

**Studi Pengaruh Konsentrasi dan pH terhadap Degradasi
Metilen Biru menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit**

SKRIPSI

oleh:

NEVI DWI ANDARI

105090201111007



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

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Studi Pengaruh Konsentrasi dan pH terhadap Degradasi
Metilen Biru menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit**

SKRIPSI

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

oleh:

NEVI DWI ANDARI

105090201111007



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

LEMBAR PENGESAHAN

Studi Pengaruh Konsentrasi dan pH Terhadap Degradasi Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis TiO_2 -Zeolit

oleh:

NEVI DWI ANDARI

105090201111007

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

Dr. rer. nat. Rachmat Triandi T., S.Si., M.Si
NIP. 19720717 200003 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 : Nevi Dwi Andari

NIM : 105090201111007

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Studi Pengaruh Konsentrasi dan pH terhadap Degradasi Metilen Biru menggunakan Fotokatalis TiO_2 -Zeolit

Dengan ini menyatakan bahwa:

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

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,.....2014

Nevi Dwi Andari
NIM. 105090201111007

Studi Pengaruh Konsentrasi dan pH terhadap Degradasi Metilen Biru menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh konsentrasi dan pH terhadap degradasi metilen biru menggunakan fotokatalis TiO₂-Zeolit dari zeolit alam Turen Kabupaten Malang. Kajian yang dilakukan meliputi preparasi zeolit dan sintesis fotokatalis TiO₂-zeolit, serta aplikasinya terhadap fotodegradasi metilen biru dengan berbagai konsentrasi, pH dan waktu penyinaran. Konsentrasi metilen biru yang digunakan 10, 20, 30, 40 dan 50 mg/L. Nilai pH yang digunakan yaitu 3, 5, 7, 9 dan 11. Pengukuran prosentase penurunan konsentrasi metilen biru diukur menggunakan instrumen spektronik 20. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada pH basa fotokatalis TiO₂-zeolit mempunyai aktivitas yang tinggi. Pada penelitian ini hasil optimum ditunjukkan pada pH 11 dengan nilai konstanta laju degradasi sebesar 0,027 menit⁻¹. Data variasi konsentrasi menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi metilen biru yang digunakan kemampuan degradasi semakin menurun. Pada penelitian ini penurunan konsentrasi metilen biru optimum ditunjukkan pada konsentrasi 10 mg/L. Data waktu kontak menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak hingga 50 menit semakin banyak zat warna metilen biru yang terdegradasi.

Kata kunci: fotodegradasi, metilen biru, TiO₂-zeolit

Study Effect of Concentration and pH for Degradation of Methylene Blue with Photocatalyst TiO₂-Zeolit

ABSTRACT

Research on the effect of concentration and pH for degradation of methylene blue using the photocatalyst TiO₂ - Zeolite from natural zeolite Turen Malang has been done. The study was encompass about preparation of zeolites, synthesis of photocatalysts TiO₂-Zeolit , and application of the fotodegradation of methylene blue with variations of concentration , pH and contact time . the concentration of methylene blue used 10, 20, 30, 40 and 50 mg/L. The value of pH used were 3, 5, 7, 9 and 11. Measurement of the percentage was using an spektronic 20 instrument . The results showed that the alkaline pH, photocatalyst TiO₂-Zeolite have a high activity . In this study, the results indicated a maximum pH at 11 with the value of the degradation rate constant of 0,027 min⁻¹. The data show that the variation of concentration in higher concentration of methylene blue used decreased degradation ability . In this study, a decrease in the concentration of methylene blue is shown at the optimum concentration of 10 mg/L . Contact time data showed that the more longer contact time to 50 min, will be increase of methylene blue degraded

Keywords: fotodegradation, methylene blue, TiO₂-zeolit

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 dan pH Terhadap Degradasi Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit**. 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 Dr. rer. nat. Rachmat Triandi T., S.si., 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 Nandar Sumali dan Ibu Ami Samiasih), kakak penulis (Sepdian Ananda dan Lucky Malinda), terima kasih atas doa, motivasi, nasihat, kasih sayang dan segala hal yang diberikan kepada penulis.
5. Aprial Jastirbah selaku Laboran Kimia Anorganik yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian ini.
6. Rekan-rekan satu tim penelitian, yaitu Ika Oktavia W., Christiana Adi Damayanti., Eka Wahyu P., Ilmimada H., Angga Fahmi, Arif S., dan Nadhir Dicky atas semua dukungan semangat dan berbagi ilmu yang terkait penelitian ini.
7. Teman-teman kimia angkatan 2010 yang telah memberikan semangat, dukungan dan doa kepada penulis selama penyelesaian skripsi.

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, 20 Agustus 2014

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Zat Warna Metilen Biru	5
2.2 Fotokatalis TiO ₂	6
2.3 Zeolit Alam	7
2.4 Proses Fotokatalisis	9
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	12
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	12
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	12
3.2.1 Bahan Penelitian	12
3.2.2 Alat Penelitian.....	12
3.3 Tahap Penelitian.....	12
3.4 Prosedur Penelitian	13
3.4.1 Preparasi Zeolit Alam	13
3.4.2 Aktivasi Zeolit Alam.....	13
3.4.3 Sintesis TiO ₂ -Zeolit.....	13
3.4.4 Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru Terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit.....	14
3.4.5 Pengaruh pH Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit	14

3.5 Analisis Data	14
3.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Masimum	14
3.5.2 Penentuan Kurva Baku Metilen Biru	14
3.5.1 Penentuan Konstanta Laju Degradasi Metilen Biru	15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1 Preparasi Zeolit	16
4.2 Aktivasi Zeolit Alam	16
4.3 Sintesis TiO ₂ -Zeolit	17
4.4 Pengaruh Sinar UV pada Aktivitas Zeolit, TiO ₂ , dan TiO ₂ - Zeolit untuk Degradasi Metilen Biru	17
4.5 Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru Terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit	19
4.6 Pengaruh Nilai pH Metilen Biru Terhadap Konstanta Laju Degradasi	22
4.7 Pengaruh Waktu Penyinaran Terhadap Penurunan Konsentrasi Metilen Biru	24
BAB V PENUTUP	26
5.1 Kesimpulan	26
5.2 Saran	26
DAFTAR PUSTAKA	27
LAMPIRAN	33

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Rumus bangun metilen biru	5
Gambar 2.2 Struktur TiO ₂ (a) rutil, (b) anastase, (c) brukit	7
Gambar 2.3 Struktur zeolit	8
Gambar 2.4 Struktur tiga dimensi zeolit	8
Gambar 2.5 Proses fotokatalisis TiO ₂	10
Gambar 4.1 Grafik Penurunan konsentrasi metilen biru dalam kondisi tanpa sinar UV dan menggunakan sinar UV	18
Gambar 4.2 Kurva hubungan konsentrasi terhadap laju degradasi metilen biru	20
Gambar 4.3 Kurva hubungan nilai pH terhadap konstanta laju	23
Gambar 4.4 Kurva hubungan waktu penyinaran terhadap penurunan konsentrasi metilen	25
Gambar C.1 Kurva baku larutan metilen biru	41
Gambar C.2 Fotoreaktor untuk degradasi senyawa metilen biru	45
Gambar C.3 Hasil penyinaran metilen biru 10, 20, 30, 40 dan 50 mg/L	45

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.2	Penurunan konsentrasi metilen biru dalam kondisi tanpa sinar UV dan menggunakan sinar UV 18
Tabel 4.1	Konstanta laju degradasi metilen biru 21
Tabel C.1	Absorbansi larutan metilen biru 1 mg/L..... 40
Tabel C.2	Absorbansi larutan metilen biru 0, 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L 40
Tabel C.3	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L..... 41
Tabel C.4	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 20 mg/L..... 41
Tabel C.5	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 30 mg/L..... 42
Tabel C.6	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 40 mg/L..... 42
Tabel C.7	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 50 mg/L..... 42
Tabel C.8	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 3 43
Tabel C.9	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 5 43
Tabel C.10	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 7..... 43
Tabel C.11	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 9..... 44
Tabel C.12	Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 11..... 44
Tabel C.13	Kontrol perlakuan degradasi metilen biru 44

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A	Diagram Alir Penelitian..... 33
A.1	Preparasi Zeolit Alam..... 33
A.2	Aktivasi Zeolit Alam..... 34
A.3	Sintesis TiO_2 -Zeolit..... 35
A.4	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum 35
A.5	Pembuatan Kurva Baku Metilen Biru..... 36
A.6	Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO_2 -Zeolit ... 36
A.7	Pengaruh pH Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO_2 -Zeolit..... 37
Lampiran B	Perhitungan dan Pembuatan Larutan 38
B.1	Pembuatan Larutan Metilen Biru 10 mg/L 38
B.2	Pembuatan 1000 mL Larutan HCl 0,4 M..... 38
B.3	Pembuatan 250 mL Larutan HCl 0,01 M..... 38
B.4	Pembuatan 100 mL Larutan AgNO_3 0,1 M 39
B.5	Pembuatan 250 mL Larutan NaOH 0,05 M..... 39
Lampiran C	Data Hasil Penelitian 40
C.1	Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru 40
C.2	Pengukuran Kurva Baku dan Penentuan Persamaan Regresi Metilen Biru 40
C.3	Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru Terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO_2 -Zeolit ... 41
C.4	Pengaruh pH Metilen Biru Terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO_2 -Zeolit..... 43
C.5	Fotoreaktor 45
C.6	Hasil Penyinaran Metilen Biru..... 45

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dalam industri tekstil telah banyak digunakan zat warna. Jumlah zat warna yang digunakan sekitar 10.000 macam [1]. Salah satu zat warna yang digunakan adalah metilen biru [2]. Limbah zat warna tersebut sebagian besar dibuang ke perairan bebas. Kandungan zat warna dalam air dari limbah industri tekstil ini sangat mengganggu keadaan dalam air [3]. Molekul warna tersebut menyerap sinar tampak. Akibatnya, sinar yang digunakan untuk proses fotosintesis dalam air berkurang [4]. Kandungan zat organik yang ada pada zat warna buatan berbahaya bagi tubuh karena bersifat racun, karsinogenik dan mutagenik. Maka dari itu, penghilangan zat warna buatan sangat penting dilakukan untuk kesehatan masyarakat [5]. Untuk mengatasi masalah ini sering digunakan proses adsorpsi karena ini merupakan metode pengolahan limbah yang sederhana. Namun proses adsorpsi ini menimbulkan masalah baru, yaitu adsorben yang sudah dipakai akan mengandung zat warna beracun sehingga perlu penanganan khusus dalam pembuangannya. Metode fotokatalitik menggunakan katalis semikonduktor telah terbukti berhasil mendegradasi senyawa organik menjadi senyawa anorganik yang tidak berbahaya seperti CO_2 dan H_2O [6]. Proses ini melibatkan proses oksidasi yang dapat digunakan untuk degradasi dan menghilangkan zat warna. Selain itu, modifikasi suatu material fotokatalis yang diimbangkan ke material lain saat ini sangat populer digunakan [3].

