

**Pengaruh Konsentrasi Fotokatalis Granul TiO₂/Bentonit-
Kitosan, pH Limbah dan Lama Penyinaran Terhadap
Kemampuan Mendegradasi Limbah Tempe Menggunakan
Sinar UV**

SKRIPSI

Oleh:

ANITA SULISTIA

145090201111027



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018**

repository.ub.ac.id

**Pengaruh Konsentrasi Fotokatalis Granul TiO_2 /Bentonit-
Kitosan, pH Limbah dan Lama Penyinaran Terhadap
Kemampuan Mendegradasi Limbah Tempe Menggunakan
Sinar UV**

SKRIPSI

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

Oleh:

ANITA SULISTIA
145090201111027



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

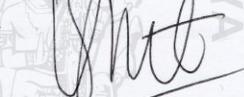
Pengaruh Konsentrasi Fotokatalis Granul TiO₂/Bentonit-Kitosan, pH Limbah dan Lama Penyinaran Terhadap Kemampuan Mendegradasi Limbah Tempe Menggunakan Sinar UV

Oleh:
ANITA SULISTIA
 145090201111027

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji
 pada tanggal **17 JUL 2018**
 dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
 Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

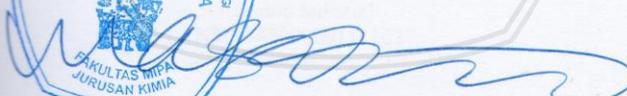



Dra. Sri Wardhani, M.Si
 NIP 196802261992032001

Siti Mufrohm, S.Si., M.Sc
 NIP 197009171994032002



Mengetahui Ketua Jurusan Kimia
 Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D
 NIP 197310202002121001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Anita Sulistia
NIM : 145090201111027
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi yang berjudul:

Pengaruh Konsentrasi Fotokatalis Granul TiO_2 /Bentonit-Kitosan, pH Limbah dan Lama Penyinaran Terhadap Kemampuan Mendegradasi Limbah Tempe Menggunakan Sinar UV

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 termaksud di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juli 2018
Yang menyatakan,

(Anita Sulistia)
NIM 145090201111027

repository.ub.ac.id

Pengaruh Konsentrasi Fotokatalis Granul TiO_2 /Bentonit-Kitosan, pH Limbah dan Lama Penyinaran Terhadap Kemampuan Mendegradasi Limbah Tempe Menggunakan Sinar UV

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mencari komposisi optimum dari konsentrasi TiO_2 yang tererman bentonit, pH Limbah dan lama penyinaran menggunakan sinar UV dalam menurunkan nilai COD dari limbah cair tempe dengan metode fotokatalis TiO_2 /bentonit-kitosan yang dibuat dalam berbentuk granul. Granul TiO_2 /bentonit-kitosan dibuat dengan mencampurkan variasi TiO_2 0,9 ;1,2 ;1,5 dan 1,8 g/3g bentonit yang diaduk selama 5 jam dan dikalsinasi. TiO_2 /bentonit yang didapatkan dibuat dalam bentuk granul dengan ditambahkan kitosan dan pelarut asam asetat, suspensi yang dihasilkan dimasukkan kedalam *syring pump* dan tetesan ditampung didalam NaOH 0,4 M. TiO_2 , bentonit aktivasi, TiO_2 /Bentonit dan TiO_2 /bentonit-kitosan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk. Limbah cair tempe yang digunakan adalah hasil rebusan kedelai. Variasi limbah dan fotokatalis yang digunakan adalah 150 mg fotokatalis dan 25 mL limbah cair yang kemudian disinari selama 5 jam dibawah lampu sinar UV dengan panjang gelombang 352 nm. Limbah hasil degradasi ditentukan dengan analisa COD. Hasil dari penelitian ini didapatkan penurunan nilai COD limbah sebesar 75,0 % dengan variasi optimum TiO_2 0,6 g dalam 3 g bentonit pada pH 6 dengan lama peninaran selama 5 jam dibawah lampu UV dan hasil FTIR spesifik pada TiO_2 yaitu 400 – 800 cm^{-1} , bentonit teraktivasi yaitu 3435,75 cm^{-1} dan 1437,63 cm^{-1} , TiO_2 /bentonit tidak menunjukkan pergeseran serapan pada bilangan gelombang 3433.82 cm^{-1} , sedangkan pada FTIR TiO_2 /bentonit-kitosan terdapat serapan baru yaitu pada bilangan gelombang 2874.50 cm^{-1} yang merupakan karakteristik gugus fungsi dari kitosan.

Kata kunci : Fotokatalis, Limbah cair tempe, TiO_2 dan Bentonit,

repository.ub.ac.id

The Effect of Photocatalyst Concentrations of TiO₂/ Bentonite-Chitosan Granules, pH of Waste and Irradiation Time on the Ability to Temperate Tempe Waste Using UV Light

ABSTRACT

This research aims to find the optimum composition of the TiO₂ in bentonite concentrations, pH of waste and old shines using UV rays in lowering the value of COD from liquid waste tempe with photocatalyst methods of TiO₂/bentonite-chitosan that made in the shape of granule. Granule TiO₂/bentonite-Chitosan was made by mixing variations of TiO₂ 0.9; 1,2; 1,5; 1,8 g/3g and bentonite which is stirred for 5 hours and calcined for 5 hours. TiO₂/bentonite obtained made in the shape of granule with added chitosan and acetic acid solvent, the resulting suspensions were incorporated into the syringe pump and drip accommodated in 0.4 M NaOH. Characterization of TiO₂, activated bentonite TiO₂/bentonite, and TiO₂/bentonite-Chitosan using FTIR tested to know the functional group which is formed. Liquid waste tempe used soy stew is the result. Photocatalyst of waste and variation used is 150 mg fotokatalis and 25 mL liquid waste which is illuminated for 5 hours under the UV light with a wavelength of 352 nm. Results waste degradation were determined by analysis of COD. The results of this research brings about a decrease in the value of COD of waste of 75.0% with optimum TiO₂ variations of 0.6 g in 3 g bentonite at pH 6 with long peninaran for 5 minutes under the UV lamp and FTIR results specific to TiO₂ that is 400 – 800 cm⁻¹, bentonite activated is 3435.75 cm⁻¹ and 1437.63 cm⁻¹, and TiO₂/bentonite did not show a shift on absorption at a wavenumber of 3433.82 cm⁻¹, whereas in FTIR TiO₂/bentonite-chitosan contained new peak at a wavenumber of 2874.50 cm⁻¹, which is a characteristic functional groups of Chitosan.

