2.8) diperoleh panjang gelombang tepi yang merupakan nilai  $\lambda$  yang kemudian dimasukkan dalam persamaan [2]:

$$E = \frac{h c}{\lambda} \quad (2.14)$$

E adalah  $E_g$  dalam satuan kJ, h adalah tetapan Planck =  $6,626 \times 10^{-34}$  Js, c adalah kecepatan cahaya =  $3 \times 10^8$  m/s dan  $\lambda$  = panjang gelombang tepi dalam satuan m. Nilai  $E_g$  dalam satuan kJ dikonversi ke dalam eV.

### 2.12.3 Surface Area Analyzer (SAA)

*Surface Area Analyzer* (SAA) merupakan salah satu alat utama dalam karakterisasi materia yang memerlukan sampel dalam jumlah yang kecil biasanya berkisar 0.1 sampai 0.01 gram . Alat ini khususnya berfungsi untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan. Alat ini prinsip kerjanya menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu konstan biasanya suhu dididh dari gas tersebut. Alat tersebut pada dasarnya

hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu. Secara sederhana, jika kita mengetahui berapa volume gas spesifik yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu dan kita mengetahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung [37].

Data volume gas yang dimasukkan yang telah diketahui jumlahnya dan data hasil kenaikan tekanan dibuat sebagai persamaan BET yang dipakai sebagai dasar perhitungan luas permukaan serbuk [37].

$$\frac{1}{X\left(\left(\frac{P_0}{P}\right)-1\right)} = \frac{1}{X_m C} + \frac{C-1}{X_m C} \times \frac{P}{P_0} \quad (2.15)$$

Keterangan:

- Pa = Tekanan kesetimbangan adsorpsi
- Po = Tekanan jenuh adsorpsi
- X = Berat gas yang diserap pada tekanan kesetimbangan P
- Xm = Berat gas yang diserap sebagai lapisan tunggal
- C = Tetapan energi adsorpsi
- P/Po = Tekanan relatif adsorpsi



## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dan perancangan alat ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA Universitas Brawijaya. Waktu penelitian dilaksanakan pada September 2013 sampai dengan Desember 2013.

### 3.2 Bahan dan Alat Penelitian

#### 3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain zeolit alam Turen,  $\text{TiO}_2$  teknis, aquades,  $\text{AgNO}_3$  0,1 M, HCl (37%,  $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$ ), zat warna *methylene blue* (Uni Chem), etanol 96%.

#### 3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas terdiri dari pipet ukur (10mL), pipet volume (5mL), pipet tetes, gelas beker (50mL, 250mL), labu erlenmeyer (250mL), dan labu ukur (25mL, 1000mL), cawan porselen, mortar dan penggerus porselin, ayakan berukuran 150 dan 200 *mesh*, kertas saring, desikator, neraca analitik *Ohaus*, *magnetic stirrer*, *motor rotary* model *Thermo Scientific*, *shaker* merk *Wiseshake SHO-2D*, oven model *Fischer scientific Isotemp 655 F*, tanur merk *Burnstead Thermolyne 6000*, fotoreaktor terdiri dari lampu UV 325 nm 10 watt, reaktor berukuran 40 cm x 40 cm x 40 cm, instrumentasi spektrometri merk *Genesys 20*, FTIR merk *Shimadzu*, Spektroskopi UV-Visible *Diffuse Reflectance*, dan *Surface Area Analyzer (SAA)* merk *Quantachrome NovaWin2*.

### 3.3 Tahap Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam.
2. Sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit.
3. Karakterisasi  $\text{TiO}_2$ -zeolit.
4. Uji fotodegradasi zat warna *methylene blue*.
5. Penentuan konsentrasi *methylene blue* sisa degradasi dengan spektrometri 20.
6. Analisa data.

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Preparasi Zeolit Alam**

Sebanyak 300 gram zeolit alam digerus menggunakan mortar dan penggerus porselin sampai halus. Kemudian diayak hingga lolos dari ayakan yang berukuran 150 *mesh* dan tertinggal pada ayakan 200 *mesh*. Setiap 50 gram zeolit yang tertinggal pada ayakan 200 *mesh* dicuci dengan 250 mL aquades dalam erlenmeyer 250 mL sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Suspensi disaring dengan menggunakan kertas saring dan dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 110°C. Sebanyak  $\pm 96$  gram zeolit hasil pencucian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL masing-masing 16 gram dan ditambahkan dengan 150 mL HCl 0,4 M. Erlenmeyer ditutup dengan *aluminium foil* dan dikocok dengan *shaker* selama empat jam dengan kecepatan 100 rpm. Zeolit disaring dan dicuci dengan aquades hingga filtrat bebas ion Cl<sup>-</sup>. Uji bebas ion Cl<sup>-</sup> dilakukan dengan penambahan AgNO<sub>3</sub> 0,1 M pada filtrat hingga tidak terbentuk endapan putih. Residu zeolit dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C selama 2 jam kemudian ditimbang hingga diperoleh massa konstan. Zeolit hasil preparasi siap digunakan untuk impregnasi.

#### **3.4.2 Preparasi TiO<sub>2</sub> Terimpregnasi pada Zeolit (TiO<sub>2</sub>-Zeolit)**

Pembuatan TiO<sub>2</sub> terimpregnasi pada zeolit dilakukan dengan variasi konsentrasi TiO<sub>2</sub> (5; 10; 12,5; 15; 20; 25 mmol dalam 1 gram zeolit) dengan cara mencampurkan padatan TiO<sub>2</sub> (1,2; 2,4; 3; 3,6; 4,8; 6 g) masing-masing dengan 3 g zeolit ditambah 10 mL etanol 96% dalam gelas beker 50 mL, sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 5 jam. TiO<sub>2</sub>-zeolit yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 5 jam. Setelah kering digerus sampai halus kemudian diayak menggunakan ayakan 150 *mesh*. Kemudian TiO<sub>2</sub>-zeolit dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Padatan yang diperoleh dianalisis dengan FTIR, UV-Visible *Diffuse Reflectance*, dan SAA.

### **3.4.3 Pengaruh Konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam Zeolit terhadap Degradasi Methylene Blue**

Lima buah gelas beker 50 mL masing-masing diisi dengan 25 mL *methylene blue* 20 mg/L. Ke dalam beker tersebut ditambahkan 50 mg TiO<sub>2</sub>-zeolit (hasil preparasi 3.4.2) sehingga terbentuk suspensi. Selanjutnya dilakukan penyinaran menggunakan sinar ultraviolet (UV) di dalam fotoreaktor selama 10, 20, 30, 40, 50 menit. Proses fotodegradasi dilakukan secara duplo. Konsentrasi larutan *methylene blue* hasil degradasi ditentukan sesuai dengan prosedur 3.5.5.3.

### **3.4.4 Uji Efektivitas Penggunaan Kembali (Reuse) Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Zeolit pada Degradasi Methylene Blue**

Lima buah gelas beker 50 mL masing-masing diisi dengan 25 mL *methylene blue* 20 mg/L. Ke dalam beker tersebut ditambahkan 50 mg TiO<sub>2</sub>-zeolit dengan konsentrasi optimum (hasil proses fotodegradasi 3.4.3). Kemudian dilakukan penyinaran menggunakan sinar ultraviolet (UV) di dalam fotoreaktor dengan lama penyinaran selama 50 menit.

Fotokatalis yang telah digunakan dalam proses fotodegradasi tersebut dipisahkan dari larutan *methylene blue* dengan cara disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C. Kemudian fotokatalis dicuci menggunakan aquades pada erlenmeyer 250 mL dan dilakukan pengocokan dengan *shaker* selama 2 jam. Setelah itu fotokatalis disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C. Fotokatalis yang telah dicuci dan dikeringkan digunakan kembali untuk fotodegradasi larutan *methylene blue* dengan konsentrasi yang sama dan prosedur yang sama. Setiap proses fotodegradasi dilakukan secara duplo. Konsentrasi larutan *methylene blue* hasil degradasi ditentukan sesuai dengan prosedur 3.5.5.3.

### **3.4.5 Degradasi Methylene Blue dengan TiO<sub>2</sub>-Zeolit, Zeolit, TiO<sub>2</sub>, dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum**

Empat buah gelas beker diisi larutan *methylene blue* 20 mg/L sebanyak 25 mL dengan perlakuan yang berbeda, yaitu masing-masing gelas beker berisi larutan *methylene blue* saja; berisi *methylene blue* dan 50 mg fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit; berisi *methylene blue* dan 50 mg fotokatalis TiO<sub>2</sub>; dan berisi *methylene blue* dan 50

mg zeolit. Kemudian dilakukan proses fotodegradasi ke dalam fotoreaktor selama 50 menit. Sebagai pengontrol dilakukan prosedur yang sama dengan dibiarkan pada tempat yang gelap. Konsentrasi larutan *methylene blue* hasil kedua perlakuan ditentukan sesuai dengan prosedur 3.5.5.3.

### **3.5.5 Penentuan Konsentrasi Sisa *Methylene Blue* secara Spektrofotometri**

#### **3.5.5.1 Penentuan $\lambda$ maksimum**

Penentuan  $\lambda$  maksimum ini diperoleh dengan cara mengukur larutan *methylene blue* 1 mg/L pada berbagai variasi panjang gelombang yaitu 610-700 nm dengan menggunakan spektronik 20 dan dilakukan dalam 3 kali pengulangan.

#### **3.5.5.2 Pembuatan Kurva Baku *Methylene Blue***

Untuk penentuan kurva baku, dibuat larutan *methylene blue* dengan sederetan konsentrasi (0; 1; 2; 3; 4; 5) mg/L pada kondisi pH 7. Kemudian larutan diukur absorbansinya menggunakan spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (mg/L) sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y sehingga diperoleh persamaan regresi linier  $y = ax$ .

#### **3.5.5.3 Penentuan Konsentrasi *Methylene Blue* yang Tidak Terdegradasi**

Sebanyak 5 mL filtrat dari masing – masing hasil degradasi diambil dengan pipet volume, lalu dimasukkan ke dalam gelas beaker 50 mL dan dikondisikan pada pH 7. Kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, lalu ditambahkan aquades hingga tanda batas. Setelah itu larutan *methylene blue* yang telah terdegradasi diukur menggunakan spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum dan konsentrasi *methylene blue* yang tidak terdegradasi ditentukan dengan memasukkan nilai absorbansi dari filtrat ke dalam persamaan kurva baku. Dari data konsentrasi *methylene blue* yang telah dihitung, kemudian dibuat grafik  $\ln(C_0/C_t)$  sebagai fungsi waktu.



### 3.5 Analisis Data

#### 3.5.1 Penentuan Persentase Degradasi *Methylene Blue*

Penentuan persentase *methylene blue* yang terdegradasi dapat menggunakan persamaan (3.1):

$$\% \text{Degradasi} = \frac{C_{awal} - C_{akhir}}{C_{awal}} \times 100\% \quad (3.1)$$

$C_{awal}$  adalah konsentrasi *methylene blue* sebelum degradasi dan  $C_{akhir}$  adalah konsentrasi *methylene blue* setelah degradasi yang didapat dari nilai absorbansi yang diplotkan pada persamaan (3.2):

$$y = ax \quad (3.2)$$

$y$  merupakan nilai absorbansi,  $a$  merupakan nilai  $k$  yang diperoleh dari persamaan, dan  $x$  merupakan konsentrasi yang dicari nilainya.

#### 3.5.2 Penentuan Konstanta Laju Reaksi Fotodegradasi

Penentuan konstanta laju reaksi fotodegradasi dengan cara membuat kurva hubungan antara  $\ln(C_0/C_t)$  sebagai sumbu  $y$  terhadap lama waktu ( $t$ ) penyinaran sebagai sumbu  $x$ . Sehingga konstanta laju dapat ditentukan dengan persamaan (3.3):

$$\ln \frac{C_0}{C_t} = kt \quad (3.3)$$

$C_0$  adalah konsentrasi *methylene blue* sebelum degradasi dan  $C_t$  adalah konsentrasi *methylene blue* setelah degradasi.

### 3.6 Karakterisasi $\text{TiO}_2$ -Zeolit

#### 3.6.1 Karakterisasi Gugus Fungsional Menggunakan Spektrometer FTIR

Spektrometer infra merah digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang terdapat dalam fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit pada bilangan gelombang  $4000\text{-}400 \text{ cm}^{-1}$  dengan metode pelet KBr.

#### 3.6.2 Karakterisasi Energi *Band Gap* ( $E_g$ ) Menggunakan Spektrofotometer DR UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis *diffuse-reflectance* pada panjang gelombang  $200\text{-}800 \text{ nm}$  digunakan untuk mengetahui nilai panjang gelombang fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit. Nilai panjang gelombang tersebut dapat digunakan untuk menghitung energi *band gap* ( $E_g$ ) fotokatalis yang mengacu pada persamaan 2.13 dan persamaan 2.14.



### 3.6.3 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan *Surface Area Analyzer (SAA)*

Karakterisasi ini bertujuan untuk menentukan luas permukaan spesifik ( $\text{m}^2/\text{g}$ ), distribusi pori ( $\text{cm}^3/\text{\AA}/\text{g}$ ), jejari rata-rata ( $\text{\AA}$ ) dan volume total pori ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) dari fotokatalis.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi Zeolit

Preparasi zeolit dilakukan dengan melakukan pengayakan zeolit alam yang telah dihaluskan menggunakan ayakan 150 *mesh* dan 200 *mesh*. Tujuan dari pengayakan zeolit alam ini untuk mendapatkan zeolit yang memiliki ukuran partikel seragam antara 150-200 *mesh*. Zeolit yang diperoleh dari pengayakan memiliki ukuran partikel lebih kecil, luas permukaan yang lebih besar, dan situs aktif lebih banyak. Zeolit alam yang telah diayak kemudian diaktivasi secara fisika dan kimia.

Aktivasi zeolit secara fisika dilakukan dengan mencuci zeolit menggunakan aquades dan diaduk selama  $\pm 1$  jam. Tujuan dari aktivasi zeolit secara fisika adalah untuk menghilangkan pengotor-pengotor pada permukaan zeolit dan pori-pori zeolit yang terlarut dalam air sehingga dapat memperbesar diameter dan volume pori dari zeolit. Pengadukan yang dilakukan selama 1 jam bertujuan agar semua pengotor yang bersifat polar pada zeolit dapat larut dengan sempurna dalam aquades.