Fotokatalis adalah kombinasi antara fotokimia dan katalis, yaitu proses yang melibatkan cahaya sebagai pemicu reaksi dan katalis yang dapat mempercepat reaksi. Fotokatalis merupakan semikonduktor yang dapat diaktifkan menggunakan sinar UV. Semikonduktor adalah suatu material yang memiliki dua pita energi yaitu pita konduksi dan pita valensi dengan celah energi yang lebih kecil dari 6 eV. Beberapa jenis semikonduktor seperti TiO_2 , ZnO , dan CdS yang mempunyai celah energi berturut-turut 3,2; 3,17 dan 2,5 eV efektif digunakan dengan sinar UV [7]. Proses penyinaran radiasi sinar UV dengan semikonduktor akan menghasilkan OH

radikal ($\bullet\text{OH}$). Ketika iradiasi dan pemberian energi cukup, material akan membentuk pasangan *electron-hole*, yang akan bereaksi dengan ion hidroksida (OH^-) dan molekul oksigen (O_2) yang ada pada permukaan katalis. Hasil reaksi tersebut adalah OH radikal ($\bullet\text{OH}$) dan anion superoksida radikal ($\bullet\text{O}_2^-$). OH radikal ($\bullet\text{OH}$) dan anion superoksida radikal ($\bullet\text{O}_2^-$) melakukan reaksi oksidasi dan reduksi sehingga terjadi degradasi pada zat warna [4].

Beberapa penelitian menunjukkan bahwa fotokatalis yang sering digunakan adalah semikonduktor TiO_2 . Fotokatalis ini sering digunakan karena transmitansi baik pada cahaya tampak, mempunyai daya tahan kimia yang tinggi, tidak beracun, dan harganya murah [5].

Aktivitas fotokatalitik TiO_2 dalam mendegradasi metilen biru dapat meningkat setelah diimbangkan pada zeolit, karena TiO_2 -zeolit mempunyai fungsi ganda yaitu sebagai adsorben dan sebagai fotokatalis [8]. Peningkatan kemampuan zeolit ini juga telah dibuktikan untuk sampel fenol dimana fotokatalis TiO_2 mendegradasi sebanyak 58% dan meningkat menjadi 98% setelah diimbangkan [9].

Zeolit merupakan mineral alam yang banyak terdapat di wilayah Indonesia. Zeolit biasanya digunakan sebagai adsorben karena struktur tiga dimensinya yang menunjukkan pori, dengan ukuran cukup besar. Aktivasi zeolit adalah menggunakan asam, yaitu agar terjadi pertukaran kation-kation seperti Na^+ , K^+ , dan Ca^{2+} yang ada pada permukaan zeolit dengan ion H^+ . Aktivasi tersebut menyebabkan peningkatan luas permukaan dan daya adsorpsi zeolit [10]. Pada penelitian ini zeolit juga digunakan sebagai pengemban fotokatalis TiO_2 karena zeolit merupakan adsorben yang mempunyai struktur kristal berpori, luas permukaan cukup besar, memiliki stabilitas termal yang tinggi, harganya murah, dan keberadaannya melimpah di alam [9].

Konsentrasi zat warna diketahui dapat mempengaruhi aktivitas fotodegradasi. Konsentrasi zat warna yang tinggi dapat menurunkan aktivitas fotokatalis. Hal tersebut telah dibuktikan pada suatu penelitian tentang degradasi zat warna *Disperse Yellow 23* menggunakan fotokatalis TiO_2 . Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa penambahan konsentrasi zat warna akan menurunkan aktivitas fotokatalis [11].

Nilai pH diketahui juga dapat mempengaruhi aktivitas fotokatalitik TiO_2 sehubungan dengan adsorpsi zat warna pada permukaan. Proses ini adalah tahapan yang penting dalam fotodegradasi. Pada medium asam permukaan katalis akan bermuatan positif, dan sebaliknya pada medium basa permukaan katalis akan bermuatan negatif. Zat warna metilen biru merupakan zat warna kationik (bermuatan positif), maka pada medium basa kemampuan fotokatalis lebih besar. Suatu penelitian mengenai degradasi metilen biru menunjukkan bahwa aktivitas fotokatalis TiO_2 optimum pada pH 9 [12]. Sebaliknya, pada zat warna anionik (bermuatan negatif) kemampuan degradasi lebih lebih besar terjadi pada medium asam. Hal ini terjadi karena pada medium basa, fotokatalis dan zat warna bermuatan negatif sehingga gaya tarik menarik antara keduanya lemah. Degradasi zat warna anionik metil oranye optimum pada pH 4 [13].

Dalam penelitian ini dilakukan kajian tentang degradasi metilen biru pada berbagai konsentrasi dan nilai pH metilen biru, serta waktu penyinaran. Diharapkan komposit senyawa TiO_2 -zeolit memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi dibandingkan TiO_2 tanpa pengemban.

1.2 Perumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi dan pH metilen biru terhadap konstanta laju degradasi metilen biru?
2. Bagaimana pengaruh waktu penyinaran terhadap penurunan konsentrasi metilen biru?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam Turen.
2. Konsentrasi TiO_2 yang digunakan sebesar 10 mmol/g zeolit.
3. Reaktor yang digunakan berukuran 40cm x 40cm x 40cm dengan lampu UV-Vis merk sanyo 10 watt, 352 nm.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi dan pH metilen biru terhadap laju degradasi metilen biru.
2. Mengetahui pengaruh waktu penyinaran terhadap penurunan konsentrasi metilen biru.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat memberikan informasi mengenai konsentrasi dan pH optimum yang dapat digunakan untuk proses degradasi metilen biru sehingga dapat digunakan untuk menangani limbah zat warna metilen biru.



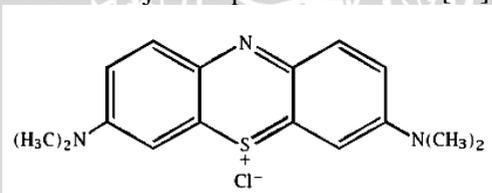
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

1.1 Zat Warna Metilen Biru

Pada perairan saat ini banyak terdapat senyawa azo (-N=N-) yang sebagian besar merupakan senyawa organik. Senyawa azo ini biasanya menghasilkan radikal. Beberapa penelitian telah diketahui bahwa senyawa azo merupakan senyawa yang karsinogenik dan dapat merusak ekosistem air [12]. Salah satu senyawa yang termasuk dalam senyawa azo ini adalah metilen biru.

Metilen biru juga sering dikenal dengan *tetramethyl thionine*, mempunyai rumus molekul $C_{16}H_{18}ClN_3S$, dengan berat molekul 319,86 g/mol. Bentuk dari metilen biru berupa padatan hijau gelap dengan daya larut 4,36 g/L dan memiliki titik lebur 105 °C. Pewarna ini merupakan hidrokarbon aromatik yang mudah teroksidasi. Dalam larutannya, metilen biru memberikan absorbansi maksimum pada panjang gelombang antara 668 dan 609 nm [14, 12].

Metilen biru merupakan pewarna biru kationik yang termasuk dalam zat warna *thiazine*. Metilen biru dengan konsentrasi rendah dapat digunakan sebagai antidot untuk racun sianida pada manusia, antiseptik dalam obat, diagnosa *in vitro* dalam biologi, sitologi, hematologi dan histologi [15]. Selain itu metilen biru sering digunakan dalam proses pewarnaan dalam industri tekstil [2]. Rumus bangun metilen biru ditunjukkan pada Gambar 2.1 [14].



Gambar 2.1 Rumus bangun metilen biru

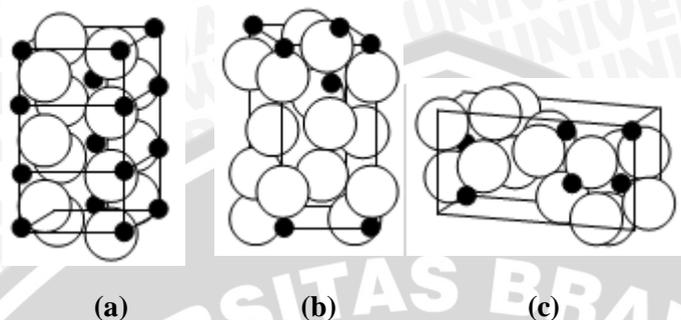
Metilen biru dapat digunakan untuk senyawa target standar untuk investigasi aktivitas fotokatalitik dalam fotokatalis. Metilen biru dianggap sebagai senyawa polutan organik karena metilen biru tercampur dalam beberapa pupuk seperti zat warna yang lain.

Beberapa keunggulan dari metilen biru dalam investigasi fotokatalitik diantaranya [15]:

1. Metilen biru mempunyai absorpsi optik maksimum pada 664 nm, yang merupakan penghamburan cahaya minimum.
2. Metilen biru mempunyai resistensi yang baik untuk degradasi cahaya dalam fotokatalisis.
3. Metilen biru merupakan zat warna yang banyak digunakan untuk proses *bleaching* karena mudah diukur menggunakan teknik spektrofotometri.

2.2 Fotokatalis TiO₂

Terdapat tiga jenis struktur kristal TiO₂ yaitu rutil, anastase dan brokit tetapi hanya rutil dan anastase yang stabil keadaannya. Sifat optik dari TiO₂ dengan struktur anastase dan rutil yaitu, anastase mempunyai indeks refraktif sebesar 2,49, densitas 3,84 g.cm⁻³, dengan struktur tetragonal. Sedangkan rutil mempunyai indeks refraktif sebesar 2,903, densitas 4,26 g.cm⁻³ dan berstruktur tetragonal [16]. Dengan struktur yang berbeda, maka TiO₂ juga mempunyai massa jenis yang berbeda yaitu, 3,9 g/mL untuk anastase dan 4,2 g/mL untuk rutil. Selain itu, kedua jenis TiO₂ juga mempunyai luas permukaan, sisi aktif, serta tingkat energi struktur pita elektronik yang berbeda. Perbedaan energi struktur pita elektronik ini akan mempengaruhi fotoaktivitas dari kedua jenis kristal TiO₂ tersebut, dimana kristal TiO₂ jenis anastase mempunyai energi gap sebesar 3,2 eV sedangkan jenis rutil sebesar 3,0 eV. Energi gap ini menunjukkan energi cahaya minimum yang diperlukan untuk menghasilkan elektron pada pita konduksi sehingga akan terjadi kekosongan elektron pada pita valensi (elektron-*hole*). Energi gap anastase yang lebih besar, menunjukkan bahwa anastase mempunyai kemampuan fotokatalisis yang lebih baik [17]. Gambar struktur TiO₂ jenis rutil, anastase dan brokit ditunjukkan oleh Gambar 2.3



Gambar 2.2 Struktur TiO_2 (a) Rutil; (b) Anastase dan (c) Brukit [18]

Beberapa keunggulan fotokatalis TiO_2 diantaranya mempunyai aktivitas fotokatalis, indeks refraktif, dan konstanta dielektrik yang tinggi, tidak beracun, transmitansi baik pada daerah infra merah dan cahaya tampak (visible), stabilitas kimia dan cahaya baik, dapat mengatur kelembapan udara sekitar, harganya terjangkau, merupakan senyawa inert yang bertindak sebagai oksidator kuat, serta keberadaannya melimpah di alam. Selain itu, fotokatalis TiO_2 merupakan salah satu katalis paling aktif [5, 15, 16].

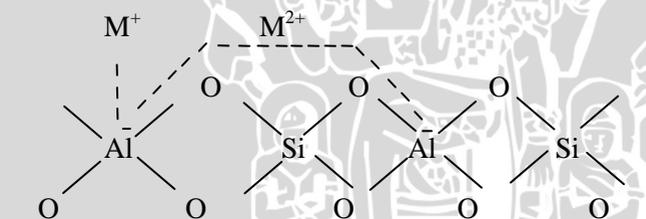
Peningkatan aktivitas fotokatalis TiO_2 ini salah satunya dapat dilakukan dengan menggunakan mineral pengemban. Mineral pengemban ini akan dapat memperlambat terjadinya rekombinasi e^- dan h^+ saat dikenai cahaya, sehingga reaksi redoks yang terjadi pada permukaan lebih besar. Pada berbagai penelitian telah banyak digunakan zeolit untuk pengemban TiO_2 . Zeolit ini diketahui dapat meningkatkan aktivitas TiO_2 karena mampu meningkatkan luas permukaan TiO_2 dan memperlambat rekombinasi antara e^- dan h^+ [17].