Key words: *Photocatalyst, liquid waste, TiO₂, and Bentonite*

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas limpahan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Konsentrasi Fotokatalis Granul TiO₂/Bentonit-Kitosan, pH Limbah dan Lama Penyinaran Terhadap Kemampuan Mendegradasi Limbah Tempe Menggunakan Sinar UV”** ini sebagai salah satu syarat mendapatkan gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya. Penyusunan skripsi ini tidak dapat terselesaikan dengan baik tanpa bantuan dan kerja sama dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si selaku dosen pembimbing I dan penasehat akademik yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama masa studi, pelaksanaan penelitian hingga penyusunan skripsi.
2. Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc., selaku dosen pembimbing II yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama penyusunan skripsi.
3. Dosen penguji seminar proposal, kemajuan dan tugas akhir atas saran kepada penulis.
4. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia beserta segenap Staf Pengajar dan Karyawan Jurusan Kimia.
5. Ibu Jariah, Bapak Suwardi dan Andry Nugraha, SH., beserta seluruh keluarga atas doa, kepercayaan, kasih sayang dan semangat serta dukungan moril dan materil.
6. Tim Bentonit-kitosan (Rizqia, Ichi, Cessa dan Aldila), Suci, Domas, Fatin, Fibri dan teman-teman laboratorium kimia anorganik yang telah membantu dan memberikan dukungan selama pelaksanaan penelitian.
7. Tia Aulia, Dinisa, Ida, Melia dan Debby dan teman-teman Kimia kelas C angkatan 2014 yang telah bersedia membagi ilmu dan memberikan dukungan selama kuliah.
8. Slamet Abdul Azis sebagai kekasih yang selalu memberikan doa, kasih sayang, semangat serta dukungan moril dan materil.
9. Teman Teman BEM FMIPA UB (Ami, Naufal, Mas salim, Mba ule, Jasmin, Sari dan Yuni) yang telah memberikan dukungan,

semangat dan doa selama berorganisasi. Serta seluruh pihak yang membantu penulis menyelesaikan tugas akhir.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan, mohon maaf apabila terdapat kesalahan, semoga skripsi ini dapat memberi manfaat dan pengetahuan yang dibutuhkan oleh pembaca.

Malang, Juli 2018

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
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	6
2.1 Limbah Cair Tempe	6
2.2 TiO ₂ (Titanium Dioksida)	7
2.3 Fotokatalisis	9
2.4 Bentonit	11
2.5 Kitosan	12
2.6 COD (<i>Chemical Oxygen Demand</i>)	13
2.7 Karakterisasi FTIR	15
BAB III METODE PENELITIAN	17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	17
3.2.1 Alat Penelitian	17
3.2.2 Bahan Penelitian	17
3.3 Rancangan dan Tahap Penelitian	17
3.4 Prosedur Penelitian	18
3.4.1 Aktivasi Bentonit dengan Asam	18
3.4.2 Impregnasi TiO ₂ pada Bentonit	18
3.4.3 Sintesis Granul TiO ₂ /bentonit-kitosan	18
3.4.4 Preparasi Limbah Cair Tempe	19

3.4.5 Uji Fotodegradasi pada Limbah tempe	19
3.4.5.1 Penentuan Rasio Optimum TiO_2 pada Bentonit	19
3.4.5.2 Penentuan pH Optimum	19
3.4.5.3 Penentuan Lama Penyinaran	19
3.4.6 Analisa COD Limbah Sebelum dan Setelah Didegradasi	19
3.4.7 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan FTIR	20
3.4.8 Analisa Data Penentuan Presentase Limbah Tempe (%)	20
BAB IV PEMBAHASAN	21
4.1 Preparasi Limbah Cair tempe	21
4.2 Aktivasi Bentonit	21
4.3 Impregnasi TiO_2 pada Bentonit	21
4.4 Sintesis Granul TiO_2 /Bentonit-Kitosan	22
4.5 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan FTIR	23
4.5.1 Karakterisasi Bentonit Alam dan Bentonit Teraktivasi	22
4.5.2 Karakterisasi TiO_2 , TiO_2 /Bentonit dan TiO_2 /Bentonit-Kitosan	25
4.6 Pengaruh Konsentrasi TiO_2 dalam Fotokatalis	27
4.7 Pengaruh pH pada Degradasi Nilai COD Limbah Tempe	28
4.8 Pengaruh Lama Penyinaran pada Degradasi Nilai COD	30
BAB V PENUTUP	32
5.1 Kesimpulan	32
5.2 Saran	32
DAFTAR PUSTAKA	33
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	: Kandungan nilai gizi tempe	6
Tabel 2.2	: Data hasil penelitian limbah tempe	7
Tabel 4.1	: Data spektra FTIR bentonit alam dan bentonit aktivasi	24
Tabel 4.2	: Data spektra FTIR TiO ₂ , TiO ₂ /Bentonit dan TiO ₂ /Bentonit-Kitosan	26
Tabel C.1	: Data hasil karakterisasi FTIR bentonit alam	45
Tabel C.2	: Data hasil karakterisasi FTIR bentonit aktivasi	46
Tabel C.3	: Data hasil karakterisasi FTIR f.g	47
Tabel C.4	: Data hasil karakterisasi FTIR TiO ₂ -Bentonit	48
Tabel C.5	: Data hasil karakterisasi FTIR TiO ₂ -Bentonit-Kitosan	49
Tabel C.6	: Data nilai COD limbah tempe penentuan rasio optimum TiO ₂	50
Tabel C.7.1	: Data nilai COD limbah tempe sebelum disinari penentuan pH limbah optimum	51
Tabel C.7.2	: Data nilai COD limbah tempe setelah disinari penentuan pH limbah optimum	51
Tabel C.8.1	: Data nilai COD limbah tempe sebelum disinari penentuan lama penyinaran	52
Tabel C.8.2	: Data nilai COD limbah tempe setelah disinari penentuan lama penyinaran	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	: Bagan alur pembuatan tempe	5
Gambar 2.2	: Energi gab berbagai semikonduktor	8
Gambar 2.3	: Struktur kristal TiO ₂ rutil	9
Gambar 2.4	: Struktur kristal TiO ₂ anastase	9
Gambar 2.5	: Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi pada TiO ₂ dibawah sinar UV	10
Gambar 2.6	: Struktur bentonit	12
Gambar 2.7	: Struktur kitin	13
Gambar 2.8	: Struktur kitosan	13
Gambar 4.1	: Iustrasi komposit TiO ₂ /bentonit-kitosan	23
Gambar 4.2	: Spektra FTIR bentonit alam dan bentonit teraktivasi	24
Gambar 4.3	: Spektra FTIR TiO ₂ , TiO ₂ /bentonit dan TiO ₂ /bentonit-kitosan	25
Gambar 4.4	: Grafik hubungan kosentrasi TiO ₂ pada bentonit : terhadap penurunan nilai COD	27 23
Gambar 4.5	: Grafik hubungan pH awal limbah cair tempe terhadap penurunan nilai COD	28
Gambar 4.6	: Grafik hubungan lama penyinaran limbah cair tempe terhadap penurunan nilai COD	24
Gambar C.1	: Hasil karakterisasi FTIR bentonit alam	45
Gambar C.2	: Hasil karakterisasi FTIR bentonit teraktivasi	46
Gambar C.3	: Hasil karakterisasi FTIR TiO ₂ f.g	47
Gambar C.4	: Hasil karakterisasi FTIR TiO ₂ -bentonit	48
Gambar C.5	: Hasil karakterisasi FTIR TiO ₂ /bentonit-kitosan	49
Gambar D.1	: Bentonit aktivasi	55
Gambar D.2	: Pembuatan TiO ₂ terimpregnasi bentonit	55
Gambar D.3	: Pembuatan granul dengan <i>syringe pump</i>	55
Gambar D.4	: Granul yang dihasilkan	55
Gambar D.5	: Limbah dan fotokatalis yang telah disinari lampu UV	55
Gambar D.6	: Analisa COD	55
Gambar D.7	: Titik akhir titrasi analisa COD dengan sedikit bewarna kemerahan	56
Gambar D.8	: Limbah tempe dengan variasi pH	56