Aktivasi kimia zeolit dilakukan dengan menggunakan larutan HCl 0,4 M dan proses pengocokan menggunakan *shaker* selama 4 jam dengan kecepatan 100 rpm. Tujuan dari aktivasi menggunakan larutan HCl yaitu untuk menghilangkan pengotor-pengotor pada zeolit yang larut dalam asam, contohnya senyawa oksida logam. Senyawa oksida logam yang terdapat dalam zeolit alam umumnya adalah  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{BaO}$  [38]. Serta untuk memaksimalkan pertukaran kation antara kation penyeimbang seperti  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , dan  $\text{Ba}^{2+}$  dengan kation  $\text{H}^+$  yang terbentuk dari disosiasi HCl dalam larutannya, sehingga proses penyeragaman kation dan perluasan pori-pori pada zeolit terjadi secara maksimal.

Setelah dilakukan proses aktivasi dan penyeragaman kation menggunakan HCl, zeolit perlu dicuci terlebih dahulu menggunakan aquades secara berulang. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan ion  $\text{Cl}^-$  yang terdapat pada zeolit setelah proses penyeragaman kation yang menggunakan HCl. Pengujian terhadap ion  $\text{Cl}^-$  dilakukan dengan menggunakan larutan  $\text{AgNO}_3$  yang

diteteskan pada filtrat hasil pencucian zeolit. Warna keruh yang timbul pada filtrat setelah diteteskan  $\text{AgNO}_3$  mengindikasikan bahwa masih terdapat ion  $\text{Cl}^-$ , karena masih terbentuknya endapan putih  $\text{AgCl}$ . Pencucian ini dilakukan secara berulang, dan dihentikan setelah hasil uji filtrat dengan  $\text{AgNO}_3$  menghasilkan warna yang tidak keruh.

Zeolit yang diperoleh setelah aktivasi fisika, kimia, dan penyeragaman kation disebut zeolit teraktivasi yang memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar [38]. Zeolit teraktivasi kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur  $110^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan kadar air dalam zeolit sehingga siap digunakan untuk proses impregnasi dengan katalis  $\text{TiO}_2$ .

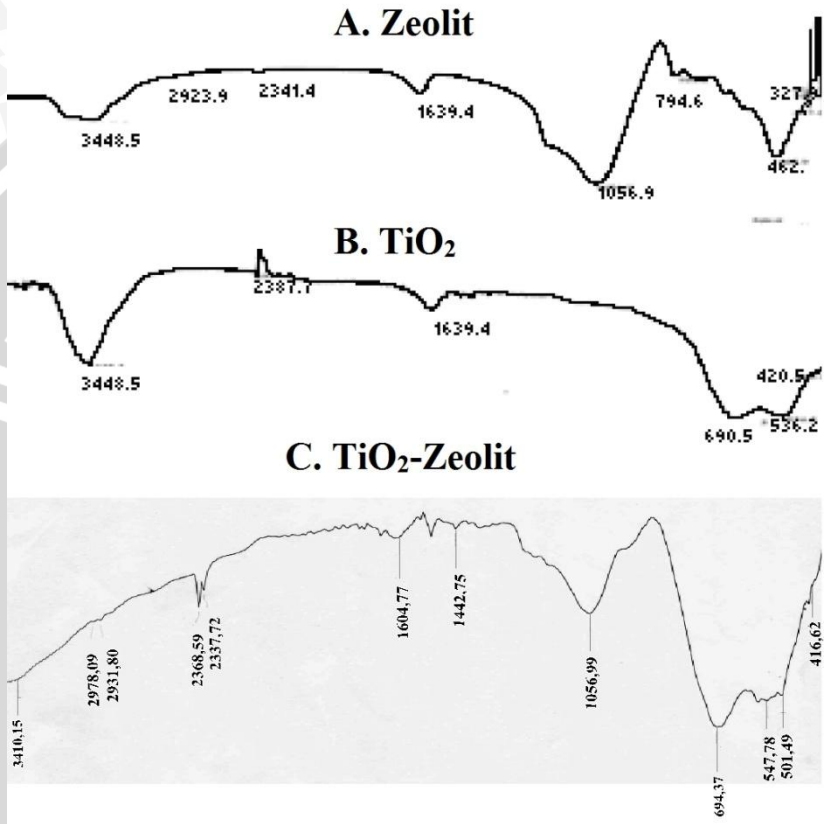
#### **4.2 Preparasi $\text{TiO}_2$ Terimpregnasi pada Zeolit**

Impregnasi serbuk  $\text{TiO}_2$  pada padatan zeolit teraktivasi dilakukan dengan menggunakan pelarut etanol 96% sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 5 jam bertujuan untuk meratakan proses dispersi  $\text{TiO}_2$  dalam zeolit sehingga diperoleh fotokatalis dengan kemampuan ganda antara adsorpsi dan katalisis dalam mendegradasi zat warna *methylene blue* secara fotokimia. Impregnasi terjadi melalui proses interkalasi (penyisipan)  $\text{TiO}_2$  ke dalam daerah antar lapis (*interlayer*) pada zeolit melalui mekanisme pertukaran kation dan membentuk komposit polimer [27].

Setelah tahap impregnasi,  $\text{TiO}_2$ -zeolit dikeringkan dalam oven pada temperatur  $120^\circ\text{C}$  selama 5 jam untuk menghilangkan pelarut etanol.  $\text{TiO}_2$ -zeolit yang telah kering digerus dan diayak dengan ukuran 150 *mesh* sehingga ukuran  $\text{TiO}_2$ -zeolit terseragamkan. Tahap selanjutnya dilakukan kalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$ . Pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  zeolit akan melepas satu molekul air dari rangkaian kristalnya sehingga terjadi penggabungan partikel-partikel pada permukaan eksternal dan internal yang bertujuan agar  $\text{TiO}_2$  terikat lebih kuat pada permukaan zeolit [39].

### 4.3 Karakterisasi TiO<sub>2</sub>-Zeolit

#### 4.3.1 Karakterisasi Gugus Fungsional Menggunakan Spektrofotometer FTIR



**Gambar 4.1** Spektra IR (a) zeolit, (b) kristal TiO<sub>2</sub>(anatase), dan (c) TiO<sub>2</sub>-zeolit

Spektra zeolit (Gambar 4.1a) pada hasil penelitian Utubira [6] memperlihatkan bahwa serapan pada bilangan gelombang 3448,5 cm<sup>-1</sup> adalah karakteristik untuk rentangan O-H oktahedral (O-H) regang) dari H<sub>2</sub>O, diperkuat oleh serapan pada bilangan gelombang 1639,4 cm<sup>-1</sup> yang merupakan deformasi dari H<sub>2</sub>O (O-H tekuk). Serapan vibrasi ulur C-H pada bilangan gelombang 2923,9 cm<sup>-1</sup> merefleksikan adanya gugus C-H. Gugus C-H ini diduga berasal dari

pengotor senyawa organik yang tereperangkap dalam kerangka zeolit. Serapan pada bilangan gelombang  $1056,9 \text{ cm}^{-1}$  dan  $794,6 \text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan regangan asimetris internal dan simetris eksternal O-Si-O atau O-Al-O. Serapan pada bilangan gelombang  $462,9 \text{ cm}^{-1}$  adalah karakteristik ikatan Al-O dan Si-O bonding dari kerangka alumina silikat [40].

Pada spektra FTIR  $\text{TiO}_2$ -zeolit (Gambar 4.1c) terdapat bilangan gelombang  $3410,15 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan ikatan O-H regang dari gugus OH. Adanya penurunan serapan O-H regang pada  $\text{TiO}_2$ -zeolit menunjukkan terjadinya dehidrasi akibat proses kalsinasi. Terdapat bilangan gelombang  $1604,77 \text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari ikatan  $\text{H}_2\text{O}$  (O-H tekuk), serta bilangan gelombang  $1056,99 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan regangan asimetris internal O-Si-O atau O-Al-O dari zeolit. Berdasarkan hasil analisis FTIR ini dapat dipastikan terbentuknya  $\text{TiO}_2$  pada permukaan zeolit baik eksternal maupun internal, yaitu dengan munculnya serapan  $2368,59 \text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya vibrasi Ti-O-Ti, serapan  $694,37 \text{ cm}^{-1}$  dan  $416,62 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan karakter  $\text{TiO}_2$  [41].

#### 4.3.2 Karakterisasi Energi *Band Gap* ( $E_g$ ) Menggunakan Spektrofotometer DR UV-Vis

Data spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance* digunakan untuk menentukan energi *band gap* ( $E_g$ ) zeolit, fotokatalis  $\text{TiO}_2$ , dan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit. Energi *band gap* ( $E_g$ ) merupakan energi celah antara pita valensi yang penuh elektron dengan pita konduksi yang kosong elektron. Energi *band gap* ( $E_g$ ) terjadi karena adanya *overlapping* orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal ini menjadikan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar  $E_g$  yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi reduksi yang diinduksi oleh cahaya, apabila terjadi penyerapan cahaya oleh  $E_g$  di antara kedua pita tersebut. Pada saat terjadi eksitasi yang melewati  $E_g$  diperlukan waktu tenggang dalam skala nanosekon untuk menghasilkan pasangan elektron-hole sebagai hasil eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi [42].

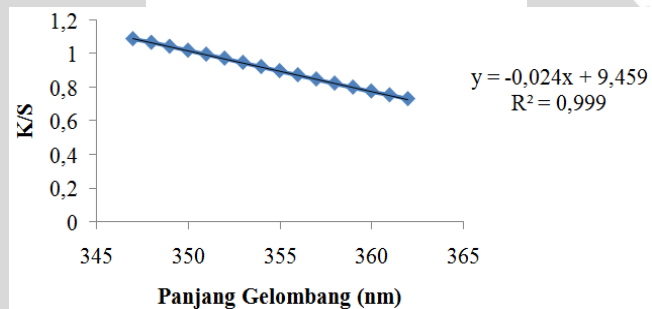
Data spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance* diolah menggunakan persamaan Kubelka-Munk dengan membuat kurva hubungan panjang gelombang dan K/S. Harga pajang gelombang tepi dari fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit ditentukan dengan perpotongan



fungsi linear terhadap sumbu absis, nilai  $y = 0$ . Harga  $K/S$  menunjukkan koefisien sinar yang diserap oleh fotokatalis  $TiO_2$ -zeolit dibandingkan sinar yang dihamburkan (*scattered*). Panjang gelombang tersebut merupakan *absorption edge* ( $\lambda_g$ ) yang dapat digunakan untuk menghitung energi *band gap* dengan rumus [2]:

$$E = \frac{h c}{\lambda_g} = \frac{1240}{\lambda_g} \text{ eV}$$

Faktor korelasi dari regresi linier sebagaimana terlihat pada Gambar 4.2 menunjukkan nilai 0,999 dalam kata lain keakuratan dari fungsi dengan data-data yang diperoleh ini cukup baik. Sebagaimana faktor korelasi itu sendiri akan memberikan keakuratan yang sempurna bilamana harga mendekati satu [43].



**Gambar 4.2** Kurva hubungan panjang gelombang terhadap nilai  $K/S$  pada  $TiO_2$ -zeolit

Berdasarkan data UV-Vis *Diffuse Reflectance* yang telah diolah dengan persamaan Kubelka-Munk, diperoleh nilai panjang gelombang tepi fotokatalis  $TiO_2$ -zeolit 394 nm dengan energi *band gap* ( $E_g$ ) sebesar 3,15 eV. Nilai energi *band gap* ( $E_g$ ) fotokatalis  $TiO_2$ -zeolit hasil sintesis tidak jauh berbeda dengan nilai teoritis fotokatalis  $TiO_2$ , yaitu 3,2 eV dengan serapan maksimum berada pada daerah panjang gelombang sinar UV [9].

Energi foton dari sinar UV dibutuhkan agar elektron tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi sehingga membentuk pasangan  $h_{VB}^+$  dan  $e_{CB}^-$  [25]. Proses reaksi fotokatalitik terus menerus berlangsung tergantung pada intensitas cahaya yang teriluminasi ke permukaan semikonduktor [2].

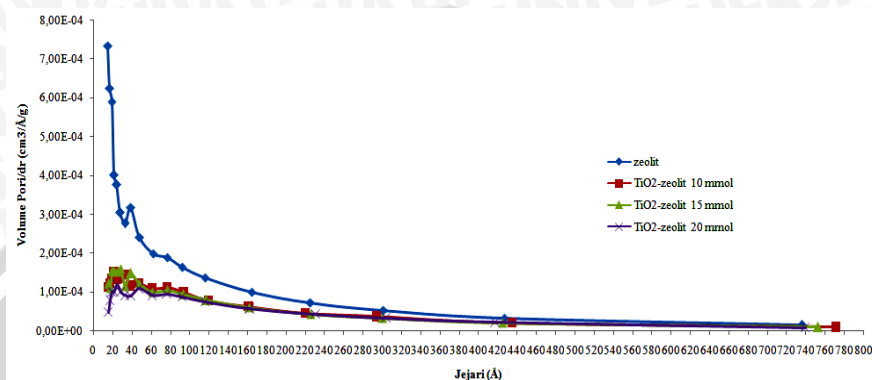
### 4.3.3 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan *Surface Area Analyzer (SAA)*

Karakter luas permukaan kontak fotokatalis dengan reaktan dapat dilihat dengan pengukuran luas permukaan spesifik padatan fotokatalis. Metode yang paling populer dan sering digunakan adalah metode BET. Dalam metode ini padatan diasumsikan sebagai padatan monolayer yang akan mengadsorpsi gas N<sub>2</sub> pada tekanan yang sangat rendah kemudian ditentukan perubahan tekanan yang terjadi sebelum dan sesudah proses adsorpsi gas N<sub>2</sub> hingga jenuh [44]. Hasil penentuan luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume total pori masing-masing padatan katalis ditampilkan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Hasil penentuan luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume total pori total menggunakan metode BET

Katalis	Luas Permukaan Spesifik (m <sup>2</sup> /g)	Rerata Jejari Pori (Å)	Total Volume Pori (cm <sup>3</sup> /g)
Zeolit	113.69	18,67	1.06x10 <sup>-1</sup>
TiO <sub>2</sub> -zeolit 10 mmol/g	13.30	51,66	3.44x10 <sup>-2</sup>
TiO <sub>2</sub> -zeolit 15 mmol/g	12.42	53,42	3.32x10 <sup>-2</sup>
TiO <sub>2</sub> -zeolit 20 mmol/g	10.86	56,01	3.04x10 <sup>-2</sup>

Luas permukaan spesifik dan total volume pori pada zeolit yang besar menunjukkan bahwa permukaan pori-pori dari zeolit alam blum terisi. Pengembanan TiO<sub>2</sub> pada zeolit menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik padatan terjadi karena agregasi TiO<sub>2</sub> pada permukaan padatan sehingga menutupi pori-pori zeolit alam. Agregasi yang terjadi menyebabkan pembentukan rongga TiO<sub>2</sub> sendiri ditunjukkan dengan peningkatan rerata jejari pori dari TiO<sub>2</sub>-zeolit [8][11].