2.3 Zeolit Alam

Mineral zeolit merupakan kelompok mineral aluminium silikat terhidrasi $L_m\text{Al}_x\text{Si}_y\text{O}_z \cdot n\text{H}_2\text{O}$ yang berasal dari logam alkali dan alkali tanah terutama logam Ca, K dan Na dengan m, x, y dan z merupakan bilangan 2 hingga 10, n koefisien serta L adalah logam. Terdapat beberapa warna mineral zeolit diantaranya berwarna putih, kebiruan, kemerahan, coklat, dan masih banyak yang lainnya. Warna dari spesimen zeolit ini dipengaruhi oleh spesimen lain yang

terkandung dalam zeolit, diantaranya hadirnya oksida besi, magnesium atau logam lainnya. Mineral zeolit umumnya berbentuk halus dan lunak. Mineral zeolit mempunyai densitas antara 2,0-2,3 g/cm³. Mineral zeolit memiliki rumus empiris (M⁺, M²⁺) Al₂O₃.gSiO₂.zH₂O dengan dari H₂O, M⁺ merupakan logam Na atau K dan M²⁺ merupakan logam Mg, Ca, atau Fe. Logam Li, Sr, atau Ba dalam jumlah kecil dapat menggantikan M⁺ atau M²⁺. Bilangan g dan z merupakan bilangan koefisien. Struktur zeolit terdapat dalam tiga bentuk, yaitu rangka aluminosilikat, ruang kosong saling berhubungan dimana dalam ruang kosong tersebut berisi kation logam, dan molekul air [19].

Mineral zeolit merupakan kristal aluminosilikat yang berpori. Struktur zeolit merupakan rangkaian tetrahedra dari SiO₄, AlO₄ yang bergabung dalam susunan beragam dengan atom oksigen diantaranya sehingga membentuk kisi kristal terbuka dengan pori berbentuk molekular sehingga suatu molekul asing dapat melaluinya. Perbedaan zeolit dengan adsorben lainnya adalah struktur mikroporinya ditentukan oleh susunan kisi kristalnya dan mempunyai bentuk yang seragam tanpa mempengaruhi ukuran pori [16]. Struktur zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.4 dan Gambar 2.5



Gambar 2.3 Struktur zeolit



Gambar 2.4 Struktur tiga dimensi zeolit [16]

Zeolit memiliki beberapa karakteristik yaitu [20]:

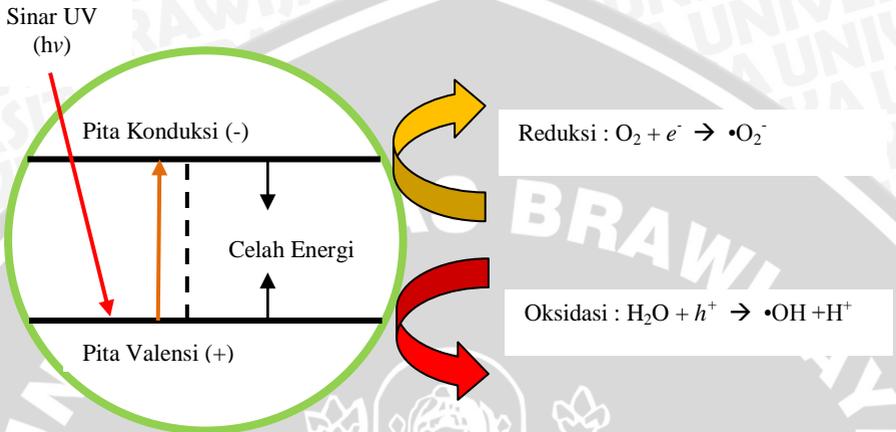
1. Merupakan struktur berpori karena mempunyai kerangka yang terbentuk dari tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 .
2. Dapat terjadi pertukaran kation karena perbedaan muatan Al^{3+} dan Si^{4+} menjadikan atom Al pada kerangka kristal bermuatan negatif membutuhkan kation penetral.
3. Mudah dimodifikasi karena setiap tetrahedral dapat dikontakkan dengan bahan lain.

Aktivitas zeolit dapat ditingkatkan aktivasi zeolit. Aktivasi dapat dilakukan dengan dua cara yaitu secara fisik berupa pemanasan dan secara kimia dengan menambahkan zat kimia. Pemanasan tersebut menyebabkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal menguap sehingga jumlah pori dan luas permukaan spesifiknya bertambah. Zat kimia yang dapat digunakan untuk proses aktivasi adalah asam. Jenis asam yang biasa digunakan adalah HF, HCl, HNO_3 dan H_2SO_4 . Penambahan asam pada zeolit menyebabkan aluminium yang terdapat pada kerangka dan permukaan zeolit akan berkurang. Aktivasi zeolit menggunakan HCl menyebabkan pertukaran kation-kation seperti Na^+ , K^+ , dan Ca^{2+} yang ada pada permukaan zeolit dengan ion H^+ yang berasal dari HCl sehingga dapat mengaktifkan permukaan zeolit. Aktivasi tersebut menyebabkan peningkatan luas permukaan TiO_2 dan daya adsorpsi zeolit [9, 16]. Peningkatan aktivitas zeolit dengan menggunakan HCl telah berhasil dilakukan oleh beberapa penelitian.

2.4 Proses Fotokatalisis

Fotokatalis merupakan suatu proses hubungan antara fotokimia dan katalis, dimana proses ini melibatkan cahaya dan katalis yang dapat mempercepat proses transformasi kimiawi. Fotokatalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah semikonduktor TiO_2 karena memiliki beberapa keunggulan diantaranya mempunyai aktivitas fotokatalis, indeks refraktif, dan konstanta dielektrik yang tinggi, tidak beracun, transmisi baik pada daerah infra merah dan cahaya tampak (visible), stabilitas kimia dan cahaya baik, dapat mengatur kelembapan udara sekitar, harganya

terjangkau, merupakan senyawa inert, serta keberadaannya melimpah di alam. Proses fotokatalisis ditunjukkan pada Gambar 2.6

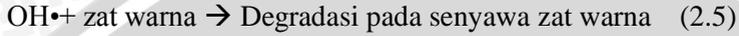
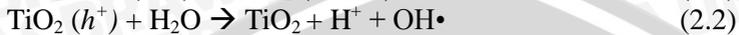
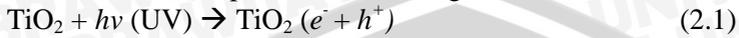


Gambar 2.5 Proses Fotokatalisis TiO_2 [15]

Katalis yang dikenai sinar ultraviolet akan menyerap energi ($h\nu$) yang berasal dari sinar UV. Jika energi tersebut melebihi dari energi gap fotokatalis, maka elektron yang terdapat pada fotokatalis akan berpindah dari pita valensi (VB) menuju pita konduksi (CB) sehingga pita valensi akan membentuk *hole* (h^+) [17].

Elektron dan *hole* yang terbentuk akan berkombinasi kembali baik di dalam maupun di permukaan fotokatalis. Namun sebagian kecil elektron dan *hole* akan sampai pada permukaan yang kemudian akan membentuk reaksi oksidasi dan reduksi dengan senyawa lain disekitarnya [16]. Selanjutnya elektron dan *hole* yang sampai pada permukaan tersebut ketika bertemu dengan molekul air (H_2O) akan bereaksi membentuk senyawa-senyawa radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) dan radikal anion superoksida ($\bullet\text{O}_2^-$). Adanya senyawa radikal hidroksil pada permukaan fotokatalis, maka dapat digunakan untuk mengoksidasi senyawa zat warna seperti metilen biru ataupun senyawa polutan yang lain [17]. Hal ini disebabkan karena radikal hidroksil merupakan oksidator kuat dan mempunyai potensial oksidasi sebesar 2,8 eV yang cukup untuk mengoksidasi senyawa organik yang umumnya mempunyai potensial oksidasi kurang dari 2,8 eV [16].

Mekanisme fotodegradasi metilen biru menggunakan fotokatalis TiO_2 dapat dituliskan sebagai berikut [16, 21, 22]:



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium anorganik jurusan kimia fakultas MIPA universitas brawijaya pada bulan April sampai Juni tahun 2014.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan - bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam turen, metilen biru (Unichem), TiO_2 teknis, etanol absolut 99% merck, HCl (37%, $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$), NaOH , AgNO_3 dan aquades.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas standar laboratorium yang terdiri dari pipet ukur 10 mL, pipet volume 5 mL, pipet tetes, gelas kimia 50 mL; 1000 mL, cawan porselen, mortar dan penggerus porselin, oven model 655F, kertas saring, desikator, pengaduk magnetik, tanur, indikator pH, stopwatch, botol semprot, ayakan 150 mesh dan 200 mesh, aluminium foil, lampu UV, neraca analitik Mettler PE 300, shaker rotator type H-SR-200, instrumentasi spektrometri UV, dan fotoreaktor yang terdiri dari lampu UV merk saknyo 352 nm 10 watt, reaktor berukuran 45 x 40 x 40 cm.

3.3 Tahapan Penelitian

1. Preparasi zeolit alam
2. Aktivasi zeolit alam
3. Sintesis TiO_2 -zeolit
4. Degradasi metilen biru dengan variasi konsentrasi dan pH
5. Analisis data

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Zeolit Alam

Preparasi zeolit alam Turen yang pertama yaitu 300 g zeolit digerus dan diayak menggunakan ayakan 150 mesh dan 200 mesh secara bersusun, zeolit alam yang tertinggal pada ayakan 200 mesh kemudian dicuci dengan 600 mL aquades dan diaduk selama satu jam, kemudian disaring menggunakan kertas saring, residu yang diperoleh kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 110 °C selama 2 jam.

3.4.2 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit yang sudah kering hasil preparasi, kemudian ditimbang sebanyak 50 g dan dimasukkan kedalam lima buah gelas kimia, masing-masing gelas kimia ditambahkan dengan 250 mL aquades. Campuran kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet selama dua jam, kemudian zeolit disaring dan dimasukkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 1,5 jam dan disimpan dalam desikator selama 30 menit (dilakukan beberapa kali hingga zeolit bebas air). Zeolit yang telah kering ditimbang sebanyak 16 g kemudian dimasukkan kedalam arlenmeyer dan ditambahkan 150 mL HCl 0,4 M, ditutup dengan aluminium foil dan dikocok dengan *shaker* selama empat jam dengan kecepatan 100 rpm. Zeolit selanjutnya disaring dan dicuci dengan aquades hingga bebas Cl⁻. Pengujian bebas Cl⁻ dilakukan dengan menggunakan AgNO₃ 0,1 M yang diujikan pada filtrat yang dihasilkan. Selanjutnya residu zeolit dikeringkan dalam oven pada temperatur 110 °C selama dua jam kemudian ditimbang hingga konstan.

3.4.3 Sintesis TiO₂-Zeolit

Zeolit hasil aktivasi ditimbang sebanyak 3 g dan dimasukkan kedalam gelas kimia. Selanjutnya ditambahkan 2,4 g TiO₂ dan 10 mL etanol absolut 99 %, kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 5 jam. TiO₂-zeolit dikeringkan dalam oven selama 5 jam dengan temperatur 120 °C. TiO₂-zeolit kering yang diperoleh digerus dan diayak menggunakan ayakan 150 mesh. Selanjutnya

TiO₂-zeolit yang sudah diayak kemudian dikalsinasi pada suhu 500 °C selama lima jam.