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	Tahapan Penelitian	42
Lampiran B.	Perhitungan dan Preparasi Larutan	43
B.1	Pembuatan larutan H_2SO_4 1,2 M	43
B.2	Pembuatan Larutan NaOH 0,4 M	43
B.3	Pembuatan Larutan CH_3COOH	43
B.4	Pembuatan Larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,25 N	44
B.4	Pembuatan Larutan FAS (Ferromonium Sulfat)	44
Lampiran C.	Data Hasil Percobaan	45
C.1	Karakterisasi FTIR Bentonit Alam	45
C.2	Karakterisasi FTIR Bentonit Teraktivasi	46
C.3	Karakterisasi FTIR TiO_2 f.g	47
C.4	Karakterisasi FTIR TiO_2 -Bentonit	48
C.5	Karakterisasi FTIR TiO_2 /Bentonit-Kitosan	49
C.6	Pengaruh Konsentrasi TiO_2 dalam Fotokatalis	50
C.7	Pengaruh pH pada Degradasi Nilai COD limbah Tempe	51
C.8	Pengaruh Lama Penyinaran pada Degradasi	52
C.9	Perhitungan Nilai COD	54
Lampiran D.	Foto Penelitian	55

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara penghasil tempe terbesar di ASEAN dan di Dunia. Dalam satu tahun sekitar 57 % kedelai di Indonesia dikonsumsi dalam bentuk tempe [1]. Tempe merupakan salah satu makanan favorit rakyat Indonesia. Hal ini dikarenakan tempe memiliki harga yang relatif murah dan juga sebagai salah satu makanan untuk memenuhi kebutuhan protein. Tempe memiliki kandungan protein berkisar 35 – 43 % [2]. Dalam proses pembuatan tempe bahan utama yang digunakan adalah kedelai kemudian di fermentasi dengan ragi yang mengandung jamur *Rhizopus oligosporus* [1]. Proses pembuatan tempe menghasilkan limbah padat dan limbah cair. Limbah padat yang dihasilkan dari industri tempe berupa kulit kedelai dan kedelai yang rusak. Sedangkan, limbah cair yang dihasilkan adalah limbah bekas rendaman kedelai dan limbah perebusan kedelai. Menurut penelitian yang dilakukan (Waryani, 2007)[3] limbah cair tempe nilai COD sebesar 4.188 mg/L dan nilai BOD 1.302 mg/L. Salah satu dampak limbah cair hasil perendaman dan perebusan kedelai berpotensi untuk mencemari lingkungan. Menurut peraturan menteri lingkungan hidup Republik Indonesia no 5 tahun 2014 tentang pengelolaan tempe kedelai memiliki batas nilai COD 300 mg/L dan BOD 150 mg/L dengan rentan pH 6-9 [4].

Limbah cair industri tempe umumnya dibuang ke lingkungan sekitar tempat industri, terutama ke perairan atau ke sungai. Limbah dari proses pembuatan tempe terdiri dari 99,9 % atau lebih air dan 0,1 % berupa padatan yang terdiri dari zat organik dan anorganik [5]. Jika limbah tersebut langsung dibuang ke perairan dalam waktu yang relatif singkat akan menimbulkan bau busuk dari gas H₂S, amoniak ataupun fosfin sebagai akibat dari terjadinya proses fermentasi limbah organik tersebut. Selain itu, Ketidak seimbangan lingkungan baik fisik, kimia maupun biologi dapat mempengaruhi kehidupan organisme di perairan tersebut [3]

Menurut (salamah, 2009) [5] salah satu aplikasi pemanfaatan limbah cair tempe adalah meningkatkan pertumbuhan tanaman kangkung darat. Limbah cair industri tempe mengandung sejumlah besar unsur esensial hara terutama nitrogen yang sangat dibutuhkan

oleh tanaman. Selain itu, penelitian lain menjelaskan bahwa limbah cair tempe juga dapat dikelola dengan metode biofilter dengan sistem anaerob. Metode ini mengolah limbah cair tempe untuk menurunkan kadar amoniak yang terkandung. Hasil dari metode ini mampu menurunkan kadar amoniak hingga 30 % dari kadar awal. Selain dapat dimanfaatkan langsung limbah cair tempe juga dapat di proses agar tidak merusak lingkungan. Salah satu proses yang dapat digunakan untuk menurunkan nilai COD limbah agar aman digunakan adalah dengan proses fotokatalis [6].

Fotokatalis adalah reaksi kimia yang berjalan dengan bantuan katalis. Katalis tersebut aktif ketika disinari cahaya matahari atau sinar ultraviolet [7]. Metode fotokatalis dapat dilakukan dengan menggunakan katalis berupa semikonduktor. Katalis semi konduktor yang paling sering digunakan adalah TiO_2 , ZnO , CdS dan Fe_2O_3 . TiO_2 adalah katalis semikonduktir yang paling efektif karena memiliki energi gap relatif besar (3,2 eV) yang cocok digunakan sebagai fotokatalis. selain itu, TiO_2 memiliki kelebihan lain diantaranya sifatnya yang tidak beracun, harganya yang murah dan melimpah di alam [8] . Fotokatalis TiO_2 dapat dibuat dalam bentuk *beads* dengan penambahan kitosan. Kitosan merupakan material tidak beracun dan bersifat *biodegradable*. Pembentukan fotokatalis *beads* dapat mempermudah proses fotodegradasi karena berbentuk bola manik sehingga tidak bercampur dengan zat organik [9]. Penelitian yang dilakukan (Wardhani, 2017) [10] menunjukkan bahwa penambahan kitosan pada alumina silika fosfat dalam bentuk granul mampu meningkatkan adsorpsi. Fotokatalis TiO_2 memiliki kekurangan jika digunakan dalam keadaan murni karena mempunyai luas permukaan yang relatif rendah. Dengan demikian maka TiO_2 perlu diimbangkan pada suatu adsorben [11].