**Gambar 4.3** Kurva distribusi ukuran pori zeolit dan  $\text{TiO}_2$ -zeolit

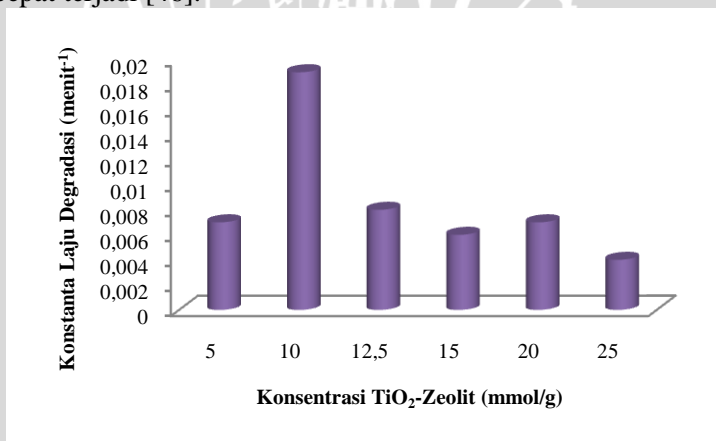
Ukuran pori suatu material digolongkan menjadi tiga sesuai dengan daerah kisarannya yaitu daerah mikropori ( $<20\text{Å}$ ), daerah mesopori ( $20\text{-}500\text{Å}$ ), daerah makropori ( $>500\text{Å}$ ) [25]. Adanya pembentukan  $\text{TiO}_2$  dengan konsentrasi yang meningkat pada zeolit menyebabkan pergeseran ukuran pori sebagian ke wilayah mikropori (Gambar 4.3), sedangkan zeolit sendiri memiliki pori-pori di wilayah mesopori ( $40\text{ Å}$ ). Penurunan sifat-sifat fisikokimia zeolit akibat pembentukan  $\text{TiO}_2$  diharapkan dapat menaikkan performa fotokatalitik bahan tersebut. Dari hasil karakterisasi yang telah dikemukakan di atas dapat diyakini bahwa  $\text{TiO}_2$  telah terbentuk dipermukaan eksternal maupun internal zeolit asal [45].

#### 4.4 Pengaruh Konsentrasi $\text{TiO}_2$ dalam Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue*

Fotodegradasi *methylene blue* dilakukan dengan enam variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -zeolit yang berbeda yaitu (5; 10; 12,5; 15; 20; dan 25) mmol  $\text{TiO}_2/\text{g}$  zeolit. Pada proses fotodegradasi ini, digunakan 50 mg  $\text{TiO}_2$ -zeolit yang didispersikan dalam 25 mL *methylene blue*. Penyinaran dilakukan dengan variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50 menit untuk mempelajari aktivitas fotokatalitiknya sebagai fungsi waktu. Filtrat yang telah terdegradasi dianalisis dengan spektronik 20 pada panjang gelombang 663 nm. Konstanta laju fotodegradasi zat warna *methylene blue* dapat ditentukan dengan cara membuat kurva hubungan antara  $\ln(C_0/C_t)$  dari konsentrasi

*methylene blue* awal dan sisa fotodegradasi terhadap selang waktu penyinaran menggunakan sinar UV yang mengikuti persamaan kinetika orde pertama semu atau persamaan kinetika Langmuir-Hinshelwood (L-H). Persamaan ini menunjukkan bahwa laju fotodegradasi berbanding lurus dengan selisih dari konsentrasi zat warna *methylene blue* dalam kesetimbangan dengan banyaknya zat terdegradasi pada waktu tertentu [32]. Pendekatan kinetika orde pertama semu mengasumsikan bahwa laju kinetika degradasi hanya dipengaruhi oleh konsentrasi zat warna *methylene blue*, sedangkan konsentrasi spesi lain seperti radikal  $\bullet\text{OH}$  yang terbentuk dalam larutan dianggap konstan dan tidak mempengaruhi laju degradasi [27].

Laju degradasi menyatakan banyaknya penurunan konsentrasi reaktan atau bertambahnya konsentrasi produk per satuan waktu. Konstanta laju degradasi berbanding lurus dengan laju degradasi, sehingga dengan semakin besarnya nilai konstanta laju degradasi, semakin besar penurunan konsentrasi reaktan per satuan waktu dan semakin banyak *methylene blue* yang dapat terdegradasi. Nilai konstanta laju degradasi yang semakin besar selain menunjukkan banyaknya polutan organik yang menempel pada permukaan fotokatalis, juga menunjukkan bahwa reaksi degradasi semakin cepat terjadi [46].



**Gambar 4.4** Diagram batang hubungan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{-zeolit}$  terhadap konstanta laju degradasi *methylene blue*

**Tabel 4.2** Konstanta laju degradasi *methylene blue*

Variasi Konsentrasi TiO <sub>2</sub> -zeolit (mmol/g)	k(menit <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>
5	0,007	0,851
10	0,019	0,958
12,5	0,008	0,935
15	0,006	0,851
20	0,007	0,818
25	0,004	0,945

Gambar 4.4 dan Tabel 4.2 menunjukkan konstanta laju degradasi terbesar larutan *methylene blue* 20 mg/L adalah 0,019 menit<sup>-1</sup> pada konsentrasi TiO<sub>2</sub> 10 mmol/g zeolit. Pada proses fotodegradasi senyawa *methylene blue* terjadi absorpsi sinar UV oleh TiO<sub>2</sub> diikuti perpindahan elektron pita valensi ke pita konduksi sehingga terbentuk pasangan elektron pada pita konduksi ( $e^-_{CB}$ ) dan lubang positif pada pita valensi ( $h^+_{VB}$ ). Naiknya nilai konstanta laju degradasi *methylene blue* membuktikan bahwa bertambahnya konsentrasi TiO<sub>2</sub> dari 5 mmol/g zeolit hingga 10 mmol/g zeolit akan meningkatkan sisi aktif fotokatalis. Peningkatan sisi aktif menyebabkan banyak ion *methylene blue* terserap pada permukaan TiO<sub>2</sub> yang memiliki *hole* bermuatan positif. *Hole* pada TiO<sub>2</sub> ini akan bereaksi dengan molekul H<sub>2</sub>O atau ion OH<sup>-</sup> dan memproduksi radikal hidroksil ( $\bullet$ OH) semakin banyak yang berperan dalam mendegradasi *methylene blue* [47]. Elektron dan *hole* bereaksi dengan air dan oksigen membentuk radikal yang reaksinya dapat ditulis sebagai berikut [48]:



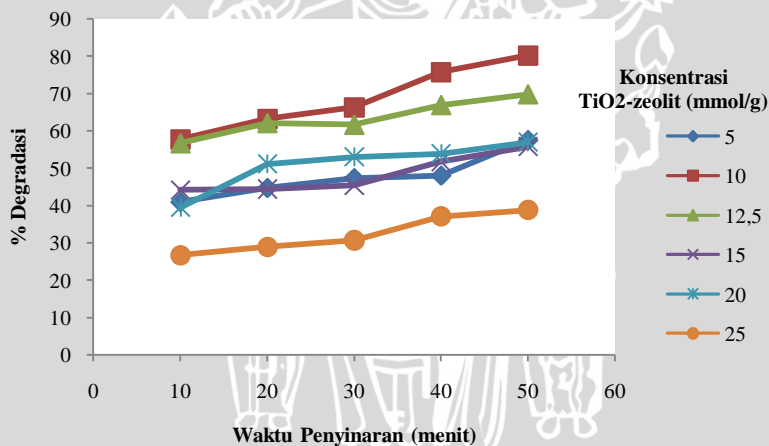
Sedangkan pada penambahan konsentrasi fotokatalis TiO<sub>2</sub> dalam zeolit yang lebih dari 10 mmol/g menyebabkan penurunan nilai konstanta laju. Pada penambahan konsentrasi lebih dari 10 mmol/g terjadi *sintering* (penggumpalan) TiO<sub>2</sub> [23]. Hal ini disebabkan karena pada perbandingan komposisi TiO<sub>2</sub> yang terlalu besar, molekul-molekul TiO<sub>2</sub> akan berdesak-desakan pada pengembangan zeolit sehingga akan membentuk gregat-agregat TiO<sub>2</sub>



yang dapat menurunkan aktivitas fotokatalitiknya [49]. Terjadinya proses *sintering* partikel-partikel  $\text{TiO}_2$  pada permukaan eksternal maupun internal zeolit dibuktikan dengan hasil *Surface Area Analyzer* (SAA) yang menunjukkan adanya penurunan luas permukaan spesifik dan volume pori zeolit ditunjukkan pada Tabel 4.1.

#### 4.5 Pengaruh Waktu Penyinaran terhadap Efektivitas Fotodegradasi *Methylene Blue*

Pada penelitian ini variasi waktu penyinaran dilakukan selama 10, 20, 30, 40, dan 50 menit. Sebanyak 25 mL larutan *methylene blue* pH 7 dengan konsentrasi 20 mg/L ditambahkan 50 mg  $\text{TiO}_2$ -zeolit dengan enam variasi konsentrasi yang berbeda yaitu (5; 10; 12,5; 15; 20; dan 25) mmol  $\text{TiO}_2/\text{g}$  zeolit. Kemudian dilakukan proses penyinaran menggunakan sinar UV. Gambar 4.5 menunjukkan grafik pengaruh lama penyinaran terhadap fotodegradasi *methylene blue* pada berbagai konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -zeolit.



**Gambar 4.5** Kurva hubungan antara pengaruh lama waktu penyinaran terhadap persentase degradasi *methylene blue* 20 mg/L pada berbagai konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -zeolit

Waktu penyinaran dalam proses fotodegradasi menggambarkan lama interaksi (kontak) antara fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -

zeolit dengan cahaya ( $h\nu$ ) dalam menghasilkan radikal  $\bullet\text{OH}$  dan kontak antara radikal  $\bullet\text{OH}$  dengan substrat yaitu zat warna *methylene blue* yang dapat mempengaruhi proses degradasi. Peningkatan waktu penyinaran sebanding dengan energi foton yang diserap oleh fotokatalis, sehingga radikal  $\bullet\text{OH}$  yang terbentuk pada permukaan fotokatalis semakin banyak [2]. Selain itu, semakin lama penyinaran, interaksi antara permukaan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit dengan zat warna *methylene blue* juga semakin meningkat, sehingga dapat memberikan nilai persentase degradasi *methylene blue* yang besar. Besarnya nilai persentase degradasi *methylene blue* menunjukkan semakin banyak *methylene blue* yang terdegradasi. Hasil ini sesuai dengan penelitian dari Ramadhana [13], bahwa degradasi *methyl orange* menggunakan katalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit meningkat hingga waktu 100 menit.

#### **4.6 Degradasi *Methylene Blue* dengan $\text{TiO}_2$ -Zeolit, Zeolit, $\text{TiO}_2$ , dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum**

Pada penelitian ini dibandingkan efektivitas katalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit dengan  $\text{TiO}_2$ , zeolit, dan tanpa adanya katalis dalam proses fotodegradasi *methylene blue* dengan konsentrasi awal 20 mg/L. Semua perlakuan pada penelitian tersebut dilakukan penyinaran dalam waktu optimum yaitu selama 50 menit dengan adanya kontrol perlakuan yang sama pada kondisi gelap (tanpa sinar UV).

Data persentase penurunan konsentrasi *methylene blue* pada kondisi gelap (tanpa sinar UV) dan setelah penyinaran dengan  $\text{TiO}_2$ -zeolit,  $\text{TiO}_2$ , zeolit, dan tanpa katalis pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa larutan *methylene blue* tanpa katalis pada kondisi gelap (tanpa sinar UV) dan dengan penyinaran tidak mengalami proses degradasi dibuktikan dengan tidak ada perubahan konsentrasi. Hal ini terjadi karena pada proses degradasi tidak ada energi yang berupa foton dari lampu UV dan fotokatalis yang dapat menghasilkan radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) [15].

Pada perlakuan *methylene blue* penambahan zeolit, persentase penurunan konsentrasi *methylene blue* yang dihasilkan pada kondisi gelap dan kondisi terang dengan penyinaran sinar UV tidak jauh berbeda. Hasil ini memberikan informasi bahwa tidak terjadi reaksi fotokatalitik pada katalis zeolit, dan mengindikasikan bahwa zeolit berfungsi sebagai adsorben. Zeolit memiliki luas permukaan yang cukup besar. Besarnya luas permukaan zeolit

dibuktikan melalui hasil *Surface Area Analyzer* (SAA), sehingga memungkinkan *methylene blue* dapat terserap pada permukaan zeolit.