3.4.4 Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru Terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO₂-Zeolit

Langkah yang dilakukan dalam prosedur ini adalah ditambahkan 25 mL metilen biru 10 mg/L ke dalam lima gelas kimia yang masing-masing telah terisi 50 mg TiO₂-zeolit 10 mmol/g. Selanjutnya dilakukan pengadukan hingga tercampur. Kemudian gelas kimia tersebut dimasukkan kedalam fotoreaktor untuk disinari selama 10, 20, 30, 40, dan 50 menit. Metilen biru setelah disinari dengan waktu tersebut diambil sebanyak 5 mL, dituang dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan menggunakan aquades. Hasil yang diperoleh selanjutnya diukur absorbansinya menggunakan spektronik 20. Perlakuan ini dilakukan secara duplo. Dilakukan perlakuan yang sama untuk konsentrasi metilen biru yang lain (20, 30, 40 dan 50 mg/L).

3.4.5 Pengaruh pH Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO₂-Zeolit

Prosedur ini dilakukan sama dengan prosedur 3.5.4 pada metilen biru optimum hasil dari prosedur 3.5.4 dengan pengaturan pH 3, 5, 7, 9 dan 11. Pengkondisian pH ini dilakukan dengan menggunakan HCl 0,01 M (untuk pH 3, 5) dan NaOH 0,05 M (untuk pH 9, 11).

3.5 Analisis Data

3.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan larutan metilen biru 2 mg/L pada daerah panjang gelombang 660 - 670 nm menggunakan alat spektronik 20.

3.5.2 Penentuan Kurva Baku Metilen Biru

Penentuan kurva baku ini dilakukan dengan cara membuat larutan standar 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L yang kemudian diukur pada panjang gelombang maksimum menggunakan alat spektronik 20.

Hasil yang diperoleh kemudian dibuat kurva hubungan konsentrasi (mg/L) untuk sumbu x dan absorbansi (nm) untuk sumbu y, sehingga diperoleh persamaan garis lurus $y = ax$.

3.5.3 Penentuan Konstanta Laju Degradasi Metilen Biru

Analisis kadar metilen biru dilakukan sebelum dan sesudah degradasi untuk mengetahui besarnya konsentrasi yang terdegradasi. Metilen biru yang belum didegradasi diambil sebanyak 5 mL, kemudian diencerkan ke dalam 25 mL akuades dan diukur absorbansinya menggunakan spektrometri UV-Vis. Selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi untuk metilen biru yang sudah terdegradasi (perlakuan 3.5.4). Hasil yang diperoleh kemudian dikonversi ke dalam konsentrasi dan diperoleh konsentrasi yang terdegradasi.

Penentuan konstanta laju degradasi ditentukan dengan membuat kurva hubungan antara $\ln(C_0/C_t)$ sebagai sumbu y dan waktu (t) penyinaran sebagai sumbu x. Konstanta laju selanjutnya dapat ditentukan menggunakan persamaan:

$$\ln \frac{C_0}{C_t} = kt \quad (3.1)$$

C_0 merupakan konsentrasi metilen biru sebelum degradasi dan C_t merupakan konsentrasi metilen biru setelah degradasi. k merupakan konstanta laju, dan t adalah waktu penyinaran.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Zeolit Alam

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dan pH terhadap degradasi metilen biru menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit. Pada preparasi fotokatalis TiO_2 -zeolit, zeolit yang digunakan adalah zeolit alam Turen. Zeolit alam dipreparasi dengan cara mencuci zeolit dengan aquades, dikeringkan, digerus dan diayak. Pencucian zeolit alam menggunakan aquades bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang ada pada permukaan zeolit. Penggerusan zeolit bertujuan untuk membuat luas permukaan semakin besar. Semakin luas permukaan maka kemampuan zeolit untuk mengadsorpsi semakin besar karena situs aktif pada permukaan semakin banyak [23]. Pengayakan zeolit bertujuan agar ukuran zeolit seragam. Selanjutnya dilakukan aktivasi zeolit.

4.2 Aktivasi Zeolit Alam

Aktivasi zeolit dilakukan dengan cara menambahkan larutan HCl 0,4 M dan dilakukan pengocokan menggunakan *shaker* 100 rpm selama 4 jam. Saat penambahan asam zeolit bercampur homogen dengan asam dan berwarna putih keruh. Penambahan HCl 0,4 M bertujuan untuk menggantikan kation-kation pada zeolit dengan ion H^+ dari HCl dan menghilangkan pengotor-pengotor yang larut dalam asam. Kation-kation yang ada pada zeolit seperti K^+ , Na^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} dan Ba^{2+} digantikan oleh H^+ agar kationnya seragam [24]. Pengotor yang larut dalam asam berupa oksida logam seperti Al_2O_3 , K_2O , CaO , MgO , Fe_2O_3 dan BaO [25, 26].

Zeolit tersebut kemudian dicuci menggunakan akuades. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan asam berlebih. Pengujian asam dilakukan menggunakan larutan AgNO_3 pada filtrat. Saat ditambahkan dengan AgNO_3 filtrat yang mengandung asam berwarna putih keruh. Pencucian dilakukan berulang sehingga saat penambahan AgNO_3 tidak timbul endapan putih. Endapan putih tersebut menunjukkan bahwa masih ada ion Cl^- yang membentuk

AgCl. Aktivasi zeolit akan meningkatkan kapasitas pori dari zeolit [27].

4.3 Sintesis TiO₂-Zeolit

Fotokatalis TiO₂ yang diimbangkan pada zeolit bertujuan untuk memperoleh katalis dengan kemampuan adsorpsi dan degradasi senyawa metilen biru secara maksimal [28]. Pengembangan ini dilakukan dengan teknik dispersi TiO₂ pada zeolit. Sintesis TiO₂-zeolit dilakukan dengan penambahan larutan etanol 99% dan diaduk selama lima jam. Penambahan larutan etanol 99% dan pengadukan bertujuan untuk memaksimalkan distribusi TiO₂ pada zeolit [29].

TiO₂-zeolit kemudian dikeringkan dalam oven selama lima jam pada temperatur 120 °C untuk menghilangkan pelarut etanol. Penyeragaman ukuran TiO₂-zeolit dilakukan dengan cara digerus dan diayak 150 mesh. Selanjutnya TiO₂-zeolit dikalsinasi pada suhu 500 °C. Hasil dari kalsinasi didapatkan TiO₂-zeolit berupa padatan putih kekuningan. Kalsinasi ini bertujuan untuk melepaskan molekul H₂O dan menghilangkan pengotor organik serta memperkuat ikatan antara TiO₂-zeolit [30, 31].

4.4 Pengaruh Sinar UV pada aktivitas Zeolit, TiO₂, dan TiO₂-Zeolit untuk Degradasi Metilen Biru

Sinar UV mempengaruhi aktivitas Fotokatalis dalam mendegradasi senyawa metilen biru dan dapat digunakan sebagai kontrol bahwa degradasi metilen biru benar sudah terjadi. Pada penelitian ini degradasi metilen biru telah terjadi, dibuktikan dengan reaksi metilen biru dalam kondisi gelap (tanpa sinar UV) dan terang (menggunakan sinar UV). Konsentrasi metilen biru yang digunakan 20 mg/L dengan waktu 50 menit. Perbedaannya terjadi pada penurunan konsentrasi metilen biru.

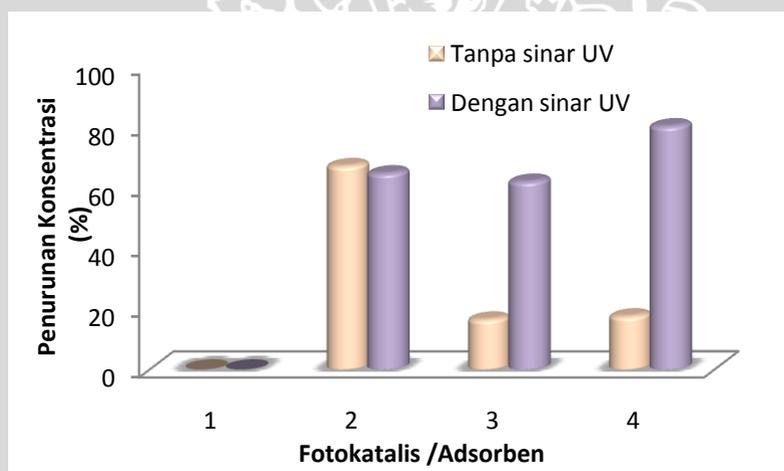
Reaksi gelap pada metilen biru tanpa penambahan katalis tidak mengalami penurunan konsentrasi. Hal ini membuktikan bahwa tidak terjadi proses degradasi. Hasil yang diperoleh ditunjukkan pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.1.

Pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.1 diketahui bahwa penurunan konsentrasi metilen biru pada penambahan zeolit kondisi gelap

sebesar 67,09 % dan pada reaksi terang sebesar 64,69 %. Perbedaan hasil tersebut tidak signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa pada penambahan zeolit tidak menyebabkan proses fotokatalitik. Zeolit berfungsi sebagai adsorben yang mempunyai ukuran pori besar sehingga dapat menyerap zat warna metilen biru.

Tabel 4.1 Penurunan Konsentrasi Metilen Biru Dalam Kondisi Tanpa Sinar UV dan Menggunakan Sinar UV

No	Bahan	Konsentrasi metilen biru tanpa sinar UV (%)	Konsentrasi metilen biru menggunakan sinar UV (%)
1.	Metilen biru	0	0
2.	Zeolit	67,09	64,69
3.	TiO ₂	16,46	61,94
4.	TiO ₂ -zeolit	17,49	80,23



Gambar 4.1 Grafik penurunan konsentrasi metilen biru dalam kondisi tanpa sinar uv dan menggunakan sinar uv. (1) metilen biru, (2) zeolit, (3) TiO₂, (4) TiO₂-zeolit.

Pada reaksi gelap metilen biru dengan penambahan katalis TiO₂, penurunan konsentrasi metilen biru dihasilkan 16,46 % dan

reaksi terang sebesar 61,94 %. Hasil tersebut menunjukkan bahwa pada reaksi terang terjadi proses fotokatalitik. Sinar yang dihasilkan oleh lampu UV mengakibatkan terjadinya eksitasi elektron yang mampu mendegradasi senyawa metilen biru. Sedangkan untuk reaksi gelap, TiO_2 tidak menghasilkan OH radikal ($\bullet\text{OH}$) dan radikal anion superoksida ($\bullet\text{O}_2^-$) sehingga yang digunakan adalah energi dalam sistem katalis.

Metilen biru dengan penambahan katalis TiO_2 -zeolit pada reaksi gelap menghasilkan penurunan konsentrasi sebesar 17,49 % dan reaksi terang 80,23 %. Hasil tersebut membuktikan bahwa pada reaksi terang menghasilkan OH radikal ($\bullet\text{OH}$) dan radikal anion superoksida ($\bullet\text{O}_2^-$) sehingga dapat mendegradasi metilen biru lebih optimum. Selain itu pada reaksi terang penambahan katalis TiO_2 -zeolit menghasilkan penurunan konsentrasi yang lebih besar dibandingkan reaksi terang penambahan katalis TiO_2 . Hal tersebut menunjukkan bahwa penggunaan katalis TiO_2 diimbakan pada zeolit lebih efektif dibandingkan TiO_2 tanpa pengembanan.