TiO_2 dapat diimbangkan pada suatu mineral pendukung yang memiliki kemampuan adsorpsi yang cukup tinggi. Beberapa jenis material berpori yang dapat digunakan sebagai adsorben adalah bentonit [12]. Kandungan utama dari mineral bentonit adalah monmorilonit sehingga menyebabkan luas permukaannya sangat besar, bahkan luas permukaan dari monmorilonit sekitar 700-800 m^2/g yang akan terbuka apabila terdispresi dalam air [13]. Hasil penelitian yang dilakukan (Fithriyyah, 2012)[13] fotokatalis TiO_2 /bentonit mampu mendegradasi limbah cair tapioka .

Proses fotokatalisis memiliki beberapa faktor yang harus diperhatikan. Menurut penelitian yang dilakukan oleh (Fithriyyah, 2011) [13] Ti dibuat berbagai variasi konsentrasi dan didapatkan hasil penurunan angka COD dan BOD pada limbah cair tapioka sebesar 1,31% dan 1,66%. Selain itu, waktu kontak juga dapat berpengaruh yaitu semakin lama waktu kontak maka semakin besar pula penurunan angka COD dan BOD dengan lama waktu 180 menit [13]. Pengaturan pH dalam fotodegradasi juga dapat meningkatkan reaktivitas interaksi antara zat organik dengan fotokatalis, hal ini telah dibuktikan dengan penelitian yang dilakukan oleh (Wardhani, 2014) [14] dimana larutan metilen biru dibuat dengan berbagai variasi pH yang kemudian difotokatalisis dengan TiO_2 /Bentonit. Hasil penelitian menunjukkan dalam kondisi basa peningkatan nilai laju konstanta fotodegradasi dibandingkan pada kondisi asam. Hal ini disebabkan permukaan TiO_2 yang diimbangkan pada bentonit cenderung bermuatan negatif.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana karakteristik fotokatalis yang terapan bentonit/kitosan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) ?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi TiO_2 pada bentonit/kitosan, pH Limbah dan lama penyinaran terhadap degradasi limbah cair.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Limbah cair tempe diambil dari industri pembuatan tempe yang beralamat di Jalan Ki Ageng Gribik Kelurahan Ngesanpuro, Kecamatan, Kedung Kandang Kota Malang, Jawa Timur.
2. Jenis TiO_2 yang digunakan adalah TiO_2 *pharmacy grade*.
3. Jenis bentonit yang digunakan adalah Na- bentonit WACO berukuran 200 mesh.
4. Variasi massa TiO_2 yang diimbangkan pada 3 g bentonit yaitu 0,9; 1,2; 1,5; dan 1,8 g.
5. Jenis kitosan yang digunakan adalah kitosan *pharmacy grade*.

6. Jenis reaktor yang digunakan terbuat dari kayu yang memiliki ukuran 40 cm x 40 cm x 40 cm dengan lapisan aluminium foil permukaan dalam.
7. Jenis lampu uv yang digunakan adalah lampu UV sanyo 10 watt dengan panjang gelombang 352 nm.
8. Pengukuran degradasi limbah dilakukan dengan menggunakan analisa COD.
9. Pelarut yang digunakan adalah aquades.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

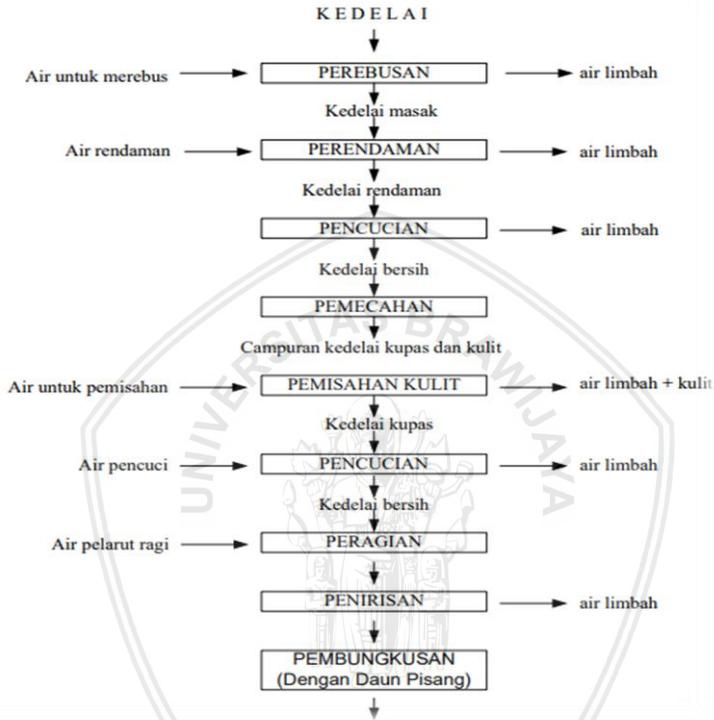
1. Mengkaji karakteristik granul TiO_2 -bentonit-kitosan menggunakan FTIR
2. Mengkaji konsentrasi granul optimum TiO_2 /bentonit-kitosan, pH awal dan lama Penyinaran.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menjadi referensi terkait penelitian selanjutnya dan dapat bermfaat untuk masyarakat kusunya para pengerajin untuk agar dapat mengolah limbah yang dihasilkan dengan baik dan benar. Serta memberi informasi mengenai pengaruh TiO_2 /bentonit-kitosan dapat berpengaruh dalam mendegradasi limbah cair tempe.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Cair Tempe



Gambar 2.1. Bagan Alur Pembuatan Tempe

Industri pengolahan makan dari kedelai baik dalam skala kecil maupun menengah banyak terdapat di kota-kota besar terutama industri tempe. Kedelai merupakan makanan yang dapat diperoleh dengan mudah dan murah serta memiliki kandungan gizi yang tinggi [5]. Dalam proses pembuatan tempe bahan baku yang digunakan adalah kedelai dan ragi yang mengandung jamur *Rhizopus oligosporus* yang kemudian di fermentasi. Tempe merupakan salah satu makanan favorit masyarakat Indonesia. Hal ini dapat dibuktikan dalam satu

tahun sekitar 57 % kedelai dikonsumsi dalam bentuk tempe [15]. Tempe memiliki kandungan gizi lain yang disajikan pada tabel 2.1 [3].