**Tabel 4.3** Hasil perlakuan degradasi *methylene blue* pada kondisi gelap dan terang

Bahan	Penurunan Konsentrasi pada Kondisi Gelap(%)	Penurunan Konsentrasi pada Kondisi Terang(%)
Methylene Blue	0	0
Zeolit	67,09	64,69
TiO <sub>2</sub>	16,46	61,94
TiO <sub>2</sub> -zeolit	17,49	80,23

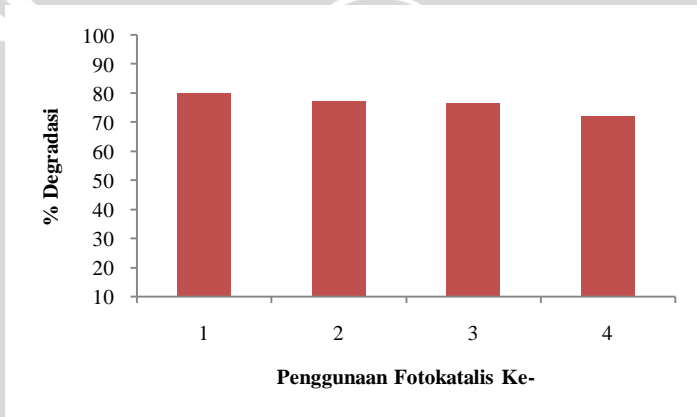
Pada perlakuan *methylene blue* dengan penambahan fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada kondisi gelap (tanpa sinar UV) memberikan persentase penurunan konsentrasi *methylene blue* sebesar 16,46%. Dalam hal ini TiO<sub>2</sub> tidak efektif membentuk radikal hidroksi dan ion superoksida, karena tidak ada energi yang berupa foton dari lampu UV yang mengenai TiO<sub>2</sub>. Sehingga energi yang digunakan untuk mendegradasi *methylene blue* adalah energi dalam sistem [15]. Sedangkan pada kondisi terang dengan penyinaran sinar UV didapatkan nilai persentase penurunan konsentrasi *methylene blue* sebesar 61,94%. Hal ini menunjukkan adanya reaksi fotokatalitik yang disebabkan saat fotokatalis TiO<sub>2</sub> disinari UV akan menghasilkan *hole* ( $h^+_{VB}$ ) dan elektron ( $e^-_{CB}$ ). *Hole* bereaksi dengan H<sub>2</sub>O membentuk radikal hidroksil yang mampu mendegradasi zat warna [8].

Pada perlakuan *methylene blue* dengan penambahan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit yang disinari UV didapatkan persentase penurunan konsentrasi *methylene blue* sebesar 80,23%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan pengembangan maka kemampuan degradasi dari fotokatalis TiO<sub>2</sub> dapat meningkat karena terjadi proses fotokatalitik dan proses adsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit. Hal ini sesuai dengan penelitian dari Fatimah [8], bahwa pengembangan TiO<sub>2</sub> pada permukaan zeolit menghasilkan degradasi limbah zat warna yang lebih baik dibandingkan tanpa pengembangan

pada zeolit. Dengan pengembanan pada zeolit maka luas permukaan  $\text{TiO}_2$  akan meningkat dan keberadaan  $\text{TiO}_2$  lebih terdistribusi.

#### 4.7 Uji Efektivitas Penggunaan Kembali (*Reuse*) Fotokatalis $\text{TiO}_2$ -Zeolit pada Degradasi *Methylene Blue*

Kestabilan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit dapat diuji dengan membandingkan aktivitas fotokatalitik material katalis yang digunakan untuk pertama kali, kedua kali, ketiga kali dan keempat kalinya pada proses fotodegradasi. Penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit dilakukan secara duplo dengan perbandingan 1:2, untuk volume larutan *methylene blue* 20 mg/L sebanyak 25mL dan massa  $\text{TiO}_2$ -zeolit sebanyak 50 mg.



**Gambar 4.6** Diagram batang hubungan penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit terhadap persentase degradasi larutan *methylene blue*

Berdasarkan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa pada proses fotodegradasi pertama dihasilkan nilai rata-rata persentase degradasi larutan *methylene blue* sebesar 79,91%; sedangkan pada proses fotodegradasi ke-2 sebesar 77,31%, ke-3 sebesar 76,38%, dan ke-4 sebesar 72,06%. Pada proses penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit terjadi penurunan persentase degradasi, disebabkan adanya senyawa *methylene blue* yang masih tersorpsi di dalam zeolit dan tidak mengalami desorpsi meskipun dilakukan pencucian dan pengocokan [26]. Penurunan persentase degradasi setiap kali

pengulangan hingga penggunaan katalis keempat sebesar 3,25%; 4,42%; dan 8,82%; menunjukkan nilai penurunan yang tidak terlalu signifikan. Hal ini membuktikan bahwa katalis  $\text{TiO}_2$  menempel dengan baik di permukaan polimer zeolit dengan stabil sehingga masih aktif untuk menguraikan senyawa organik pada air hingga empat kali penggunaan [14].

UNIVERSITAS BRAWIJAYA





## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Pengembanan  $\text{TiO}_2$  pada zeolit menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik dan total volume pori, serta peningkatan rerata jejari pori dari zeolit. Terbentuknya  $\text{TiO}_2$  pada permukaan zeolit baik eksternal maupun internal ditunjukkan spektra IR pada daerah bilangan gelombang  $2368,59 \text{ cm}^{-1}$ ,  $694,37 \text{ cm}^{-1}$ , dan  $416,62 \text{ cm}^{-1}$  dengan energi *band gap* ( $E_g$ ) sebesar 3,15 eV.
2. Hasil menunjukkan bahwa konsentrasi  $\text{TiO}_2$  berpengaruh terhadap konstanta laju degradasi *methylene blue*. Konstanta laju terbesar adalah  $0,019 \text{ menit}^{-1}$  pada konsentrasi  $\text{TiO}_2$  10 mmol/g zeolit.
3.  $\text{TiO}_2$ -zeolit yang digunakan kembali hingga ke-empat kalinya menunjukkan penurunan degradasi yang tidak signifikan. Ini membuktikan bahwa  $\text{TiO}_2$ -zeolit dapat digunakan kembali (*reused*) untuk beberapa kali pemakaian dalam proses fotodegradasi.

### 5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya perlu dilakukan pengujian lebih lanjut tentang identifikasi hasil produk degradasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]Trisnawati, T., 2008, **Studi Adsorpsi Karbon Mesopori Sintetik terhadap *Methylene Blue*, Skripsi**, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [2]Anwar, D.I., 2011, **Sintesis Komposit Fe-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis pada Degradasi *Erionyl Yellow*, Tesis**, FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- [3]Sax, I.N., and Lewis, R.J., 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, Eleventh Edition, Van Nostrand Reinhold, New York.
- [4]Hidayat, W., 2008, **Teknologi Pengolahan Air Limbah**, Majari Magazine, Jakarta.
- [5]Windati, W., Syah, Y., dan Widati, A.A., 2013, **Impregnasi Zeolit Alam dengan TiO<sub>2</sub> untuk Degradasi Jingga Metil secara Fotokatalitik**, Vol. 1, Fakultas Sains Dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya
- [6]Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono, dan Sugiharto, E., 2006, **Preparation and Characterization of TiO<sub>2</sub>-Zeolite and Its Application to Degrade Textille Wastewater by Photocatalytic Method**, *Indo. J. Chem.*, Vol 6(3): 231-237.
- [7]Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal, dan Mahfudz, H., 2009, **Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>)**, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- [8]Fatimah I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., and Kamalia, 2006, **Titanium Oxide Dispersed on Natural Zeolite (TiO<sub>2</sub>/Zeolite) and Its Application for Congo Red Photodegradation**, *Indo. J. Chem.*, Vol 6(1): 38 – 42.

- [9]Palupi, E., 2006, **Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>**, *Sripsi*, FMIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- [10]Vinu, R., and Madras, G., 2010, **Environmental Remediation by Photocatalysis**, *J.Indian Inst. Scien.*, Vol. 90:2.
- [11]Fatimah, I., dan Wijaya, K., 2005, **Sintesis TiO<sub>2</sub>/Zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka secara Adsorpsi-Fotodegradasi**, *Teknoin*, Vol. 10 (4): 257-267.
- [12]Andarini, N.R., Wardhani, S., dan Khunur, M.M., 2012, **Fotodegradasi Zat Warna Jingga Metil Menggunakan TiO<sub>2</sub>-Zeolit dengan Penambahan Anion Anorganik NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [13]Ramadhana, A.K.K., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D., 2013, **Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan TiO<sub>2</sub>-Zeolit dengan Penambahan Ion Persulfat**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [14]Aliah, H., Sawitri, A., Aji1, M. P., Setiawan, A., Sustini, E., Budiman, M., dan Abdullah, M., 2012, **Pelapisan Partikel TiO<sub>2</sub> pada Polimer Polipropilena dan Aplikasinya sebagai Reusable Photocatalyst**, *Prosiding Seminar Nasional Material Fisika*, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- [15]Widihati, I.A.G., Diantariani, N.P., dan Nikmah, Y.F., 2011, **Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**, FMIPA, Universitas Udayana, Bukit Jimbaran.
- [16]Sugiharto, 1987, **Dasar – Dasar Pengelolaan Air Limbah**, Cetakan Pertama, UI Press, Jakarta.
- [17]Gunadi, N., 2008, **Degradasi Fotokatalitik Zat Warna Remazol Red Rb 133 dalam Sistem TiO<sub>2</sub> Suspensi**, *Skripsi*, Fmpipa, Universitas Indonesia, Depok.

- [18] Fessenden R.J., dan Fessenden, J.S., 1982. **Kimia Organik**. Jilid 2, Edisi Kedua, Terjemahan A.H. Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- [19] Nisaa, S., 2011, **Adsorpsi Biru Metilena pada Kaolin dan Nanokomposit Kaolin/TiO<sub>2</sub> serta Uji Sifat Fotokatalisis**, *Skripsi*, Fmipa, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- [20] Sukardjo, 1985, **Ikatan Kimia**, Rineka Cipta, Yogyakarta.
- [21] Apriyani, R.I., 2007, **Degradasi Fotoelektrokatalitik Remazol Yellow Fg Menggunakan Semikonduktor Lapis Tipis Grafit/TiO<sub>2</sub>/Cu dan Grafit/Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/Cu**, *Skripsi*, Fmipa, Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- [22] Kasuma, N.L., 2011, **Degradasi Senyawa Fenol pada Limbah Rumah Sakit secara Fotolisis dengan Bantuan Katalis TiO<sub>2</sub>**, *Tesis*, Pascasarjana Unand, Padang.
- [23] Rianto, L.B., Amalia, S., dan Khalifah, S.N., 2012, **Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang terhadap Luas Permukaan Zeolit**, *ALCHEMY*, Vol. 2(1): 58-67, Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki. Malang.
- [24] Rohatin, 2011, **Modifikasi Zeolit Klinoptilolit dengan Nanopartikel Au dan Ligan Asam 3-Merkaptopropanoat serta Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Logam Berat**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok.
- [25] Darajat, S., Aziz, H., dan Alif, A., 2008, **Seng Oksida (ZnO) Sebagai Fotokatalis pada Proses Degradasi Senyawa Biru Metilen**, *J.Ris. Kim*, Vol 1, No 2.
- [26] Galindo, C., Jacques, P., and Kalt, A., 2001, **Photochemical and Photocatalytic Degradation of an Indigoid Dye: A Case Study of Acid Blue 74 (AB74)**, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, Vol 141: 47-56.

- [27]Prakasa, A.T.M, 2012, **Studi Fotodegradasi Variasi Konsentrasi Hidrogen Peroksida terhadap Konstanta Laju Fotodegradasi Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya.
- [28]Day, R.A., dan Undewood, A.L., 1998, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Edisi Enam, Terjemahan I. Sopyan, Erlangga, Jakarta.
- [29]Skoog, D.A., Holler, F. J., and Crouch, S.R., 2007, **Principles of Instrumental Analysis**, Thomson Brooks : Canada.
- [30]Silverstein, R. M., and Webster, F.X., 1998, **Spectrometric Identification of Organic Compounds**, 6th Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- [31]Ewing, G.W., 1985, **Instrumental Method of Chemical Analysis**, 7th Edition, McGraw-Hill Inc., USA.
- [32]Rashed, M.N., and El-Amin, A.A., 2007, **Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO<sub>2</sub> Under Different Solar Irradiation Sources**, *International Journal of Physical Sciences* Vol. 2 (3): 073-081.
- [33]Sastrohamidjojo, H., 2001, **Dasar – Dasar Spektroskopi**, Liberty, Yogyakarta.
- [34]Khopkar, S.M., 2003, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, UIPress, Jakarta.
- [35]Jentoft, F.T., 2008, **Diffuse Reflectance, IR and UV Spectroscopy**, *Modern Methods in Heterogeneous Catalysis Research*Catalysis Researc, Berlin.
- [36]Morales, A.E., Mora, E. S., and Pal, U., 2007, **Use of Diffuse Reflectance Spectroscopy for Optical Characterization of Un-Supported Nanostructures**, *Revista Mexicana De F Tsica*



S, Vol 53 (5): 18–22, Instituto de Física, Benemérita, Universidad Autónoma de Puebla, Mexico

- [37] Gregg, S.J, and Sing, K.S.W., 1982, **Adsorpsi, Surface and Porosity**, 2nd Edition, Academic Press, London.
- [38] Azhar, M., 2013, **Modifikasi Zeolit Alam Indonesia dengan Polielektrolit PDDA/PSS sebagai Adsorben Zat Warna Congo Red dan Methylene Blue**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok.
- [39] Febriana, I. D., 2011, **Pengaruh pH Awal Larutan Methyl Orange pada Degradasi Zat Warna Methyl Orange dengan Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [40] Warsito, S., Sriatun, Taslimah, 2008, **Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y**, FMIPA, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [41] Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Tahir, I., and Rudatiningsih, 2006, **Photodegradation of Alizarin S Dye using TiO<sub>2</sub>-Zeolite and UV Radiation**, *Indo. J. Chem*, Vol 6 (1), 32 – 37.
- [42] Ardiani, P., 2010, **Efektivitas Katalis TiO<sub>2</sub> dengan Pengemban Mg(OH)<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O pada Fotodegradasi Zat Warna Rhodamine B**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- [43] Ahda, S., dan Mardiyanto, 2008, **Karakterisasi Lapisan Tipis Silikon Amorf Terhidrogenasi untuk Menentukan Energi Celah Pita Optik (Eg)**, *Jurnal Sainsmateri Indonesia*, Hal : 260 – 264, Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN, Bandung.
- [44] Rodiansono, Trisunaryanti, W., dan Triyono, 2007, **Pengaruh Pengembanan Logam Ni dan Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pada Karakter**