Penurunan konsentrasi metilen biru dengan penambahan zeolit dan TiO_2 -zeolit pada kondisi terang berturut-turut sebesar 64,94 % dan 80,23 %. Perbedaan nilai tersebut menunjukkan bahwa pada penambahan zeolit hanya terjadi adsorpsi senyawa metilen biru, sedangkan pada penambahan TiO_2 -zeolit terjadi proses adsorpsi dan degradasi. Hasil tersebut menunjukkan bahwa fotokatalis TiO_2 -zeolit lebih efektif digunakan untuk degradasi metilen biru daripada zeolit tanpa penambahan TiO_2 .

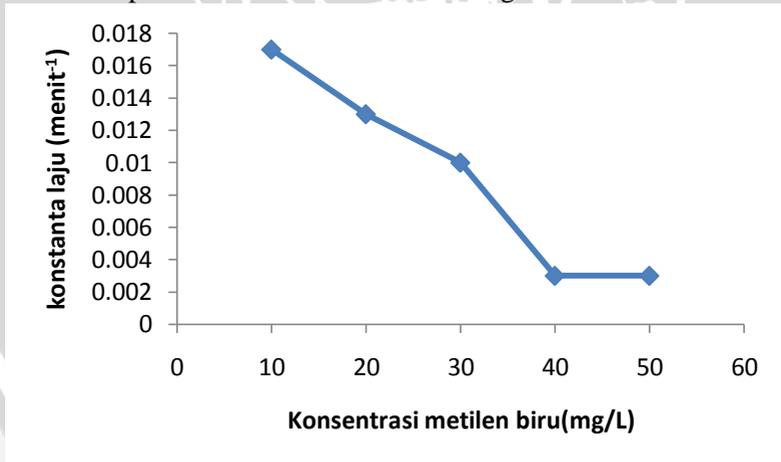
4.5 Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru Terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO_2 -Zeolit

Konsentrasi metilen biru mempengaruhi aktivitas fotokatalis TiO_2 -zeolit. Penelitian mengenai degradasi zat warna *Disperse Yellow 23* menggunakan fotokatalis TiO_2 diketahui bahwa dengan penambahan konsentrasi zat warna maka akan menurunkan aktivitas fotokatalis. Dalam penelitian tersebut digunakan konsentrasi 40, 60 dan 80 mg/L. Hasil optimum yang didapatkan adalah 40 mg/L [11]. Selain itu, penelitian tentang degradasi senyawa tekstil menggunakan fotokatalis TiO_2 dan ZnO dengan karbon aktif juga dihasilkan penurunan aktivitas fotokatalis seiring dengan kenaikan

konsentrasi zat warna. Penelitian tersebut digunakan konsentrasi zat warna 10 hingga 50 mg/L. Konsentrasi optimum yang didapatkan adalah 10 mg/L [7].

Pada penelitian ini digunakan konsentrasi metilen biru 10, 20, 30, 40 dan 50 mg/L. Konsentrasi fotokatalis TiO_2 -zeolit yang digunakan sebesar 10 mmol/g. Lama penyinaran dilakukan dengan variasi waktu 10, 20, 30, 40 dan 50 menit. Variasi waktu penyinaran dilakukan untuk mengetahui pengaruh lama penyinaran terhadap aktivitas fotokatalitik. Sebanyak 25 mL metilen biru ditambahkan ke dalam 50 mg TiO_2 -zeolit dan disinari. Absorbansi larutan yang sudah disinari kemudian diukur menggunakan spektrometri dengan panjang gelombang 663 nm. Konstanta laju degradasi ditentukan dengan membuat kurva hubungan waktu penyinaran sebagai sumbu x terhadap konsentrasi awal dan sisa ($\ln \frac{C_0}{C_t}$) sebagai sumbu y. Persamaan tersebut sesuai dengan persamaan kinetika Langmuir-Hinshelwood orde pertama semu. Persamaan tersebut menunjukkan bahwa laju fotodegradasi berbanding lurus dengan konsentrasi metilen biru terdegradasi. *Slope* yang dihasilkan dari persamaan regresi linier tersebut merupakan konstanta laju degradasi (k).

Nilai konstanta laju menunjukkan kecepatan degradasi senyawa metilen biru. Semakin besar nilai konstanta laju maka semakin cepat zat warna metilen biru terdegradasi.



Gambar 4.2 Kurva hubungan konsentrasi terhadap konstanta laju degradasi metilen biru

Tabel 4.2 Konstanta laju degradasi metilen biru

konsentrasi awal MB (mg/L)	konstanta laju degradasi (menit ⁻¹)	R ²
10	0,017	0.905
20	0,014	0.944
30	0,01	0.953
40	0,003	0.825
50	0,003	0.944

Berbagai konsentrasi metilen biru dalam penelitian ini digunakan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi metilen biru terhadap konstanta laju dan untuk mendapatkan konsentrasi metilen biru optimum pada proses adsorpsi dan degradasi. Gambar 4.2 dan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa laju degradasi maksimum didapatkan pada konsentrasi 10 mg/L dengan konstanta laju 0,017 menit⁻¹.

Faktor yang menentukan penurunan konsentrasi metilen biru adalah adsorbansi dan degradasi. Adsorbansi metilen biru oleh zeolit dan degradasi oleh TiO₂ menyebabkan penurunan konsentrasi zeolit. Pengembangan TiO₂ pada zeolit menyebabkan keduanya dapat bekerja saling mendukung sehingga mendapatkan hasil yang lebih baik daripada menggunakan salah satu bahan.

Proses degradasi metilen biru ini berlangsung dengan dikenainya TiO₂ oleh cahaya UV sehingga terjadi eksitasi elektron dari pita konduksi menuju pita valensi. Pita valensi terbentuk *hole* dan berinteraksi dengan air menghasilkan OH radikal (OH•). Pita konduksi terdapat elektron dan berinteraksi dengan oksigen membentuk O₂ radikal (•O₂⁻). OH radikal (OH•) merupakan spesi oksidator dan radikal anion superoksida (•O₂⁻) merupakan spesi reduktor. Selanjutnya kedua spesi tersebut mendegradasi zat warna sehingga menjadi H₂O, CO₂ dan senyawa asam dalam konsentrasi yang rendah. Reaksi degradasi metilen biru sesuai dengan persamaan 2.1-2.5.

Semakin besar konsentrasi metilen biru yang digunakan maka semakin banyak jumlah molekulnya. Banyaknya molekul tersebut menyebabkan kompetisi antar molekul metilen biru untuk teradsorpsi oleh katalis TiO₂-zeolit semakin besar. Hal ini menyebabkan proses adsorpsi semakin menurun [32]. Selain itu,

konsentrasi metilen biru yang besar akan mempengaruhi sinar UV yang sampai pada katalis TiO_2 -zeolit. Jika sinar UV yang sampai pada fotokatalis sedikit, maka energi foton yang mengenai fotokatalis juga semakin sedikit dan dapat mengakibatkan kemampuan elektron bereksitasi semakin kecil. Dengan demikian maka akan menghasilkan OH radikal ($\text{OH}\cdot$) yang semakin sedikit dan kemampuan mengoksidasi metilen biru menurun.

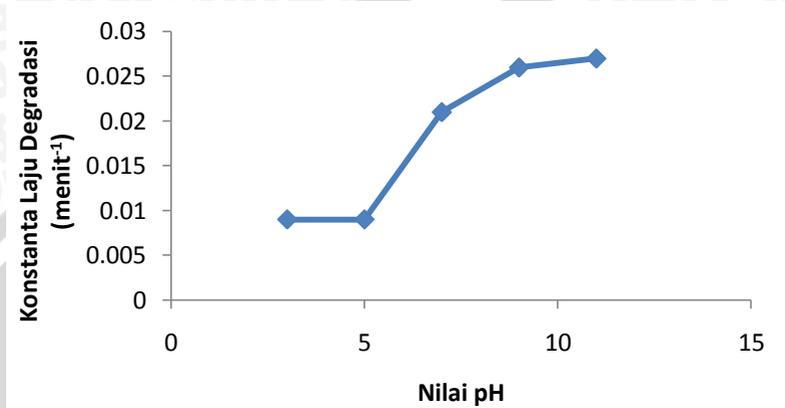
4.6 Pengaruh Nilai pH Metilen Biru Terhadap Konstanta Laju Penurunan Konsentrasi

Pada percobaan ini dipelajari tentang pengaruh pH larutan metilen biru terhadap laju reaksi fotodegradasi. Pengaruh pH tersebut dilakukan dengan penggunaan berbagai nilai pH. Nilai pH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 3, 5, 7, 9, dan 11. Pengaruh laju reaksi fotodegradasi dilakukan dengan berbagai waktu degradasi. Waktu yang digunakan dalam penelitian ini adalah 10, 20, 30, 40 dan 50 menit. Pengaruh pH tersebut dinyatakan dalam kurva hubungan antara pH larutan metilen biru terhadap laju reaksi fotodegradasi.

Nilai pH larutan metilen biru mempengaruhi proses degradasi. Nilai pH mempengaruhi proses degradasi zat warna metilen biru pada fotokatalis TiO_2 . Proses ini mempengaruhi OH radikal ($\cdot\text{OH}$) yang dihasilkan untuk oksidasi zat warna metilen biru. Penelitian Zendeudel [33] menunjukkan bahwa semakin tinggi pH maka kemampuan adsorpsi metilen biru naik 80% hingga 100% (range pH yang digunakan 1-11). Penelitian tersebut diketahui bahwa pada pH diatas 9 adsorpsi metilen biru cenderung konstan. Penelitian tentang degradasi zat warna *congo red* juga telah dilakukan oleh Joshi [7], yang menunjukkan pada pH antara 7-11 menghasilkan % degradasi sebesar 92,4%. Kurva hubungan pH awal metilen biru terhadap k (menit^{-1}) disajikan pada Gambar 4.4.

Dari Gambar 4.4. diketahui bahwa secara umum pola grafik laju reaksi fotodegradasi semakin meningkat seiring dengan peningkatan pH larutan. Nilai laju reaksi fotodegradasi menunjukkan kecepatan reaksi. Jika nilai laju reaksi fotodegradasi besar maka reaksi berlangsung cepat. Pada pH 3, 5, 7, 9 dan 11 nilai laju reaksi

fotodegradasi secara berturut-turut sebesar 0,009; 0,009; 0,021; 0,026 dan 0,027 menit⁻¹.



Gambar 4.3 Kurva hubungan nilai pH terhadap konstanta laju degradasi

Pada Gambar 4.4 diketahui bahwa pada pH basa yaitu pH 11 adalah pH optimum yang dihasilkan. Hal ini disebabkan, pada kondisi asam, permukaan TiO₂ yang diimbangkan pada zeolit cenderung bermuatan positif, dan sebaliknya pada kondisi basa permukaan TiO₂ bermuatan negatif. Persamaan reaksi TiO₂ pada pH asam dan basa ditunjukkan pada Persamaan 4.5 dan 4.6 [34]:

- pH asam (pH<6,8): $\text{Ti-OH} + \text{H}^+ \rightarrow \text{TiOH}_2^+$ (4.5)
- pH basa (pH>6,8): $\text{Ti-OH} + \text{OH}^- \rightarrow \text{TiO}^- + \text{H}_2\text{O}$ (4.6)

zat warna metilen biru merupakan zat warna kationik (bermuatan positif) yaitu mempunyai gugus NH₃⁺, sehingga pada pH basa zat warna metilen biru akan bergerak menuju permukaan fotokatalis dan mempermudah adsorpsi dan proses fotodegradasi [34].