Tabel 2.1 Kandungan nilai gizi tempe

Kadar zat gizi (%) bahan kering	Kedelai	Tempe
Protein	46,2	46,5
Lemak	19,1	19,7
Karbohidrat	28,5	30,2
Serat	3,7	7,2

Proses pembuatan tempe memerlukan air sebagai salah satu media yang harus digunakan. Secara garis besar pembuatan tempe terbagi menjadi tiga tahap yaitu pencucian, perebusan dan peragian [6]. **Gambar 2.1** [3] adalah alur pembuatan tempe dimana limbah yang dihasilkan berupa 99,9 % atau lebih air dan 0,1 % berupa benda-benda padat yang terdiri dari zat organik dan anorganik [5]. Limbah cair yang dihasilkan dari industri tempe berupa air bekas pencucian, perendaman dan perebusan kedelai. Limbah ini juga berbau asam dan busuk yang kian hari akan menyengat [16]. Bau menyengat yang dihasilkan dari limbah cair tempe dihasilkan dari gas H_2S , amoniak ataupun fosforin akibat dari terjadinya fermentasi limbah tersebut [3]. Adapun data hasil penelitian yang dilakukan (wiryani,2007)[3] terhadap limbah cair tempe dapat dilihat pada **tabel 2.2**

Akibat dari tingginya nilai konsentrasi TDS pada perairan dapat membahayakan karena kepadatan air menentukan aliran air yang masuk dan keluar dari sel-sel organisme. Selain itu, nilai TDS yang tinggi akan mengurangi kejernihan air dan berakibat buruk pada tanaman air untuk melakukan fotosintesis [17]. TDS yang tinggi dapat menghalangi masuknya sinar matahari ke dalam air, sehingga akan mengganggu proses fotosintesis yang menyebabkan turunya oksigen terlarut yang dilepaskan oleh tanaman. Turunnya oksigen terlarut dalam air dapat menggugur ekosistem akuatik. Apabila jumlah materi tersuspensi ini mengendap, maka pembentukan lumpur dapat mengganggu aliran serta menyebabkan pendangkalan [18].

Tabel 2.2. Data hasil penelitian limbah cair tempe

No	Parameter	Satuan	Baku mutu air limbah	Limbah cair dari rebusan kedelai	Limbah cair dari rendaman kedelai
1.	Suhu	°C	45	75	32
2.	TDS	mg/L	5.000	25.060	25.254
3.	TSS	mg/L	500	4.012	4.551
4.	pH	-	5 – 9	6	4
5.	NH ₃ N	mg/L	20	16,5	26,7
6.	NO ₃ N	mg/L	50	12,52	14,08
7.	DO	mg/L	-	-	-
8.	BOD	mg/L	300	1.302,03	31.380,87
9.	COD	mg/L	600	4.188,27	35.398,87

*Tercetak tebal berarti melampaui batas baku mutu

Keterangan :

TDS : *Total Disseloved Solid*

TSS : *Total Suspended Solid*

NH₃N : Amoniak total

NO₃N : Nitrat

DO : *Dissolve Oxygen*

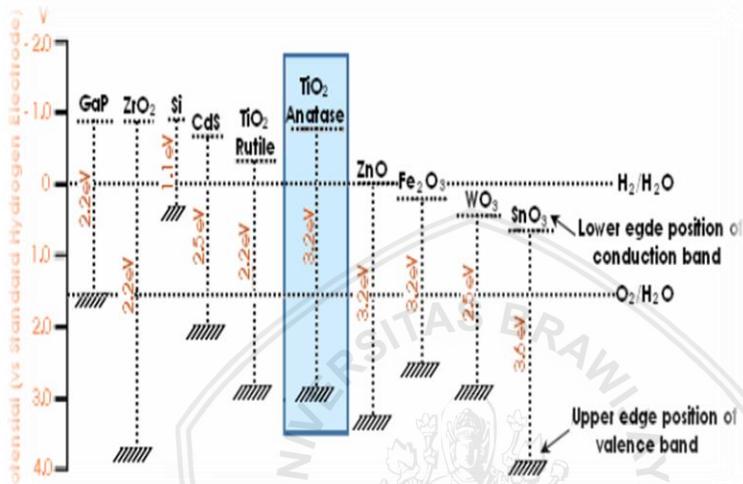
BOD : *Biological Oxygen Demnd*

COD : *Chemical Oxygen Demand*

2.2 TiO₂ (Titanium Dioksida)

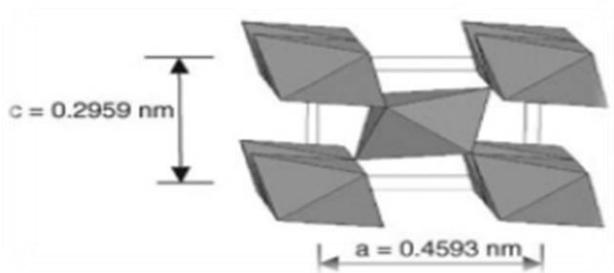
TiO₂ adalah semikonduktor dengan *band gap* lebar yang sering digunakan. Gambar 2.2 [45] menjelaskan TiO₂ memiliki selisi *band gap* sebesar 3,2 *ev*. TiO₂ merupakan bahan yang inert, tidak berbahaya dan murah serta memiliki karakterisasi optik yang baik [19]. Titanium Oksida memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu rutil, anastase dan brukit. Namun dianatara ketiga jenis struktur tersebut

hanya anastase dan rutil yang cukup stabil keberadaanya. Jenis struktur yang beda antara anastase dan rutil maka memiliki massa jenis yang berbeda pula, anastase memiliki massa jenis sebesar 3,9 g/cc dan 4,2 g/cc untuk rutil [20]. **Gambar 2.3** dan **2.4** merupakan struktur kristal dari TiO_2 [21] :