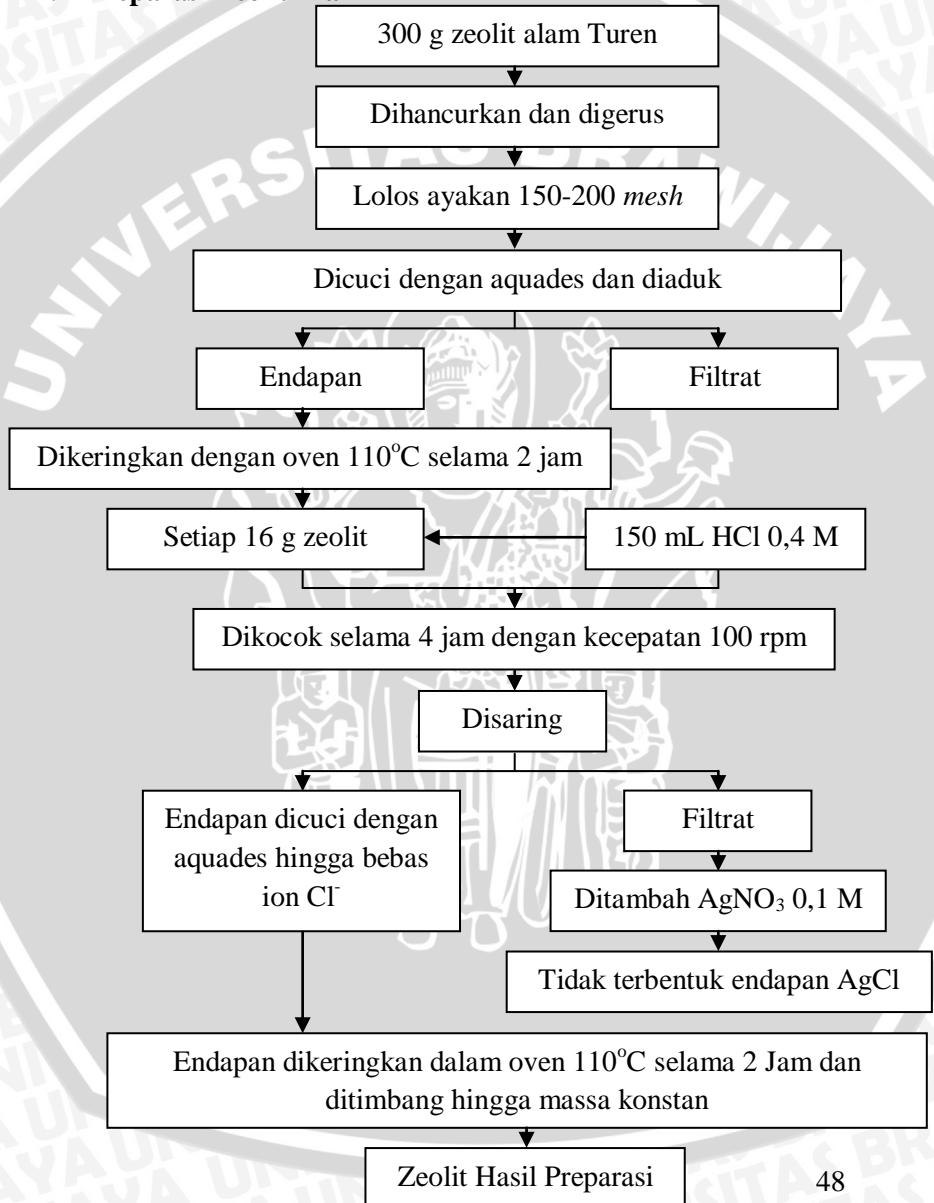
**Katalis Ni/Zeolit dan Ni/Zeolit- Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Sains Dan Terapan Kimia, Vol.1, No. 1, 20 – 28.**

- [45] Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., dan Kurniaysih, D., 2006, **Utilisasi TiO<sub>2</sub>-Zeolit dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red**, *Teknoin*, Vol. 11, No.3, 199 – 209.
- [46] Yosephine, 2007, **Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dalam sistem Dinding Gelas bertabung yang Diimobilisasi TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>-Au dengan Pengaruh pengadukan Kecepatan Tinggi**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok.
- [47] Era, Y., Safni, dan Suyani, H., 2008, **Degradasi Senyawa Paraquat dalam Pestisida Gramoxone® secara Fotolisis dengan Penambahan TiO<sub>2</sub>-Anatase**, *J.Ris. Kim*, Vol 1, No 2.
- [48] Asteti, S.F., dan Syarif, D., 2007, **Pembuatan Film Tipis TiO<sub>2</sub> Fotokatalis pada Kaca dan Aplikasinya untuk Degradasi Metil Biru**, *Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi Nuklir PTNBR – BATAN*, Bandung.
- [49] Qodri, A.A., 2011, **Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow FG dengan Fotokatalis Komposit TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta.

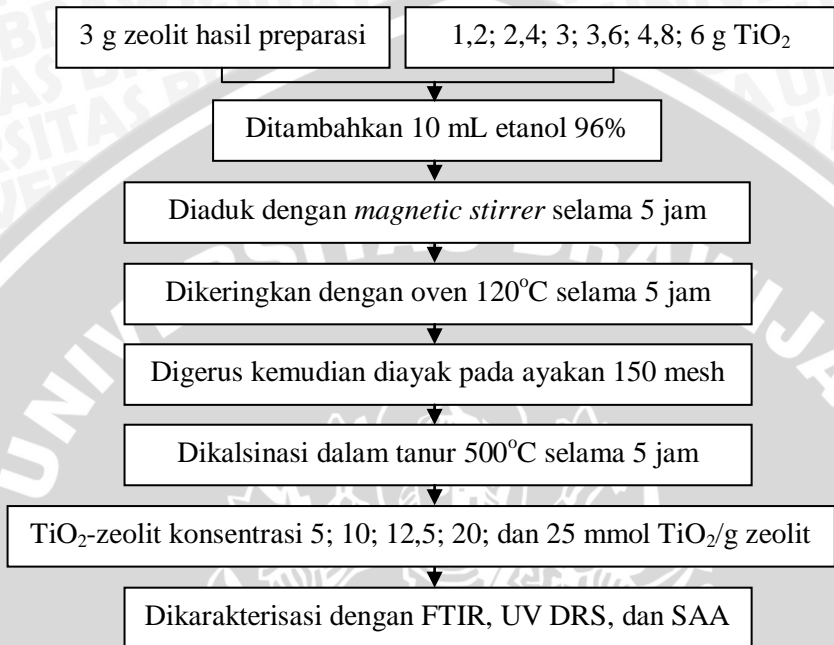
## LAMPIRAN

### LAMPIRAN A Diagram Alir penelitian

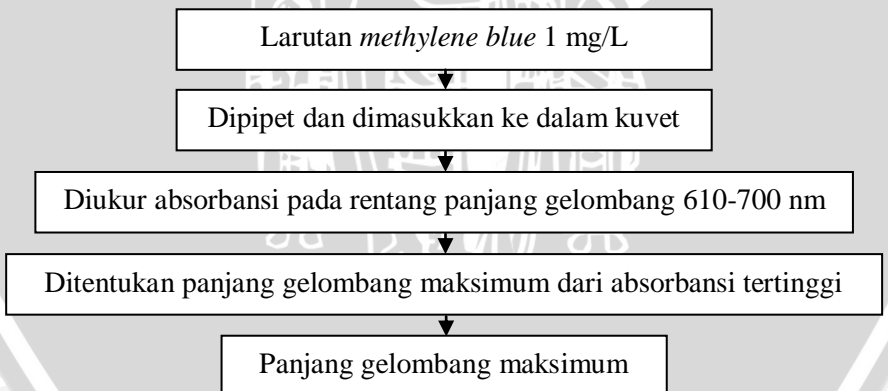
#### A.1 Preparasi Zeolit Alam



## A.2 Preparasi TiO<sub>2</sub> Terimpregnasi pada Zeolit (TiO<sub>2</sub>-Zeolit)



## A.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methylene Blue*



### A.5 Pembuatan Kurva Baku *Methylene Blue*

Larutan standar *methylene blue* 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L

Diambil masing-masing 10 mL

Diukur absorbansi menggunakan menggunakan spektroskopik pada panjang gelombang maksimum