Jumlah OH radikal (•OH) yang dihasilkan oleh fotokatalis dipengaruhi oleh kondisi pH larutan. Pada kondisi asam pembentukan elektron-hole terhambat sehingga menghasilkan OH radikal (•OH) dalam jumlah sedikit. Pada pH basa, fotokatalis menghasilkan OH radikal (•OH) dalam jumlah yang banyak. Kondisi pH ini efektif dilakukan pada suhu 25-60 °C. OH radikal (•OH) yang dihasilkan pada pH basa ditunjukkan pada persamaan 4.7 [35]



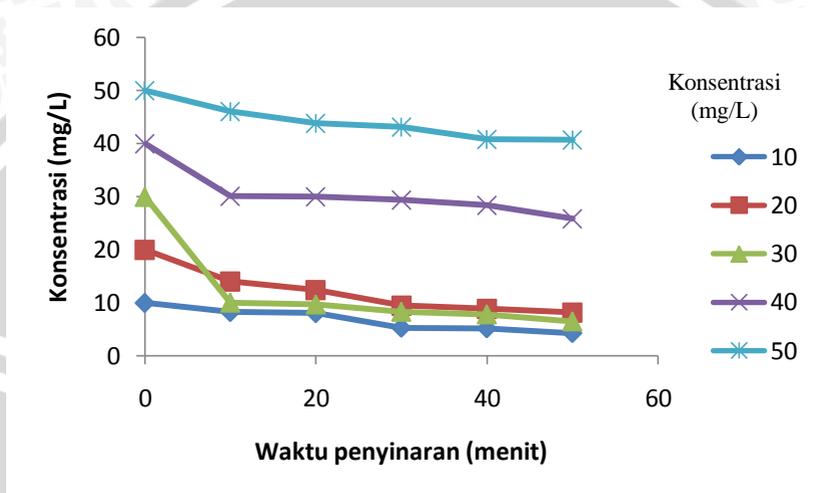
Jumlah OH radikal ($\bullet\text{OH}$) yang dihasilkan mempengaruhi proses fotodegradasi. Jika OH radikal ($\bullet\text{OH}$) yang dihasilkan banyak maka interaksi antara OH radikal ($\bullet\text{OH}$) dan H_2O semakin banyak pula. OH radikal ($\bullet\text{OH}$) berfungsi sebagai agen pengoksidasi yang kuat. Dengan demikian kemampuan fotodegradasi meningkat dan terjadi penurunan konsentrasi metilen biru. Hal ini sesuai dengan penelitian, yaitu kondisi optimum dicapai pada pH basa.

4.7 Pengaruh Waktu Penyinaran Terhadap Penurunan Konsentrasi Metilen Biru

Lama penyinaran dapat mempengaruhi proses fotodegradasi. Untuk mengetahui pengaruhnya, lama penyinaran dapat dihubungkan dengan penurunan konsentrasi. Penurunan konsentrasi merupakan banyaknya metilen biru yang terdegradasi. Penelitian sebelumnya tentang degradasi metilen biru menggunakan ZnO-SnO_2 menunjukkan bahwa waktu penyinaran mempengaruhi degradasi zat warna metilen biru. Semakin lama waktu penyinaran maka degradasi semakin tinggi. Kenaikan signifikan terjadi pada 10 menit pertama, namun setelah menit ke 20, degradasi cenderung stabil [32]. Penelitian mengenai pengaruh impregnasi logam titanium untuk degradasi metilen biru juga menunjukkan bahwa adsorpsi metilen biru dipengaruhi oleh waktu penyinaran. Waktu penyinaran optimum yang didapatkan pada penelitian tersebut adalah 40 menit [36]. Telah dilakukan penelitian tentang adsorpsi metilen biru dengan menggunakan bahan dasar abu sekam padi dengan menggunakan variasi waktu penyinaran 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa waktu yang dibutuhkan untuk penyerapan metilen biru oleh abu sekam padi adalah 10 menit, dan dicapai penyerapan sebesar 3,8 mg/L [37]. Kurva hubungan antara waktu penyinaran terhadap prosentase konsentrasi metilen ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Pada Gambar 4.3 diketahui bahwa pada konsentrasi metilen biru (10, 20, 30, 40 dan 50 mg/L) semakin lama waktu penyinaran maka penurunan konsentrasi semakin besar. Hal ini karena waktu penyinaran merupakan lamanya interaksi antara fotokatalis TiO_2 dengan cahaya UV dalam menghasilkan OH radikal ($\bullet\text{OH}$). Selain

itu juga mempengaruhi lamanya kontak antara OH radikal ($\bullet\text{OH}$) dengan zat warna yang didegradasi yaitu metilen biru. Semakin lama waktu penyinaran maka akan meningkatkan energi foton yang dihasilkan.



Gambar 4.3 Kurva hubungan waktu penyinaran terhadap penurunan konsentrasi metilen biru

Meningkatnya energi foton yang akan menghasilkan OH radikal ($\bullet\text{OH}$) yang semakin banyak. OH radikal ($\bullet\text{OH}$) adalah oksidator kuat yang digunakan untuk mendegradasi zat warna metilen biru. Jumlah OH radikal ($\text{OH}\bullet$) yang dihasilkan berbanding lurus dengan zat warna metilen biru yang terdegradasi [38]. Sesuai dengan penelitian sebelumnya mengenai degradasi zat warna *remazol yellow FG*, semakin lama waktu yang digunakan maka semakin menurun konsentrasi dari *remazol yellow FG*, dan waktu optimum yang didapatkan adalah 60 menit [34]. Penurunan konsentrasi ini tidak hanya disebabkan oleh adsorpsi dari fotokatalis yang digunakan.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan pembahasan maka dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Konsentrasi dan pH metilen biru berpengaruh terhadap konstanta laju degradasi. Hasil optimum variasi konsentrasi metilen biru didapatkan pada konsentrasi 10 mg/L dengan konstanta laju degradasi sebesar 0,017 menit⁻¹. Nilai pH optimum didapatkan pada pH 11 dengan konstanta laju degradasi sebesar 0,027 menit⁻¹.
2. Semakin lama waktu penyinaran hingga 50 menit menurunkan konsentrasi metilen biru.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya sebaiknya dilakukan pengadukan menggunakan pengaduk magnet saat proses fotodegradasi agar fotokatalis yang digunakan dapat terdispersi sempurna dan degradasi metilen biru lebih optimum.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Chung, Y.C., Chen, Y.C., 2009, **Degradation of Azo Dye Reactive Violet 5 by TiO₂ Photocatalysis**, *Environ Chem Lett*, Vol. 7: 347-352
- [2]. Sumerta, I.K., Wijaya, K., Tahir, I., 2002, **Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis TiO₂-Monmorilonit dan Sinar UV**, *Makalah pada Seminar Nasional Pendidikan Kimia*, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta
- [3]. Divya, N., Bansal, A., Jana, A. K., 2009, **Surface Modification, Characterization and Photocatalytic Performance of Nano-Sized Titania modified with Silver and Bentonite Clay**, *Bulletin of Chemical Reaction engineering and Catalysis*, Vol. 4(2), 43-53
- [4]. Batista, A.P. L., Carvalho, H. W., Luz, G. H. P., Martins, P. F. Q., Goncalves, M., Oliveira, L. C. A. O., 2010, **Preparation of CuO/SiO₂ and Photocatalytic Activity by Degradation of Methylene Blue**, *Environ Chem Lett*, Vol. 8, 63-67
- [5]. Ljubas, D., Curcovic, L., Dobrovic, S., 2010, **Photocatalytic degradation of an Azo Dye by UV Irradiation at 254 and 365 nm**, *Transactions of Famena XXXIV-1*
- [6]. Slamet, Bismo, S., Arbianti, R., Sari, Z., 2006, **Penyisihan Fenol Dengan Kombinasi Proses Adsorpsi dan Fotokatalisis Menggunakan Karbon Aktif dan TiO₂**, *Jurnal Teknologi*, Edisi No. 4
- [7]. Joshi, K.M., Shirivastva, V. S., 2010, **Removal of Hazardious Textile dyes From Aqueous Solution by Using**

Commercial Activated Carbon With TiO₂ and ZnO as Photocatalyst, *International Journal of Chem Tech Research*, Vol. 2, No. 1, 427-435

- [8]. Ramadhana, A. K. K, Wardhani, S., Purwonugroho, D., 2013, **Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan TiO₂-Zeolit Dengan Penambahan Ion Persulfat**, *Student Journal*, Vol. 1, No. 2, 168-174
- [9]. Slamet, Ellyana, M., Bismo, S., 2008, **Modifikasi Zeolit Alam Lampung dengan Fotokatalis TiO₂ melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Fenol**, *Departemen Teknik Kimia*, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia
- [10]. Pundisari, S. S., Wardhani, S., Purwonugroho, D., 2013, **Pengaruh Konsentrasi Ion Sulfat (SO₄²⁻) Terhadap Degradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis TiO₂-zeolit**, *Student Journal*, Vol. 1, No. 2, 236-242
- [11]. Nikazar, M., Gholivand, K., Mahanpoor, K., 2007, **Using TiO₂ Supported on Clinoptilolite as a Catalyst for Photocatalytic Degradation of Azo Dye Disperse Yellow 23 in Water**, *Original Russian Text*, Kinetics and Catalysis, Vol. 48, No. 2, 214-220
- [12]. Bubacz, K., Choina, J., Dolat, D., Morawski, A. W., 2010, **Methylene Blue and Phenol Photocatalytic Degradation on Nanoparticles of Anastase TiO₂**, *Polish J. Of Environ. Stud.* Vol. 19, No. 4, 685-691
- [13]. Febriana, I. D., 2012, **Pengaruh pH Awal Larutan Methyl Orange pada Degradasi Zat Warna Methyl Orange**

dengan Fotokatalisa Bentonit- TiO_2 , *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang

- [14]. Palupi, E., 2006, **Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO_2** , *Departemen Fisika*, FMIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor
- [15]. Soysal, K., 2010, **Photocatalytic Activity of Apatite-Deposited Titanium Dioxide Powder**, *Tesis*, The Graduate School of Natural and Applied Sciences of Middle East Technical University
- [16]. Prasthio, A., 2012, **Degradasi Gas NO_2 Dengan Proses Adsorpsi dan Fotokatalitik Menggunakan Zeolit Alam Teraktifasi Yang Diintegrasikan Dengan TiO_2 untuk Aplikasi Masker**, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Program Studi Teknik Kimia, Depok
- [17]. Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal, Mahfudz, H., 2009, **Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO_2)**, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, Edisi Khusus
- [18]. Ardiani, P., 2010, **Efektivitas Katalis TiO_2 dengan Pengemban $\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ pada Fotodegradasi Zat Warna Rhodamine B**, *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta
- [19]. Rianto, L. B., Amalia, S., Khalifah, S. N., 2012, **Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang**

Terhadap Luas Permukaan Zeolit, *Alchemy*, Vol. 2, No. 1, 58-67

- [20]. Hasibuan, R. A., 2012, **Modifikasi Zeolit Alam dengan TiO₂ untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor**, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok
- [21]. Galindo, C., Jacques, P., 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* 141, 47-56
- [22]. Mahne, D., 2012, **Combination of Constructed Wetland and TiO₂ Photocatalysis for Textile Waste Water Treatment**, *Dissertation*, University of Nova Gorica
- [23]. Mutngimaturrohman, Gunawan, Khabibi, 2009, **Aplikasi Zeolit Alam Terdealuminasi dan Termomodifikasi HDTMA sebagai Adsorben Fenol**, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Diponegoro Semarang
- [24]. Rini, D. K., Lingga, F. A., 2010, **Optimasi Aktivasi Zeolit Alam untuk Dehumidifikasi**, *Skripsi*, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro Semarang
- [25]. Azhar, M., 2013, **Modifikasi Zeolit Alam Indonesia dengan Polielektrolit PDDA/PSS sebagai Adsorben Zat Warna Congo Red dan Methylene Blue**, *Skripsi*, Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok
- [26]. Ningsih, T. S., 2012, **Sintesis dan Karakteristik Fotokatalis Ni²⁺-ZnO Berbasis Zeolit Alam**, *Skripsi*, Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, FT, Universitas Indonesia, Depok