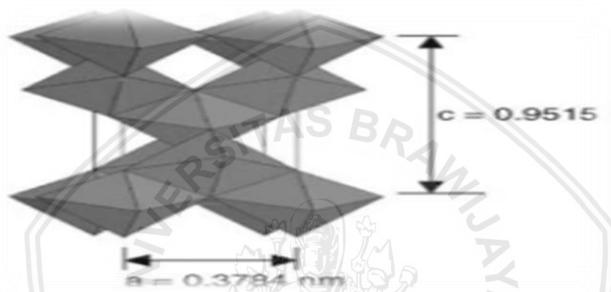


Gambar 2.2 Energi *band gap* berbagai semikonduktor

Gambar 2.3 dan **2.4** adalah kristal TiO_2 rutil dan anastase, dimana rutil memiliki sepuluh oktahedron tetangga. Sedangkan anastase memiliki delapan tetangga, dimana terdapat empat sisi dan empat sudut pandang. Kedua struktur dapat diketahui jarak Ti-Ti terpendek ada pada rutil yaitu 0,357 – 0,290 nm sedangkan anastase memiliki jarak yang lebih panjang yaitu 0.379 – 0.198 nm. Sedangkan jarak Ti – O lebih pendek pada anastase yaitu 0.1934 – 0.304 nm sedangkan pada rutil 0.1949 – 0.198 nm. Struktur rutil dan anastase memiliki kisi tetragonal dan rantai oktahedron sehingga menciptakan rongga persegi dan simtri empat kali lipat. Dari struktur TiO_2 dapat diketahui rutil memiliki bentuk rantai linear sedangkan pada anastase memiliki rantai zig – zag. TiO_2 anastase memiliki struktur yang lebih terbuka dan dapat menurunkan gravitasi spesifik daripada rutil. Oleh sebab itu, anastase memiliki luas permukaan spesifik yang lebih besar dan aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi [21].



Gambar 2.3. Struktur Kristal TiO_2 Rutil

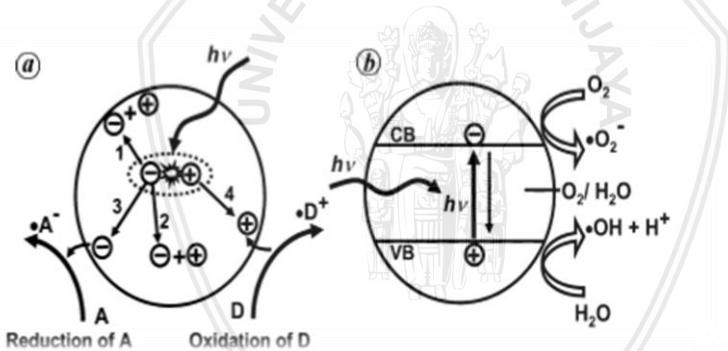


Gambar 2.4. Struktur Kristal TiO_2 Anastase

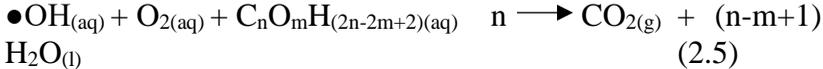
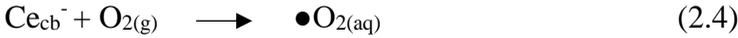
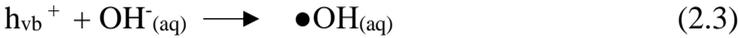
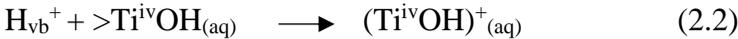
2.3 Fotokatalisis

Fotokatalisis secara umum dapat didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya matahari atau sinar ultraviolet dan katalis padat. Fotokatalisis merupakan proses reaksi redoks yang melibatkan pasangan e^- dan h^+ [20]. Metode fotokatalisis dapat dilakukan dengan menggunakan katalis berupa semi konduktor. Katalis semi konduktor yang paling sering digunakan yaitu TiO_2 , ZnO , CdS dan Fe_2O_3 [8]. Bahan tersebut dengan pengaruh sinar UV mampu menguraikan senyawa organik melalui reaksi fotokatalitik. Material fotokatalisis tersebut apabila disinari dengan panjang gelombang 100-400 nm elektron akan teraktivasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Hal ini menyebabkan terbentuknya *hole* (muatan positif) pada pita valensi (h^+cb) dan elektron pada pita konduksi (e^+cb) [22].

Gambar 2.5 [23] menjelaskan jika semikonduktor TiO_2 dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai, maka elektron pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (*hole*) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan ataupun di dalam bentuk partikel. Sedangkan sebagian lain dari pasangan dari pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor, dimana pada akhirnya h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor [20]. Pada permukaan semi konduktor tersebut hole h^+ akan berinteraksi dengan H_2O dan OH^- membentuk OH^\bullet radikal ($\bullet\text{OH}$) yang bersifat sebagai oksidator kuat. Elektron e^- akan berinteraksi dengan O_2 yang berada pada katalis membentuk radikal superoksida ($\bullet\text{O}_2$) yang bersifat sebagai reduktor. Oksidator dan reduktor tersebut yang akan menyerang zat organik sehingga menghasilkan CO_2 dan H_2O serta beberapa asam dengan konsentrasi yang rendah [24].



Gambar 2.5 Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi pada TiO_2 dibawah sinar UV



repository.ub.ac.id

Radikal hidroksi yang terbentuk pada permukaan fotokatalis dihasilkan setelah menyerap sinar dengan energi yang sesuai dan terjadi perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Terbentuknya radikal dari fotokatalis sesuai dengan persamaan reaksi 2.1, 2.2, dan 2.3. Udara yang dialirkan kedalam sistem dapat mencegah terjadinya rekombinasi antara elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi sesuai dengan persama 2.4. Radikal hidroksil yang dihasilkan bersama-sama dengan oksigen kemudian mengoksidasi senyawa organik sesuai dengan persamaan 2.5 menghasilkan senyawa CO₂ dan H₂O [24].

2.4 Bentonit

Indonesia memiliki banyak sumber daya alam mineral. Mineral yang paling banyak ditemui adalah lempung. Berdasarkan kandungannya mineral ditanah dapat dibedakan menjadi montmorilonit, kalinat, halisit, klorit dan ilit. Dari banyak mineral tersebut monmorilonit adalah mineral yang memiliki kemampuan untuk mengembang serta kemampuan untuk diinterlasikan dengan senyawa organik membentuk material komposit organik – anorganik. Selain itu, mineral ini juga memiliki penukar kation yang tinggi sehingga ruang antar lapis monmorilonit mampu mengakomodasi kation dalam jumlah besar. Lempung yang banyak mengandung monmorilonit adalah bentonit. Bentonit adalah clay yang terdiri dari monmorilonit dengan kadar 85 – 95 % dengan mineral minor lainnya seperti kuarsa, dolomit, feldspar [25]. Bentonit merupakan bagian dari kelompok smectit dengan komposisi kimia $(Mg,Ca)O \cdot Al_2O_5 \cdot 5SiO_2 \cdot NH_2O$ [26].