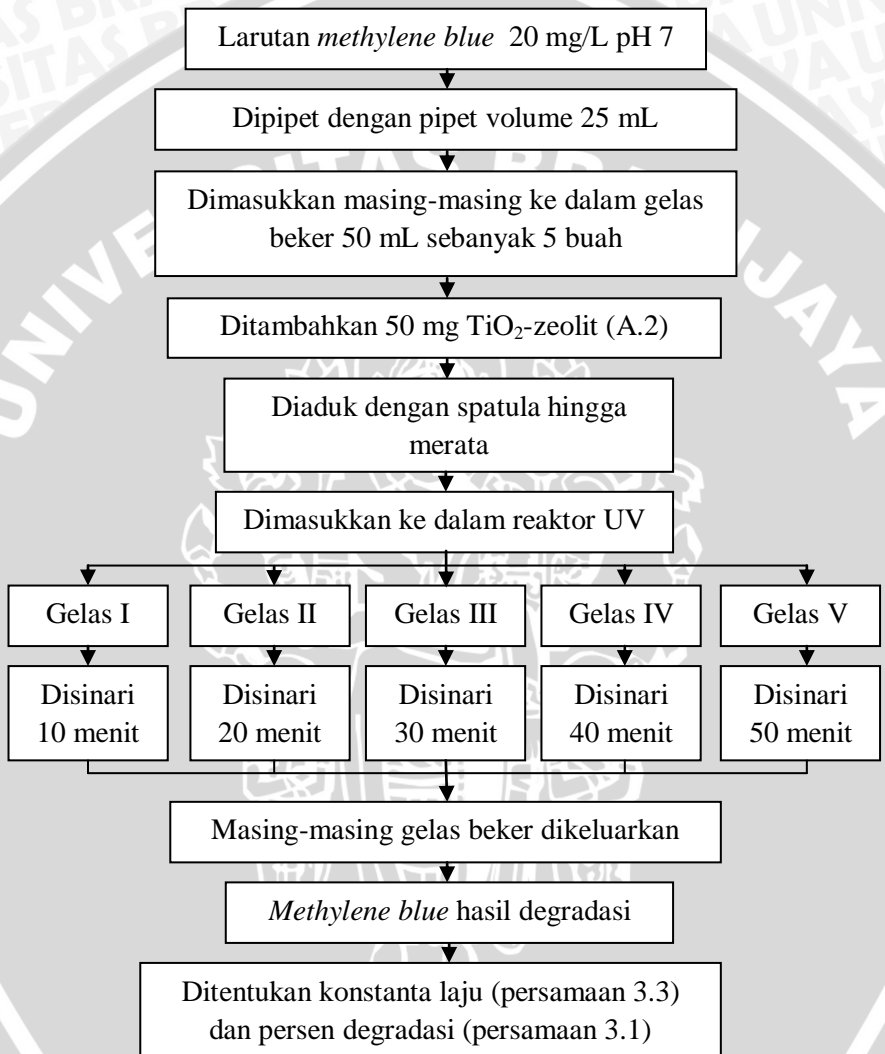
Kurva baku *methylene blue*



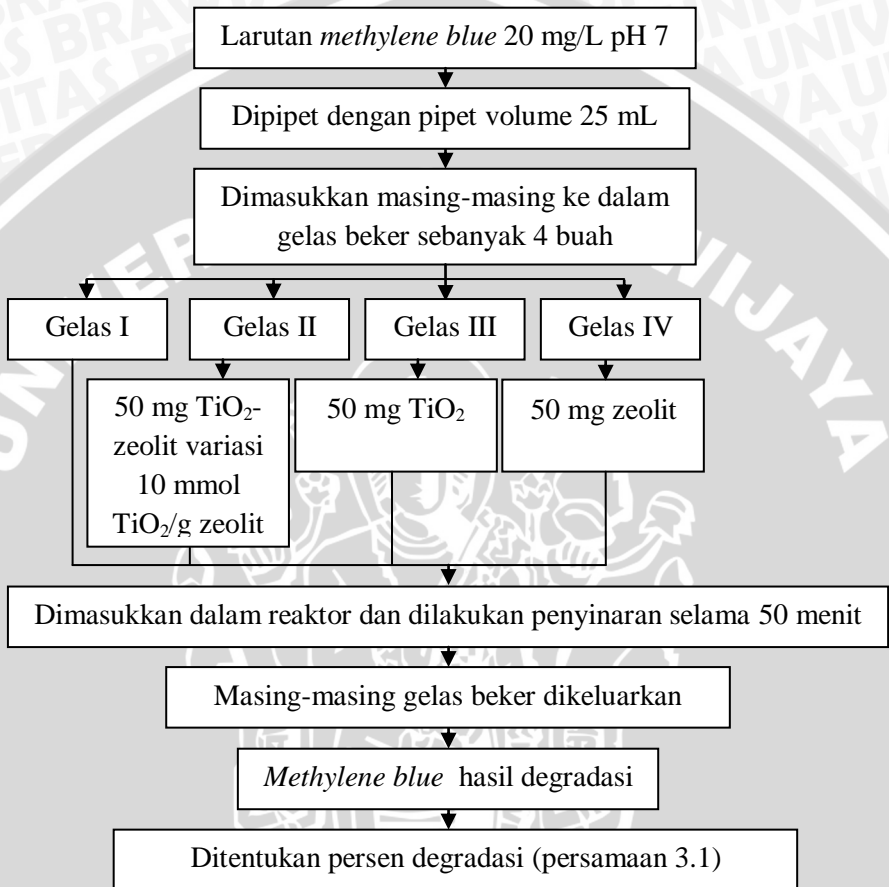


## A.6 Fotodegradasi *Methylene Blue*

### A.6.1 Pengaruh Konsentrasi $\text{TiO}_2$ dalam Zeolit terhadap Degradasi *Methylene Blue*

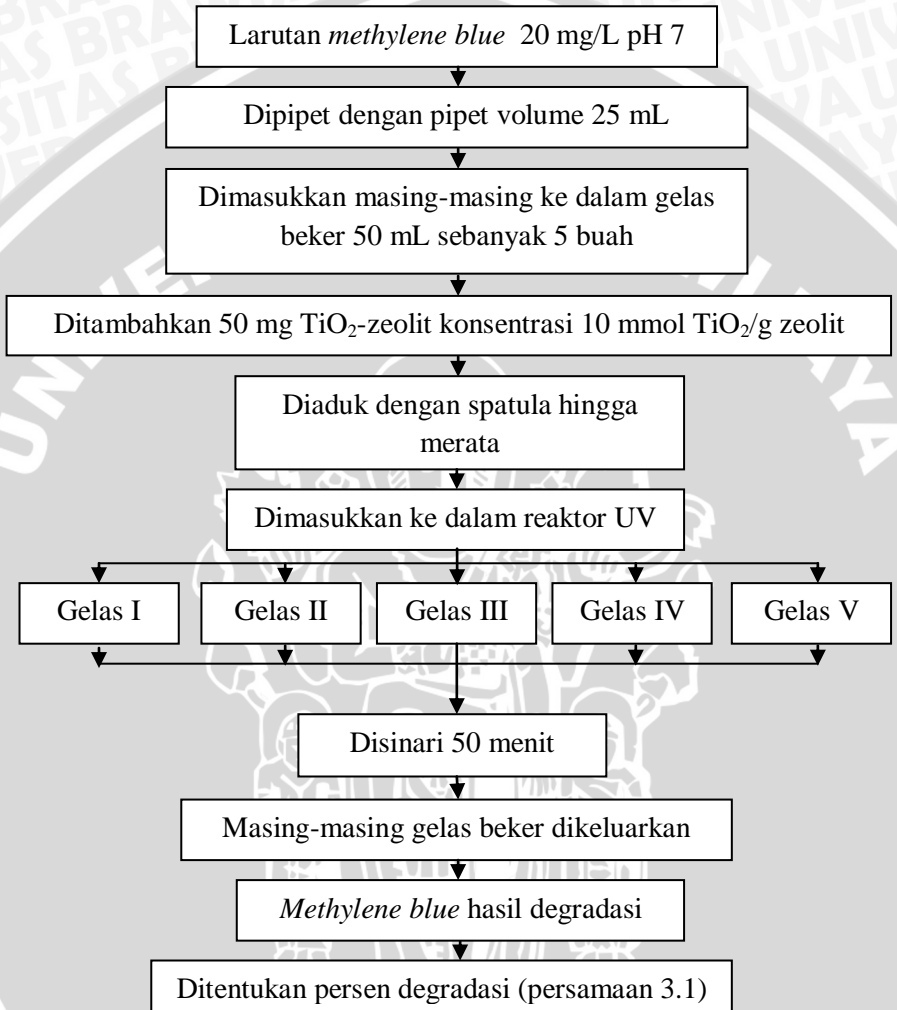


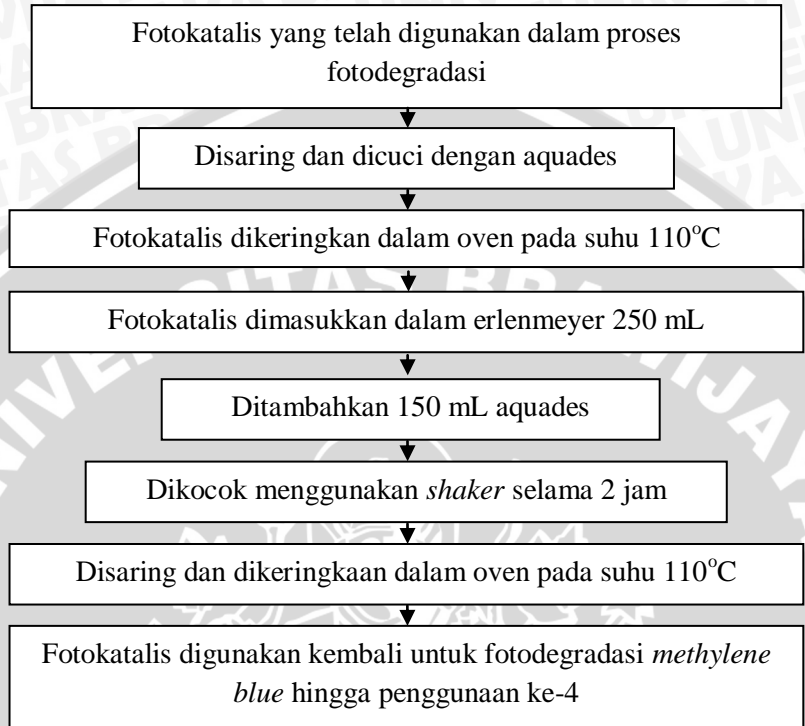
### A.6.2 Degradasi *Methylene Blue* dengan $\text{TiO}_2$ -Zeolit, $\text{TiO}_2$ , dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum



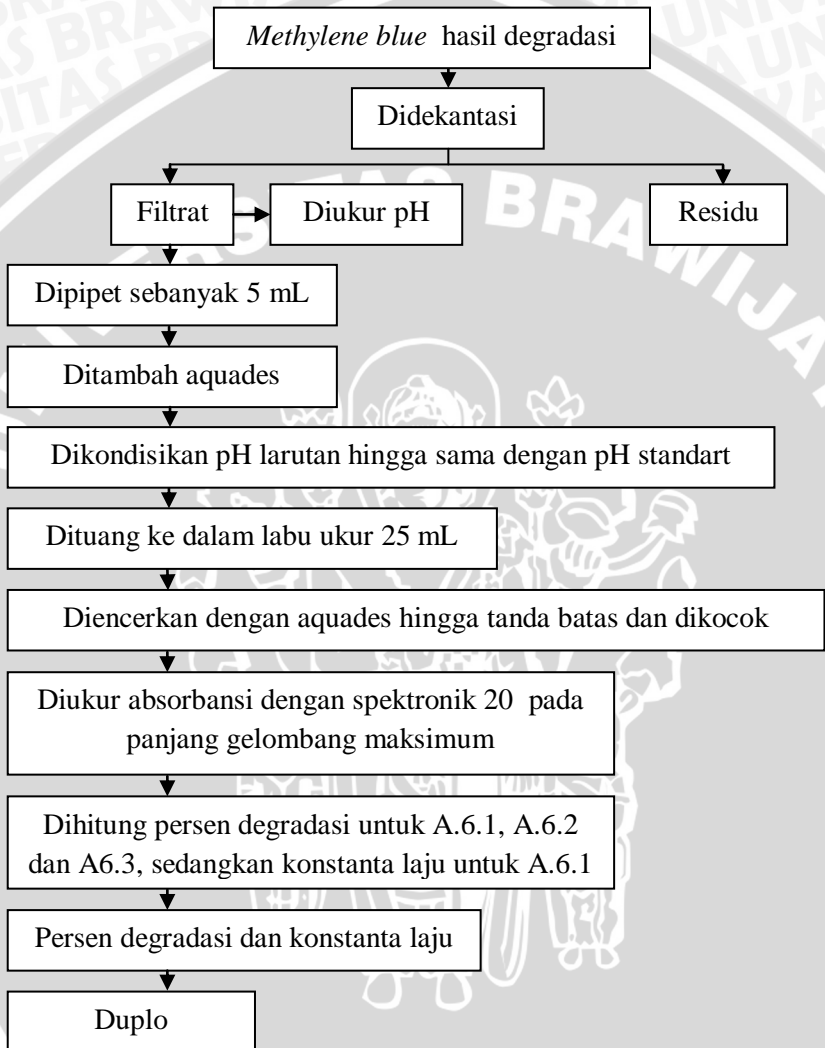
Sebagai pengontrol dilakukan prosedur yang sama dengan dibiarkan pada tempat yang gelap (tanpa sinar UV) selama 50 menit.

### A.6.3 Penggunaan Kembali (*Reuse*) Fotokatalis $\text{TiO}_2$ -Zeolit pada Degradasi *Methylene Blue*





#### A.6.4 Penentuan Konsentrasi *Methylene Blue* yang Tidak Terdegradasi





## LAMPIRAN B Perhitungan Dan Pembuatan Larutan

### B.1 Pembuatan Larutan Stok *Methylene Blue* 20 mg/L

Larutan stok *methylene blue* 200 mg/L dibuat dengan menimbang padatan *methylene blue* sebanyak 23,4 mg dan dilarutkan dengan aquades secukupnya dalam gelas beaker. Setelah larut, Larutan *methylene blue* dipindahkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditandabatkan dengan aquades lalu dikocok hingga homogen. Massa padatan *methylene blue* diketahui dengan melakukan perhitungan sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Massa } \textit{methylene blue} &= \frac{M_r \text{ C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_{35.3}\text{H}_{20}}{M_r \text{ C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_{35}} \times \text{Konsentrasi (mg/L)} \times \\ &\text{Volume (mL)} \\ &= \frac{373,85 \text{ g/mol}}{319,85 \text{ g/mol}} \times \frac{20 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 23,4 \text{ mg} \end{aligned}$$

### B.2 Pembuatan 100 mL Larutan $\text{AgNO}_3$ 0,1 M

$$\begin{aligned} \text{Mol } \text{AgNO}_3 &= [\text{AgNO}_3] \times V \\ &= 0,1 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,01 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } \text{AgNO}_3 &= \text{mol} \times M_r \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 169,91 \text{ g/mol} \\ &= 1,699 \text{ g} \end{aligned}$$

Jadi sebanyak 1,699 g  $\text{AgNO}_3$  ditimbang, kemudian dilarutkan dengan aquades, lalu dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Setelah itu larutan  $\text{AgNO}_3$  diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

### B.3 Pembuatan 1000 mL Larutan HCl 0,4 M

$$\begin{aligned} \text{Massa jenis HCl pekat} &= 1,19 \text{ g/mL} \\ \text{Kadar HCl pekat} &= 37\% \\ M_r \text{ HCl} &= 36,461 \text{ g/mol} \\ \text{Konsentrasi HCl pekat adalah} &: \end{aligned}$$

$$[\text{HCl}] = \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,461 \text{ g/mol}} \times \frac{37}{100} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 12,0759 \text{ M}$$

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

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 12,0759 \text{ M} \times V_1 &= 0,4 \text{ M} \times 1000 \text{ mL} \\ V_1 &= 33,12 \text{ mL} \end{aligned}$$

Jadi sebanyak 33,12 mL HCl pekat dimasukkan labu ukur 1000 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

#### **B.4 Pembuatan Larutan Standar *Methylene Blue* Konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L dari Larutan Stok *Methylene Blue* 20 mg/L**

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\20 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} \\V_1 &= 0 \text{ mL}\end{aligned}$$

Volume larutan stok yang dibutuhkan untuk pembuatan larutan *methylene blue* 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L tersaji pada Tabel B.1:

**Tabel B.1** Volume larutan *methylene blue* 20 mg/L yang dibutuhkan untuk membuat larutan *methylene blue* konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L

$C_1$ (mg/L)	$V_1$ (mL)	$C_2$ (mg/L)	$V_2$ (mL)
20	0,5	1	10
20	1	2	10
20	1,5	3	10
20	2	4	10
20	2,5	5	10

#### **B.5 Pembuatan $\text{TiO}_2$ -Zeolit**

Variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang digunakan dalam proses fotodegradasi adalah 5; 10; 12,5; 15; 20; 25 mmol dalam 1 gram zeolit. Massa  $\text{TiO}_2$  yang dibutuhkan pada proses impregnasi dalam 3 g adsorben zeolit sebagai berikut:

$$\text{Massa } \text{TiO}_2 = \text{Mol} \times \text{Mr } \text{TiO}_2$$

- $\text{TiO}_2\text{-1} = 5 \text{ mmol}$   
 $= 0,005 \text{ mol} \times 79,87 \text{ g/mol}$   
 $= 0,4 \text{ g}$  dalam 1 g zeolit

Sehingga dibutuhkan 1,2 g  $\text{TiO}_2$  dalam 3 g zeolit.

- $\text{TiO}_2\text{-2} = 10 \text{ mmol}$   
 $= 0,010 \text{ mol} \times 79,87 \text{ g/mol}$   
 $= 0,8 \text{ g}$

Sehingga dibutuhkan 2,4 g  $\text{TiO}_2$  dalam 3 g zeolit.

$$\begin{aligned} 3. \quad \text{TiO}_2\text{-3} &= 12,5 \text{ mmol} \\ &= 0,0125 \text{ mol} \times 79,87 \text{ g/mol} \\ &= 1 \text{ g} \end{aligned}$$

Sehingga dibutuhkan 3 g  $\text{TiO}_2$  dalam 3 g zeolit.

$$\begin{aligned} 4. \quad \text{TiO}_2\text{-4} &= 15 \text{ mmol} \\ &= 0,015 \times 79,87 \text{ g/mol} \\ &= 1,2 \text{ g} \end{aligned}$$

Sehingga dibutuhkan 3,6 g  $\text{TiO}_2$  dalam 3 g zeolit.

$$\begin{aligned} 5. \quad \text{TiO}_2\text{-5} &= 20 \text{ mmol} \\ &= 0,020 \text{ mol} \times 79,87 \text{ g/mol} \\ &= 1,6 \text{ g} \end{aligned}$$

Sehingga dibutuhkan 4,8 g  $\text{TiO}_2$  dalam 3 g zeolit.

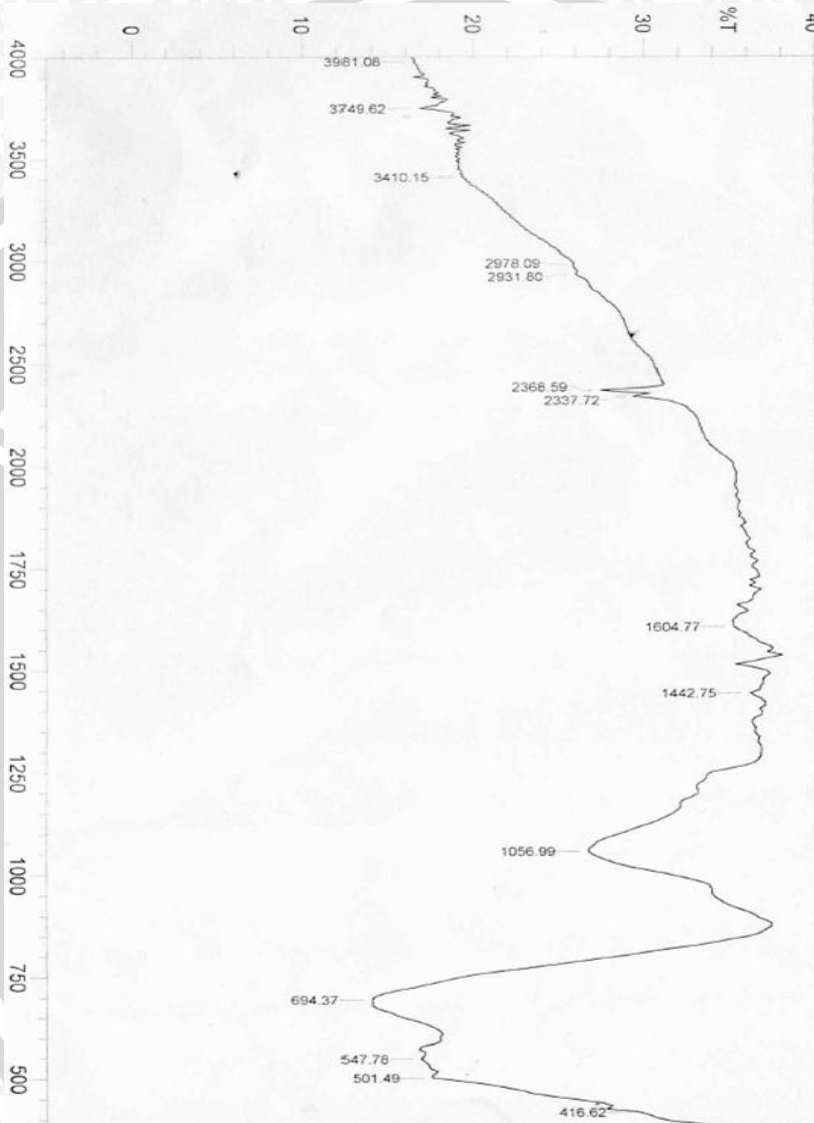
$$\begin{aligned} 6. \quad \text{TiO}_2\text{-6} &= 25 \text{ mmol} \\ &= 0,025 \times 79,87 \text{ g/mol} \\ &= 2 \text{ g} \end{aligned}$$

Sehingga dibutuhkan 6 g  $\text{TiO}_2$  dalam 3 g zeolit.