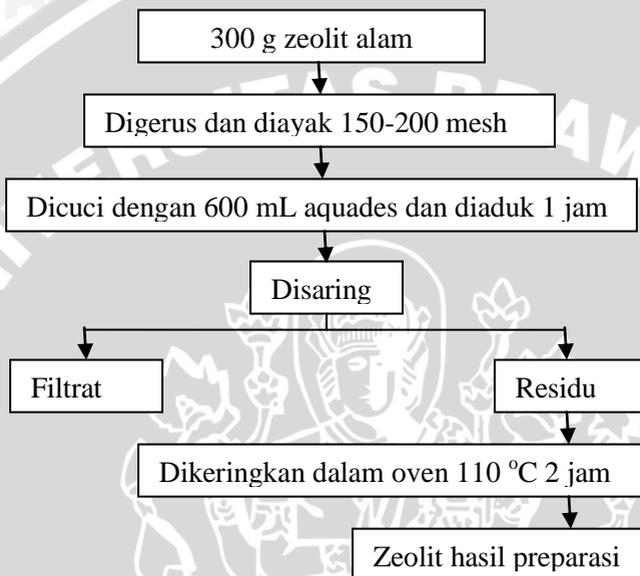
- [27]. Ahmadi, K., Mushollaeni, W., 2007, **Aktivasi Kimiawi Zeolit Alam untuk Pemurnian Minyak Ikan dari Hasil Samping Penepungan Ikan Lemuru (*Sardinella longiceps*)**, *Jurnal Teknologi Pertanian*, Vol. 8, No. 2, Hal. 71-79
- [28]. Febrika, Y., Zilfa, Safni., 2013, **Degradasi senyawa profenofos Dalam Insektisida Curacron 500EC Secara Ozonolisis Dengan Penambahan TiO₂/Zeolit**, *Jurnal Kimia Unand*, Vol. 2, No. 1
- [29]. Yosephine, 2007, **Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dalam sistem Dinding Gelas bertabung yang Diimobilisasi TiO₂ dan TiO₂-Au dengan Pengaruh pengadukan Kecepatan Tinggi**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok
- [30]. Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., Kurniaysih, D., 2006, **Utilisasi TiO₂-Zeolit dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red**, *Tenoin*, vol. 11, No. 3, Hal. 199-209
- [31]. Saefudin, A., Darmawan, A., Azmiyawati, C., 2010, **Sintesis Lempung Terpillar TiO₂ Menggunakan Surfaktan Dodesilamin, Karakterisasi dan Aplikasinya sebagai Fotokatalis Degradasi Zat Warna Indigi Carmine, Metanil Yellow, dan Rhodamin**, Jurusan Kimia, Universitas Diponegoro, Semarang
- [32]. Dony, N., Azis, H., Syukri, 2013, **Study Fotodegradasi Biru Metilen di Bawah Sinar Matahari Oleh ZnO-SnO₂ yang Dibuat Dengan Metoda Solid State Reaction**, *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, Hal. 297-303

- [33]. Zendehtdel, M., Kalateh, Z., Alikhani, H., 2011, **Efficiency Evaluation of NaY Zeolite and TiO₂/NaY Zeolite in Removal of Methylene Blue Dye From Aqueous Solution**, *Iran J. Environ. Health. Sci. Eng.*, Vol. 8, Hal. 265-272
- [34]. Qodri, A. A., 2011, **Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow FG Dengan Fotokatalis Komposit TiO₂/SiO₂**, *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta
- [35]. Mirkhani, V., Tangestaninejad, S., Monghadam, M., Habibi, M. H., Vartooni, A. R., 2008, **Photocatalytic Degradation of Azo Dyes Catalyzed by ag Doped TiO₂ Photocatalyst**, *Journal of The Iranian Chemical Society*, Vol. 6, Hal. 578-587
- [36]. Rianto, L. B., Amalia, S., Khalifah, S. N., 2012, **Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit**, *Alchemy*, Vol. 2, Hal. 58-67
- [37]. Riapanitra, A., Setyaningtyas, T., Riyani, K., 2006, **Penentuan Waktu Kontak dan pH Optimum Penyerapan Metilen Biru Menggunakan Abu Sekam Padi**, Jurusan Kimia, FMIPA, Unsoed, Purwokerto
- [38]. Anwar, D.I., 2011, **Sintesis Komposit Fe-TiO₂-SiO₂ Sebagai Fotokatalis Pada Degradasi Erionyl Yellow**, *Tesis*, FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

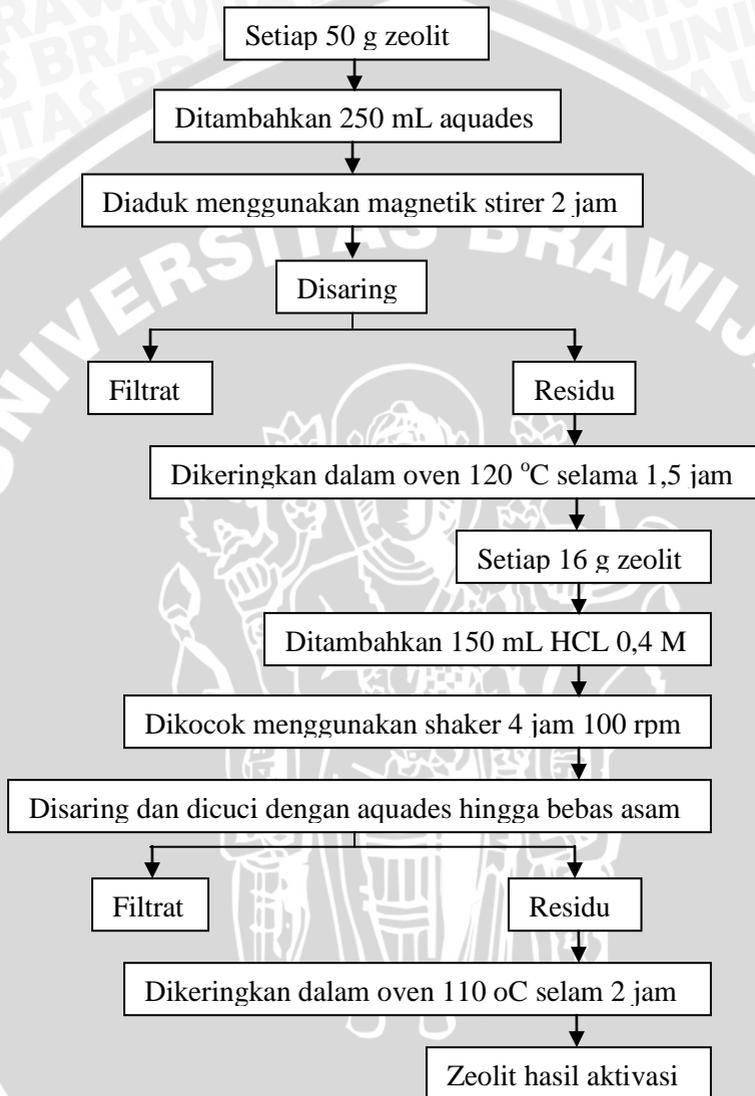
LAMPIRAN

LAMPIRAN A Diagram Alir Penelitian

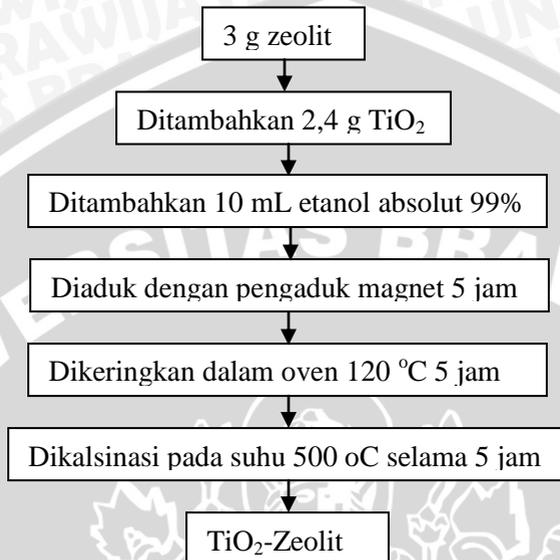
A.1 Preparasi Zeolit



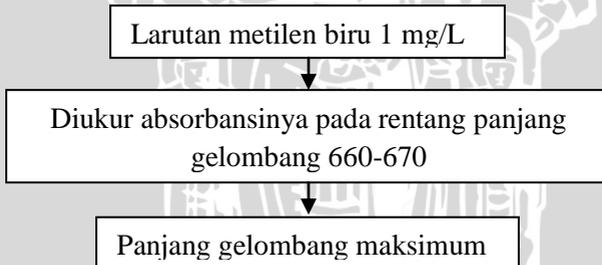
A.2 Aktivasi Zeolit Alam



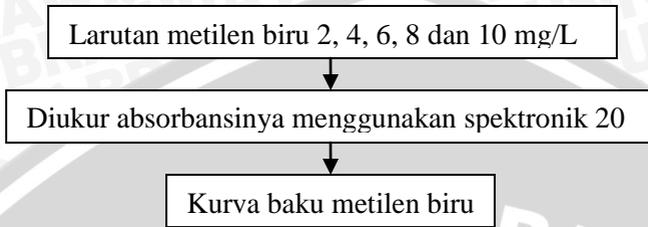
A.3 Sintesis TiO₂-Zeolit



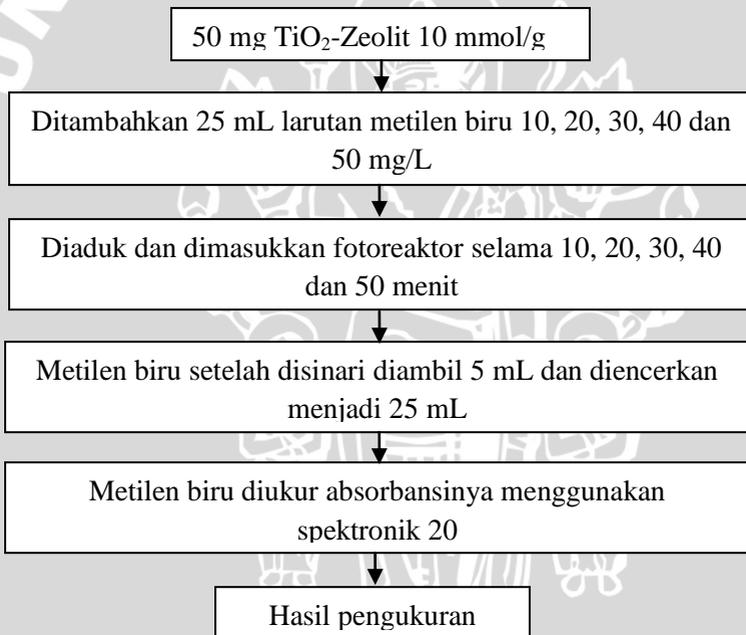
A.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum



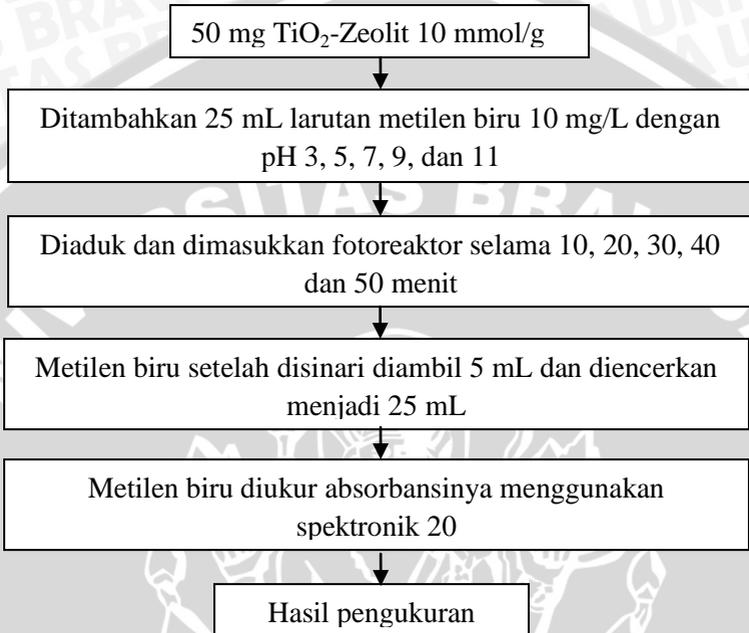
A.5 Pembuatan Kurva Baku Metilen Biru



A.6 Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru Terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO_2 -Zeolit



A.7 Pengaruh pH Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO_2 -Zeolit



LAMPIRAN B. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

B.1 Pembuatan Metilen Biru 10 mg/L

Larutan dibuat dengan cara, ditimbang padatan metilen biru sebanyak 10 mg, kemudian dilarutkan dengan aquades secukupnya di dalam gelas kimia. Selanjutnya, larutan metilen biru dituangkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditandabatkan menggunakan aquades serta dikocok hingga homogen. Berikut adalah perhitungan untuk massa metilen biru yang digunakan:

$$\begin{aligned}\text{Massa metilen biru} &= \text{konsentrasi (mg/L)} \times \text{Volume (mL)} \\ &= \frac{10 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mg}\end{aligned}$$

B.2 Pembuatan 1000 mL Larutan HCl 0,4 M

$$\text{Massa jenis HCl pekat} = 1,19 \text{ g/mL}$$

$$\text{Kadar HCl pekat} = 37\%$$

$$\text{Mr HCl} = 36,461 \text{ g/mol}$$

Konsentrasi HCl pekat adalah :

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

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

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

$$12,0759 \text{ M} \times V_1 = 0,4 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = 33,12 \text{ mL}$$

Dipipet sebanyak 33,12 mL HCl pekat kedalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas.

B. 3 Pembuatan 250 mL larutan HCl 0,01 M

Larutan HCl yang digunakan diambil dari larutan stock HCl 0,4 M.

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

$$0,4 \text{ M} \times V_1 = 0,01 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,625 \text{ mL}$$

Dipipet sebanyak 0,625 mL HCl 0,4 M kedalam labu ukur 250 mL dan diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas.

B.4 Pembuatan 100 mL Larutan AgNO₃ 0,1 M

$$\begin{aligned}\text{Mol AgNO}_3 &= [\text{AgNO}_3] \times V \\ &= 0,1 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa AgNO}_3 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 169,91 \text{ g/mol} \\ &= 1,699 \text{ g}\end{aligned}$$

Sebanyak 1,669 g AgNO₃ ditimbang, kemudian dilarutkan menggunakan aquades dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL serta diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas.

B. 5 Pembuatan 250 mL Larutan NaOH 0,05 M

$$\begin{aligned}\text{Mol NaOH} &= [\text{NaOH}] \times V \\ &= 0,05 \text{ M} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 0,0125 \text{ mol} \\ \text{Massa NaOH} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,0125 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 0,5 \text{ g}\end{aligned}$$

Sebanyak 0,5 g NaOH ditimbang, kemudian dilarutkan menggunakan aquades dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL serta diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas.

B. 6 Pembuatan TiO₂-zeolit 10 mmol/g

Pembuatan fotokatalis TiO₂-zeolit 10 mmol/g sebagai berikut:

$$\begin{aligned}\text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol} \times \text{Mr TiO}_2 \\ \text{TiO}_2 &= 10 \text{ mmol} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 79,87 \text{ g/mol} \\ &= 0,8 \text{ g dalam 1 g zeolit}\end{aligned}$$

Sehingga dibutuhkan 2,4 g TiO₂ dalam 3 g zeolit.

Sebanyak 2,4 g TiO₂ ditimbang dan ditambahkan 3 g zeolit dan dicampurkan hingga homogen.

LAMPIRAN C. Data hasil penelitian

C.1 Pengukuran panjang gelombang maksimum metilen biru

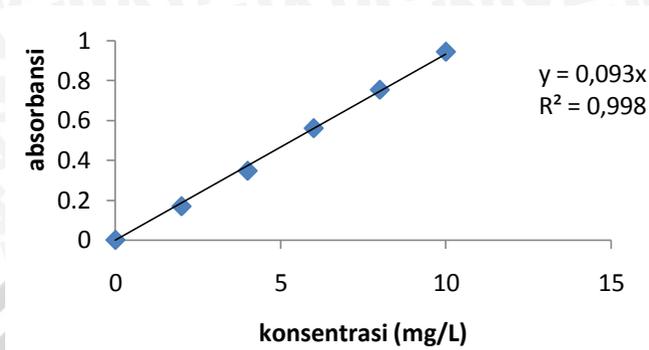
Tabel C. 1 Absorbansi larutan metilen biru 1 mg/L

Panjang gelombang	Absorbansi
660	0,061
661	0,062
662	0,062
663	0,063
664	0,062
665	0,062
666	0,062
667	0,061
668	0,061
669	0,061
670	0,061

C.2 Pengukuran kurva baku

Tabel C.2 Absorbansi larutan metilen biru 0, 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
2	0,169
4	0,347
6	0,561
8	0,754
10	0,945



Gambar C. 1 Kurva baku larutan metilen biru

C.3 Pengaruh Konsentrasi Metilen Biru Terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO_2 -Zeolit

Tabel C. 3 Penentuan $\ln(C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L

waktu (menit)	Abs1	Abs2	Abs rata2	Ct	$\ln(C_0/C_t)$
10	0.142	0.144	0.143	7.688172	0.437578
20	0.144	0.140	0.142	7.647849	0.442836
30	0.095	0.092	0.094	5.040323	0.859791
40	0.093	0.090	0.092	4.932796	0.881355
50	0.074	0.075	0.075	4.005376	1.089623

Tabel C. 4 Penentuan $\ln(C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 20 mg/L

waktu (menit)	Abs1	Abs2	Abs rata2	Ct	$\ln(C_0/C_t)$
10	0,236	0,244	0,240	12,90323	0,600438
20	0,209	0,2165	0,213	11,43817	0,720959
30	0,166	0,1655	0,166	8,91129	0,970596
40	0,154	0,1555	0,155	8,319892	1,039266
50	0,143	0,1425	0,143	7,674731	1,119982

Tabel C. 5 Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 30 mg/L

waktu (menit)	Abs1	Abs2	Abs rata2	Ct	$\ln (C_0/C_t)$
10	0,173	0,175	0,174	9,354839	0,996864
20	0,165	0,169	0,167	8,978495	1,037925
30	0,147	0,145	0,146	7,849462	1,172312
40	0,136	0,136	0,136	7,325269	1,241428
50	0,112	0,114	0,113	6,061828	1,430746

Tabel C. 6 Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 40 mg/L

waktu (menit)	Abs1	Abs2	Abs rata2	Ct	$\ln (C_0/C_t)$
10	0,518	0,524	0,521	28,01075	0,490074
20	0,522	0,522	0,522	28,05108	0,488636
30	0,510	0,511	0,511	27,44624	0,510434
40	0,487	0,493	0,490	26,34409	0,551419
50	0,441	0,450	0,445	23,93817	0,647189

Tabel C. 7 Penentuan $\ln (C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 50 mg/L

waktu (menit)	Abs1	Abs2	Abs rata2	Ct	$\ln (C_0/C_t)$
10	0,782	0,802	0,792	42,58065	0,190808
20	0,763	0,763	0,763	41,02151	0,228112
30	0,754	0,750	0,752	40,43011	0,242633
40	0,698	0,710	0,704	37,8629	0,308236
50	0,707	0,708	0,708	38,03763	0,303632

C.4 Pengaruh pH Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis TiO₂-Zeolit

Tabel C. 8 Penentuan $\ln(C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 3

Abs 1	Abs 2	Rata2	Ct	waktu (menit)	$\ln(C_0/C_t)$
0,099	0,097	0,098	5,268817	10	0,815455
0,088	0,085	0,086	4,650538	20	0,940278
0,074	0,073	0,074	3,951613	30	1,103137
0,070	0,071	0,070	3,790323	40	1,14481
0,070	0,068	0,069	3,709677	50	1,166316

Tabel C. 9 Penentuan $\ln(C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 5

Abs 1	Abs 2	Rata2	Ct	waktu (menit)	$\ln(C_0/C_t)$
0,068	0,067	0,068	3,629032	10	1,188295
0,064	0,064	0,064	3,44086	20	1,241539
0,054	0,053	0,054	2,876344	30	1,420741
0,050	0,050	0,050	2,688172	40	1,488399
0,048	0,049	0,048	2,607527	50	1,518859

Tabel C. 10 Penentuan $\ln(C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 7

Abs 1	Abs 2	Rata2	Ct	waktu (menit)	$\ln(C_0/C_t)$
0,032	0,032	0,032	1,72043	10	1,934687
0,029	0,030	0,029	1,586022	20	2,016032
0,027	0,027	0,027	1,451613	30	2,104586
0,017	0,016	0,016	0,887097	40	2,597062
0,015	0,015	0,015	0,806452	50	2,692372

Tabel C. 11 Penentuan $\ln(C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 9

Abs 1	Abs 2	Rata2	Ct	waktu (menit)	$\ln(C_0/C_t)$
0,032	0,033	0,032	1,747312	10	1,919182
0,03	0,030	0,030	1,612903	20	1,999225
0,018	0,020	0,019	1,021505	30	2,455983
0,015	0,015	0,015	0,806452	40	2,692372
0,012	0,012	0,012	0,645161	50	2,915516

Tabel C. 12 Penentuan $\ln(C_0/C_t)$ pada degradasi metilen biru 10 mg/L pada pH 11

Abs 1	Abs 2	Rata2	Ct	waktu (menit)	$\ln(C_0/C_t)$
0,029	0,028	0,028	1,532258	10	2,050518
0,027	0,025	0,026	1,397849	20	2,142326
0,017	0,017	0,017	0,913978	30	2,567209
0,012	0,013	0,012	0,672043	40	2,874694
0,010	0,011	0,011	0,564516	50	3,049047

Tabel C. 13 Kontrol perlakuan degradasi metilen biru

Kontrol	Abs 1	Abs 2	Rata2	Ct
MB	0,425	0,450	0,44	25,14
MB + hv	0,450	0,425	0,44	25,14
MB + zeolit	0,142	0,146	0,14	8,28
MB + zeolit + hv	0,146	0,163	0,15	8,88
MB + TiO ₂	0,359	0,372	0,37	21,01
MB + TiO ₂ + hv	0,175	0,158	0,17	9,57
MB + TiO ₂ -zeolit	0,359	0,363	0,36	20,75
MB + TiO ₂ -zeolit + hv	0,083	0,090	0,09	4,97

C. 5 Fotoreaktor



Gambar C. 2 Fotoreaktor untuk degradasi senyawa metilen biru

C. 6 Hasil Penyinaran Metilen Biru



Gambar C. 3 Hasil penyinaran metilen biru 10, 20, 30, 40 dan 50 mg/L