Gambar 2.6 adalah struktur dari bentonit [27]. Bentonit terdiri atas alumina-silika yang memiliki konfigurasi 2:1 dengan sifat khas yaitu mengembang. Bentonit dapat melebur pada 1330 - 1430 °C dan mempunyai nilai kapasitas tukar kation 60 – 150 meq/100g, dan memiliki luas permukaan 700-800 m²/g [28]. Kedua sifat tersebut menyebabkan bentonit memiliki daya adsorpsi yang tinggi. Berdasarkan tipenya bentonit dibagi menjadi dua [29]:

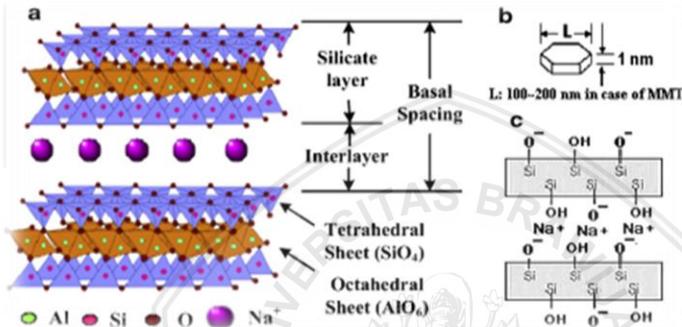
A. Tipe *wyoming* (Na-bentonit- *swelling* bentonit)

Bentonit jenis ini memiliki daya mengembang delapan kali lipat apabila dicelupkan kedalam air dan akan tetap terdispersi beberapa

waktu didalam air. Memiliki pH 8,5 - 9,8. Posisi perkukuran diduduki oleh ion – ion sodium (Na^+)

B. Mg (Ca-bentonit-*non swelling* bentonite)

Ca bentonit kurang mengembang apabila dicelupkan kedalam air dan tetap terdipersi didalam air. Bentonit jenis ini memiliki kandungan Na dan Ca yang rendah dengan pH sekitar 4-7. Posisi pertukaran ion lebih banyak diduduki oleh ion-ion kalsium dan magnesium.



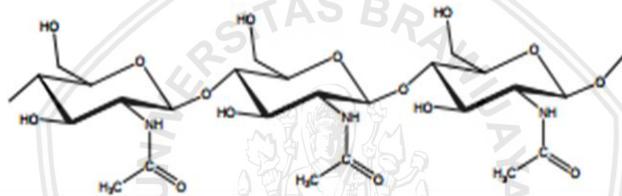
Gambar 2.6 Struktur Bentonit

2.5 Kitosan

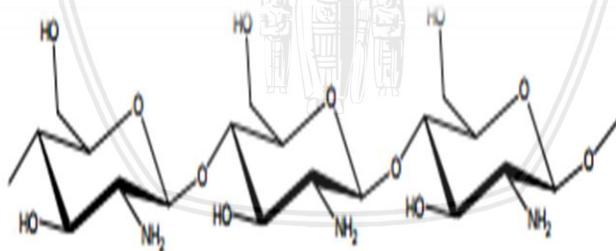
Kitosan merupakan modifikasi dari senyawa kitin yang banyak terdapat dalam kulit luar hewan golongan *Crustacea* seperti udang dan kepiting [30]. Kitin yang terkandung dalam cangkang udang merupakan suatu polisakarida alami yang memiliki kegunaan sebagai bahan pengkelat, pengemulsi dan adsorben [31]. Proses utaman dalam pembuatan kitosan, meliputi penghilangan protein dan kandungan mineral melalui proses deproteinasi dan demineralisasi, dalam proses tersebut digunakan larutan asam atau basa. Kemudian kitosan dapat diproses dengan proses deasetilasi dengan cara memanaskan dalam larutan basa [31].

Kitosan [poli-(2-amino-2deoksi-b-(1,4)-d-glukopiranos)] adalah senyawa kimia poli aminosakarida yang disintesis melalui penghilang gugus 2-asetil dari kitin. Kitosan adalah senyawa amorf berwarna putih yang umumnya bewarna putih kekuningan, bersifat polielektrolit [32]. Kitosan mudah larut dibawah pH 6 dan stabil pada

pH 7, sehingga kitosan mudah lepas pada kondisi $< \text{pH } 6$ [33]. Selain itu, kitosan bersifat kationik nontoksik dan biodegradable. Kitosan banyak dimanfaatkan sebagai produk pengawet hasil perikanan dan penstabil warna produk makanan, kemudian kitosan juga digunakan sebagai flokulan dan mambantu proses *reverse osmosis* dalam penjernihan air. kitosan juga digunakan untuk produk agrokimia dan pengawet benih [34]. Kitosan dapat pula digunakan untuk menyerap atau adsorben logam-logam berat hal ini dikarenakan situs aktif kitosan dalam bentuk NH_2 atau keadaan terprontonasi NH_3^+ mampu mengadsorbsi logam-logam berat melalui pembentukan khelat ataupun penukar ion. Logam berat yang dapat di serap oleh kitosan adalah Zn, Cd, Cu, Pb, Mg, dan Fe. **Gambar 2.7** dan **2.8** menyajikan struktur kitin dan kitosan [35]



Gambar 2.7 Struktur Kitin



Gambar 2.8 Struktur Kitosan

2.6 COD (*Chemical Oxygen Demand*)

COD (*Chemical Oxygen Demand*) atau kebutuhan oksigen kimia adalah jumlah oksigen yang diperlukan untuk mengurai atau mengoksidasi seluruh bahan organik yang terkandung dalam satu liter

sempel air [36]. Pengukuran COD menekankan kebutuhan oksigen akan kimia dimana senyawa-senyawa yang diukur adalah bagian yang tidak pecah secara biokimia [37]. Dimana untuk mengurai bahan bahan tersebut dibutuhkan pengoksida, biasanya bahan yang digunakan adalah $K_2Cr_2O_7$ atau $KMnO_4$. Angka COD merupakan ukuran bagi pencemaran air oleh zat-zat organik yang secara alamiah dapat dioksidasi melalui proses mikrobiologis dan mengakibatkan berkurangnya oksigen terlarut dalam air [38].

Suatu daerah atau perairan yang mengandung limbah organik tinggi dapat menyebabkan tingginya nilai COD. Limbah yang dihasilkan berupa limbah dari kegiatan rumah tangga serta limbah industri. Dengan meningkatnya kandungan bahan organik didalam perairan maka nilai COD akan terus meningkat [39]. Metode COD didasarkan pada prinsip oksidasi elektrokimia, oksidasi terhadap bahan organik menggunakan $K_2Cr_2O_7$ dalam keadaan asam dan di refluks, dengan reaksi sebagai berikut :



Merkuri sulfat digunakan untuk menghilangkan gangguan klorida yang ada pada air. Untuk memastikan semua zat organik sudah habis teroksidasi maka $K_2Cr_2O_7$ harus masih tersisa sesudah di fefluks. Hasil dari fefluks kemudian dititrasi dengan FAS dengan reaksi sebagai berikut.