# LAMPIRAN C Data Hasil Penelitian

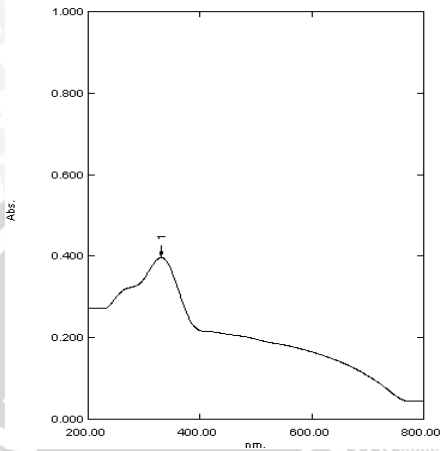
## C.1 Karakterisasi FTIR



Gambar C.1 Spektra IR TiO<sub>2</sub>-zeolit

## C.2 Karakterisasi DR UV-Vis

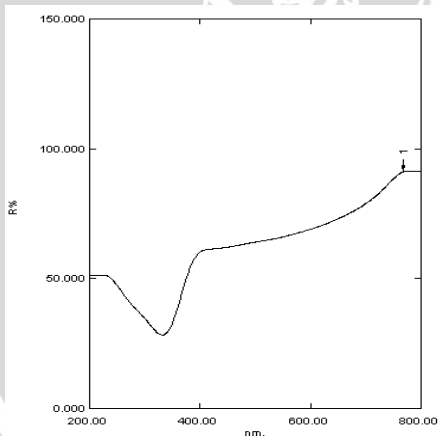
### C.2.1 Spektrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800



No	nm	Abs.
1	331.00	0.396

**Gambar C.2** Spektrum hubungan absorbansi terhadap panjang gelombang TiO<sub>2</sub>-zeolit

### C.2.2 Spektrum Reflektansi Panjang Gelombang 200 – 800

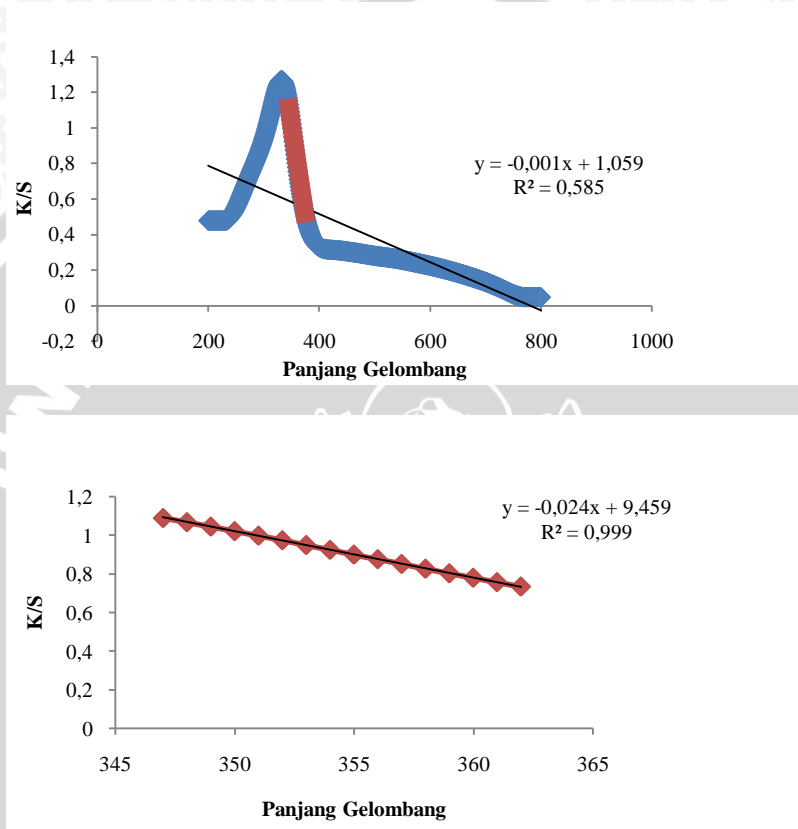


No	nm	R%
1	768.00	91.195

**Gambar C.3** Spektrum hubungan reflektansi terhadap panjang gelombang TiO<sub>2</sub>-zeolit



### C.2.3 Penentuan Energi *Band Gap* ( $E_g$ )



**Gambar C.4** Kurva hubungan panjang gelombang terhadap nilai  $K/S$

**Tabel C.1** Perhitungan nilai K/S dalam penentuan energi *band gap* ( $E_g$ )

nm	abs	R%	R/100	2R	1-R	K/S
347,00	0,37	31,46	0,31	0,63	0,69	1,09
348,00	0,37	31,89	0,32	0,64	0,68	1,07
349,00	0,37	32,37	0,32	0,65	0,68	1,04
350,00	0,36	32,87	0,33	0,66	0,67	1,02
351,00	0,36	33,39	0,33	0,67	0,67	1,00
352,00	0,35	33,93	0,34	0,68	0,66	0,97
353,00	0,35	34,51	0,35	0,69	0,65	0,95
354,00	0,35	35,12	0,35	0,70	0,65	0,92
355,00	0,34	35,74	0,36	0,71	0,64	0,90
356,00	0,34	36,37	0,36	0,73	0,64	0,87
357,00	0,34	37,04	0,37	0,74	0,63	0,85
358,00	0,33	37,73	0,38	0,75	0,62	0,83
359,00	0,33	38,42	0,38	0,77	0,62	0,80
360,00	0,32	39,12	0,39	0,78	0,61	0,78
361,00	0,32	39,84	0,40	0,80	0,60	0,76
362,00	0,32	40,57	0,41	0,81	0,59	0,73

### C.2.3.1 Perhitungan Energi *Band Gap* ( $E_g$ )

Dari persamaan linear yang diperoleh dapat dihitung nilai panjang gelombang tepi ketika  $y = 0$

$$y = -0,024x + 9,459$$

$$0 = -0,024x + 9,459$$

$$0,024x = 9,459$$

$$x = 9,459 : 0,024$$

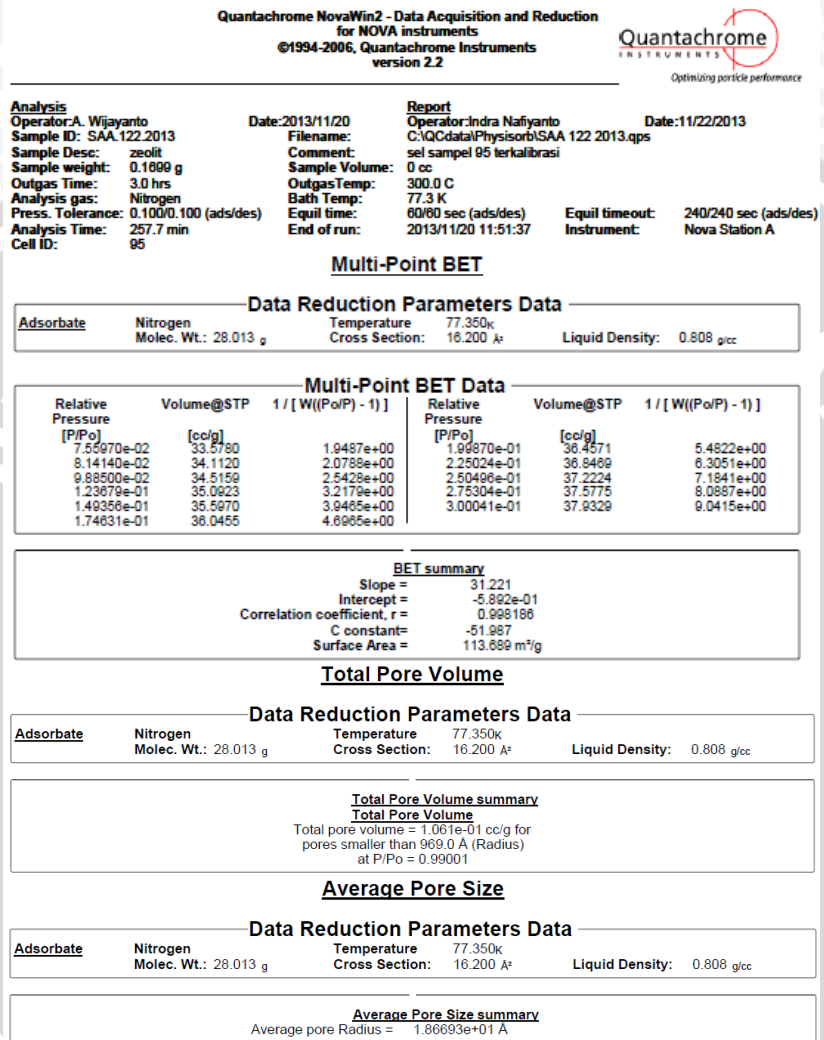
$$x = 394,125 \text{ nm}$$

Panjang gelombang tersebut merupakan *absorption edge* ( $\lambda_g$ ) yang dapat digunakan untuk menghitung energi *band gap* dengan rumus:

$$E = \frac{h c}{\lambda_g} = \frac{1240}{394,125} \text{ eV} = 3,146 \approx 3,15 \text{ eV}$$

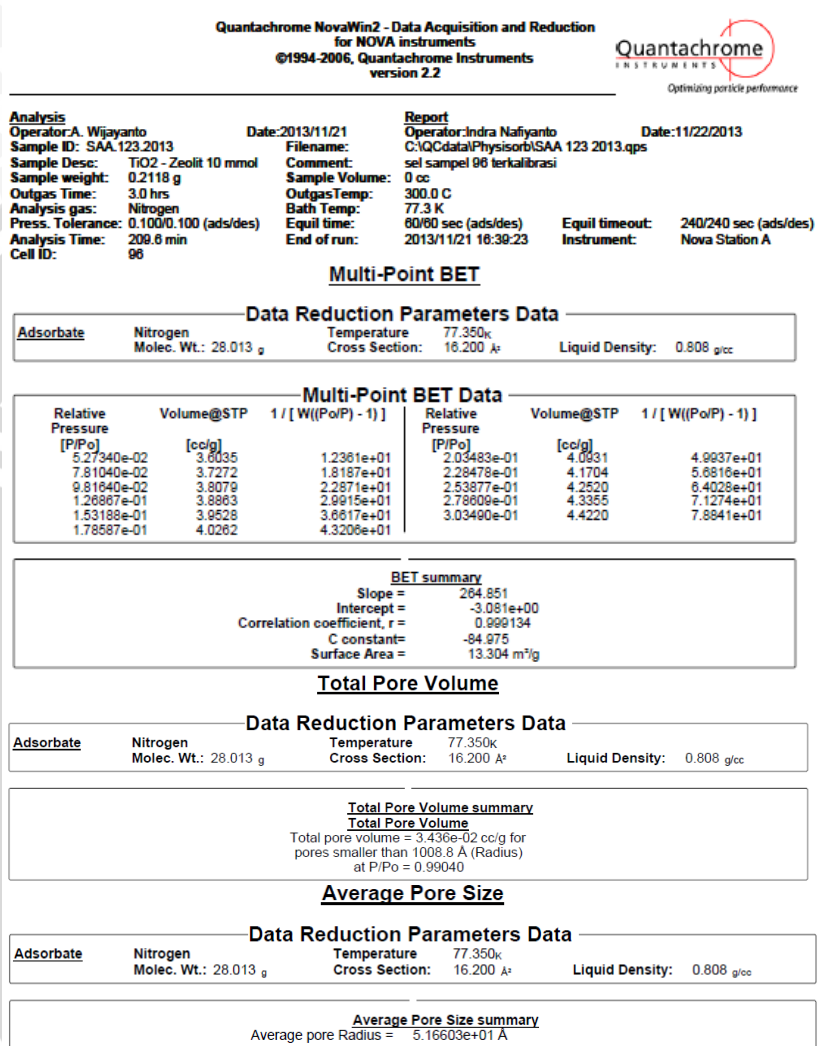
## C.3 Karakterisasi SAA

### C.3.1 Zeolit



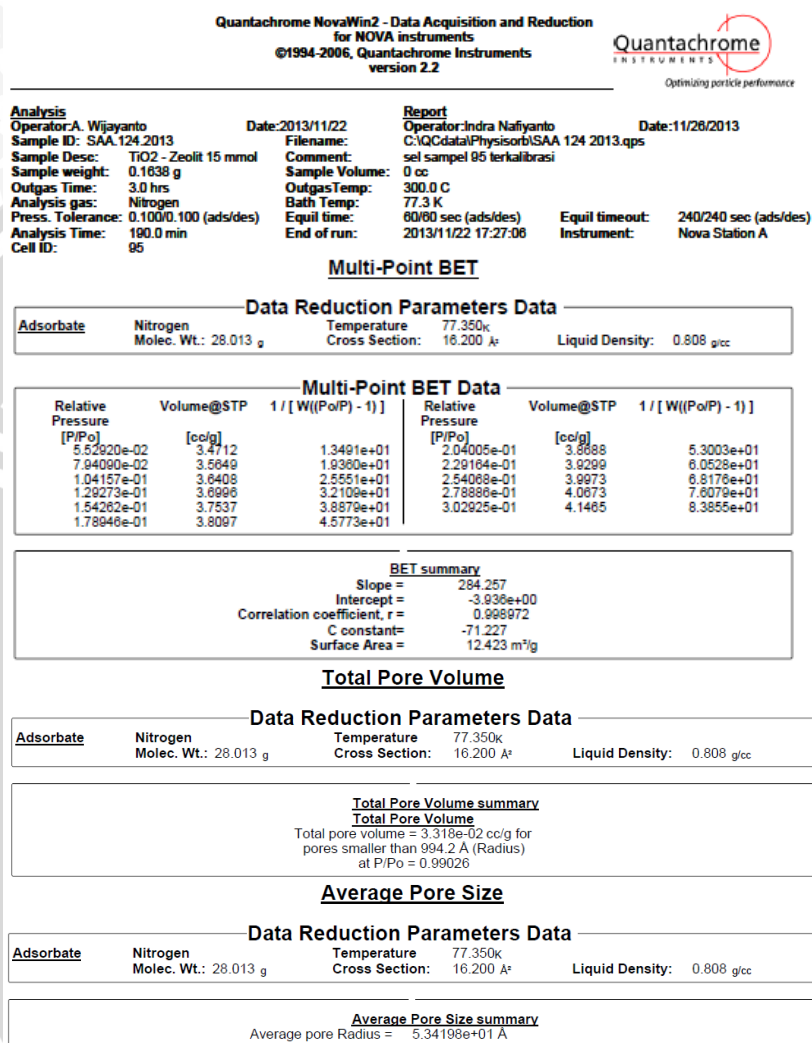
**Gambar C.5** Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori zeolit menggunakan metode BET

### C.3.2 TiO<sub>2</sub>-Zeolit 10 mmol/g



**Gambar C.6** Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori TiO<sub>2</sub>-zeolit 10 mmol/g menggunakan metode BET

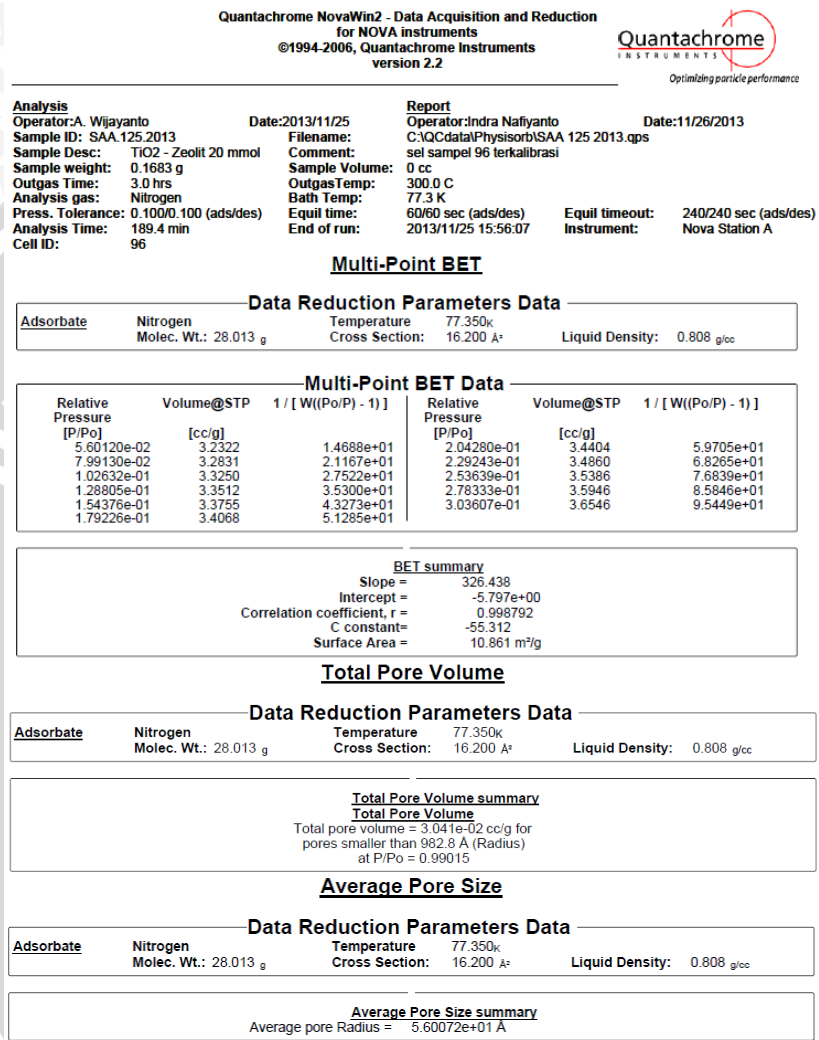
### C.3.3 TiO<sub>2</sub>-Zeolit 15 mmol/g



**Gambar C.7** Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori TiO<sub>2</sub>-zeolit 15 mmol/g menggunakan metode BET



### C.3.3 TiO<sub>2</sub>-Zeolit 20 mmol/g

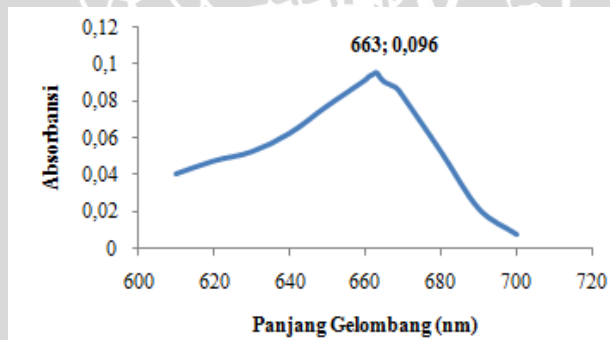


**Gambar C.8** Hasil penentuan luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori TiO<sub>2</sub>-zeolit 20 mmol/g menggunakan metode BET

#### C.4 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum *Methylene Blue*

Tabel C.2 Data absorbansi larutan *methylene blue* 1 mg/L

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi <i>Methylene Blue</i>	Panjang gelombang (nm)	Absorbansi <i>Methylene Blue</i>
610	0,041	665	0,091
620	0,048	666	0,090
630	0,053	667	0,089
640	0,063	668	0,088
650	0,078	669	0,086
660	0,092	670	0,083
661	0,094	680	0,053
662	0,095	690	0,022
<b>663</b>	<b>0,096</b>	700	0,008
664	0,093		

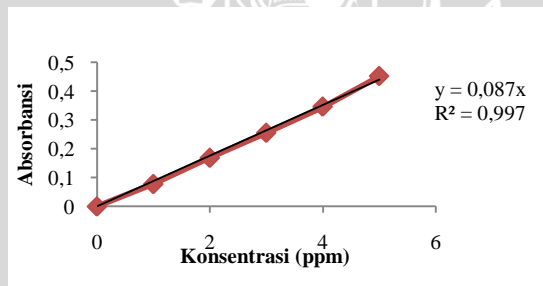


Gambar C.9 Kurva absorbansi larutan *methylene blue* 1 mg/L pada rentang panjang gelombang 610-700nm

## C.5 Pembuatan Kurva Baku dan Penentuan Persamaan Regresi serta Nilai Absorptivitas *Methylene Blue*

Tabel C.3 Data absorbansi larutan *methylene blue* 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
1	0,078
2	0,169
3	0,256
4	0,347
5	0,453



Gambar C.10 Kurva baku larutan *methylene blue*

## C.6 Penentuan Konsentrasi Larutan *Methylene Blue* Menggunakan Spektrometri

Penentuan konsentrasi larutan *methylene blue* dilakukan dengan cara memplotkan nilai absorbansi larutan ke dalam persamaan kurva baku  $y = 0,087x$  dan dikalikan dengan faktor pengenceran. Perhitungan yang dilakukan yaitu :

$$\text{Konsentrasi (mg/L)} = \frac{y}{a} \times fp$$

$y$  adalah nilai absorbansi larutan,  $a$  adalah nilai *slope* dari kurva baku, dan  $fp$  adalah faktor pengenceran larutan *methylene blue* yang bernilai 5.

## C.7 Pengaruh Konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam Zeolit terhadap Degradasi Methylene Blue

**Tabel C.4** Penentuan nilai  $\ln(C_0/C_t)$  dan persen degradasi methylene blue 20 mg/L pada penambahan TiO<sub>2</sub>-zeolit 5 mmol/g

Waktu (menit)	Abs 1	Abs 2	Rata2	C <sub>t</sub> (mg/L)	$\ln(C_0/C_t)$	% D
10	0,259	0,257	0,26	14,83	0,53	41,03
20	0,241	0,242	0,24	13,88	0,59	44,80
30	0,220	0,240	0,23	13,22	0,64	47,43
40	0,230	0,224	0,23	13,05	0,66	48,11
50	0,184	0,187	0,19	10,66	0,86	57,60

**Tabel C.5** Penentuan nilai  $\ln(C_0/C_t)$  dan persen degradasi methylene blue 20 mg/L pada penambahan TiO<sub>2</sub>-zeolit 10 mmol/g

Waktu (menit)	Abs 1	Abs 2	Rata2	C <sub>t</sub> (mg/L)	$\ln(C_0/C_t)$	% D
10	0,180	0,189	0,18	10,60	0,86	57,83
20	0,165	0,156	0,16	9,22	1,00	63,31
30	0,143	0,151	0,15	8,45	1,09	66,40
40	0,109	0,103	0,11	6,09	1,42	75,77
50	0,083	0,090	0,09	4,97	1,62	80,23

**Tabel C.6** Penentuan nilai  $\ln(C_0/C_t)$  dan persen degradasi methylene blue 20 mg/L pada penambahan TiO<sub>2</sub>-zeolit 12,5 mmol/g

Waktu (menit)	Abs 1	Abs 2	Rata2	C <sub>t</sub> (mg/L)	$\ln(C_0/C_t)$	% D
10	0,190	0,188	0,19	10,86	0,84	56,80
20	0,170	0,161	0,17	9,51	0,97	62,17
30	0,166	0,169	0,17	9,63	0,96	61,71
40	0,147	0,142	0,14	8,30	1,11	66,97
50	0,131	0,133	0,13	7,59	1,20	69,83

**Tabel C.7** Penentuan nilai  $\ln(C_0/C_t)$  dan persen degradasi *methylene blue* 20 mg/L pada penambahan  $\text{TiO}_2$ -zeolit 15 mmol/g

Waktu (menit)	Abs 1	Abs 2	Rata2	$C_t$ (mg/L)	$\ln(C_0/C_t)$	% D
10	0,244	0,244	0,24	14,02	0,58	44,23
20	0,266	0,220	0,24	13,97	0,59	44,46
30	0,240	0,238	0,24	13,74	0,60	45,37
40	0,212	0,210	0,21	12,13	0,73	51,77
50	0,212	0,175	0,19	11,12	0,82	55,77

**Tabel C.8** Penentuan nilai  $\ln(C_0/C_t)$  dan persen degradasi *methylene blue* 20 mg/L pada penambahan  $\text{TiO}_2$ -zeolit 20 mmol/g

Waktu (menit)	Abs 1	Abs 2	Rata2	$C_t$ (mg/L)	$\ln(C_0/C_t)$	% D
10	0,262	0,267	0,26	15,20	0,50	39,54
20	0,210	0,217	0,21	12,27	0,72	51,20
30	0,210	0,200	0,21	11,78	0,76	53,14
40	0,200	0,203	0,20	11,58	0,78	53,94
50	0,190	0,186	0,19	10,80	0,84	57,03

**Tabel C.9** Penentuan nilai  $\ln(C_0/C_t)$  dan persen degradasi *methylene blue* 20 mg/L pada penambahan  $\text{TiO}_2$ -zeolit 25 mmol/g

Waktu (menit)	Abs 1	Abs 2	Rata2	$C_t$ (mg/L)	$\ln(C_0/C_t)$	% D
10	0,326	0,315	0,32	18,42	0,31	26,74
20	0,317	0,305	0,31	17,87	0,34	28,91
30	0,301	0,305	0,30	17,41	0,37	30,74
40	0,261	0,289	0,28	15,80	0,46	37,14
50	0,267	0,268	0,27	15,37	0,49	38,86



### C.8 Degradasi *Methylene Blue* dengan $\text{TiO}_2$ -Zeolit, $\text{TiO}_2$ , dan Tanpa Katalis pada Waktu Optimum

**Tabel C.10** Penentuan persen degradasi *methylene blue* hasil fotodegradasi dengan variasi kontrol perlakuan

Kontrol	Abs 1	Abs 2	Rata2	Ct	% D
MB	0,425	0,45	0,44	25,14	0,00
MB + hv	0,45	0,425	0,44	25,14	0,00
MB + zeolit	0,142	0,146	0,14	8,28	67,09
MB + zeolit + hv	0,146	0,163	0,15	8,88	64,69
MB + $\text{TiO}_2$	0,359	0,372	0,37	21,01	16,46
MB + $\text{TiO}_2$ + hv	0,175	0,158	0,17	9,57	61,94
MB + $\text{TiO}_2$ -zeolit	0,359	0,363	0,36	20,75	17,49
MB + $\text{TiO}_2$ -zeolit + hv	0,083	0,09	0,09	4,97	80,23

### C.9 Penggunaan Kembali (*Reuse*) Fotokatalis $\text{TiO}_2$ -Zeolit pada Degradasi *Methylene Blue*

**Tabel C.11** Konsentrasi larutan *methylene blue* sisa hasil fotodegradasi pada proses penggunaan kembali (*reuse*) fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit 10 mmol/g

Penggunaan Fotokatalis Ke-	Abs 1	Abs 2	Rata2	% D
1	0,088	0,088	0,09	79,91
2	0,101	0,098	0,10	77,31
3	0,104	0,103	0,10	76,38
4	0,116	0,116	0,12	72,06

## C.10 Fotoreaktor



**Gambar C.11** Reaktor untuk uji reaksi fotokatalitik

## C.11 Hasil Fotodegradasi



**Gambar C.12** Perbandingan hasil degradasi *methylene blue* 20 mg/L menggunakan 50 mg  $\text{TiO}_2$ -zeolit 10 mmol/g (dari kiri ke kanan: hasil degradasi *methylene blue* 50, 40, 30, 20, dan 10 menit)