Indikator ferroin digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi yaitu mengubah warna dari hijau menjadi cokelat merah. Sisa $K_2Cr_2O_7$ dalam larutan blanko adalah $K_2Cr_2O_7$ awal, karena diharapkan blanko tidak mengandung zat organik yang dioksidasi oleh $K_2Cr_2O_7$. [33].

Perhitungan nilai COD dilakukan dengan menggunakan rumus:

$$Kadar\ COD\ \left(\frac{mg}{L}\right) = \frac{(A-B) \times N \times 8000}{mL\ sampel} \quad (2.8)$$

Keterangan:

A = Volume titrasi pada larutan blanko (mL)

B = Volume titrasi pada sampel (mL)

N = Normalitas FAS

2.7 Karakterisasi dari TiO₂, Bentonit dan TiO₂/Bentonit Dengan FTIR

Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) adalah metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi Fourier untuk analisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode adsorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah [40]. Suatu sampel yang dilewatkan oleh sinar inframerah maka terdapat sejumlah frekuensi yang diserap dan diteruskan atau ditransmisikan. Sehingga energi yang terserap mampu merubah energi vibrasi dan perubahan tingkat energi rotasi. Suatu molekul mempunyai frekuensi karakteristik untuk terjadinya vibrasi ulur (*stretching vibrations*) dan vibrasi tekuk (*bending vibrations*). Energi ulur (*stretch*) memiliki ikatan yang lebih besar dibandingkan energi tekuk (*bend*) sehingga serapan ulur suatu ikatan muncul pada frekuensi lebih tinggi dalam spektrum inframerah daripada serapan tekuk yang sama [41].

Frekuensi vibrasi suatu ikatan dapat dihitung dengan persamaan hukum Hooke[41] :

$$v = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f(m_1+m_2)}{m_1m_2}} \quad (2.9)$$

Keterangan:

- v = jumlah gelombang (cm⁻¹)
- c = kecepatan cahaya (cm dt⁻¹)
- m₁ = massa atom 1 (g)
- m₂ = massa atom 2 (g)
- f = tetapan gaya (dyne cm⁻¹ = g det⁻¹)

FTIR adalah salah satu instrument yang dapat digunakan untuk identifikasi mineral secara kualitatif dan mulai dikembangkan untuk identifikasi secara kuantitatif. Analisis FTIR bergantung pada getaran molekul sehingga dapat digunakan untuk identifikasi mineral, karena mineral memiliki karakteristik penyerapan dalam midrange pada inframerah (4000-400 cm⁻¹) [42]. Sehingga instrument FTIR sangat cocok untuk menganalisis bentonit, TiO₂ dan TiO₂/Bentonit [38]. Mineral bentonit memiliki spektra khas Si-O-Si pada bilangan gelombang 4600 – 4700 cm⁻¹ [43].

Penelitian yang dilakukan (Emas, 2016)[44] menjelaskan Ti-O berada di antara range 400-700 cm^{-1} . Hal ini ditunjukkan dalam peak 478,35 dan 594,08. Puncak serapan utama pada bentonit berada di bilangan gelombang 3626,17 cm^{-1} , 3448,72 cm^{-1} , dan 1635,64 cm^{-1} . Puncak bilangan gelombang 3626.17 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur dari O-H yang terletak pada lapisan oktahedral yang terikat pada Al dan adanya vibrasi H-O-H menunjukkan adanya molekul air pada struktur lapisan bentonit. Spektra TiO_2 /Bentonit berada pada bilangan gelombang 3448.72 cm^{-1} yang belum menunjukkan melemahnya ikatan O-H karenanya adanya TiO_2 didalam bentonit. Hal ini dikarenakan adanya ulur O-H dari H_2O yang terperangkap pada antar lapisan bentonit .



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Instrument Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya terhitung sejak Febuari hingga Juni 2018.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain gelas kimia 250 mL, Gelas kimia 100 mL, gelas kimia 400 mL, *hot plate*, *magnetic stirrer*, alumunium foil, batang pengaduk, gelas arloji, mortar, pestle, ayakan 200 mesh, wadah plastik, labu ukur 100 mL, labu ukur 250 mL, labu ukur 1000 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, pipet volume 25 mL, pipet tetes, gelas ukur 25 mL, gelas ukur 50 mL, oven, desikator, *syringe pump* BYZ-810T, bola hisap, botol akuades, buret 50 ml, erlemeyer 250 ml, kondensor, statif, klem, corong 10 ml, pH universal, neraca digital mettler PE 300, tanur *furnance 6000 Brabstead Thermolyne*, Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merk *Shimadzu Ir Prestge*.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan pada penelitian ini antara lain, Na-Bentonit, H₂SO₄ 98% (*smart lab*)(p.a), TiO₂ (*pharmacy grade*), etanol 96% (teknis), kitosan, asam asetat 1%, K₂Cr₂O₇, 0,25 N (*merck*) (1.04864.1000), Ferromonium Sulfate (*merck*) (1.01217.1000), merkuri (III) sulfat (*merck*) (1.04480.0250), indikator feroin (*merck*) dan akuades.

3.3 Rancangan dan Tahap Penelitian

Rancangan dan tahan penelitian ini, yaitu :

1. Aktivasi bentonit dengan asam.
2. Impregnasi TiO₂ pada bentonit.
3. Pembuatan granul TiO₂/-bentonit-kitosan
4. Karakterisasi granul TiO₂/Bentonit-kitosan menggunakan FTIR.

5. Uji pengaruh konsentrasi TiO_2 pada bentonit, penentuan pH optimum terhadap persen degradasi COD dan uji pengaruh lama penyinaran terhadap persen degradasi COD.
6. Pengukuran COD limbah cair setelah fotodegradasi.
7. Analisis data.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Aktivasi Bentonit dengan Asam

Sebanyak 25 g bentonit 200 mesh dilarutkan dalam 250 mL H_2SO_4 1,2 M dan diaduk dengan *magnetic stirer* dengan kecepatan 8 – 9 rpm selama 3 jam. Campuran keduanya cuci hingga pH sama dengan aquades. Bentonit disaring untuk memisahkan endapan dan filtratnya. Bentonit yang tersaring di keringkan pada suhu 100 °C selama 24 jam. Bentonit teraktivasi kemudian dikalsinasi dalam tanur pada suhu 500 °C selama 5 jam. Bentonit terkalsinasi dimasukkan kedalam desikator selama 24 jam.

3.4.2 Impregansi TiO_2 pada Bentonit

Impregnasi TiO_2 pada bentonit dibuat dengan 4 masa variasi TiO_2 yaitu 0,9;1,2;1,5 dan 1,8 yang masing masing dicampur dengan 3 gr bentonit teraktivasi. Campuran yang diperoleh ditambahkan 10 mL etanol 96% dalam gelas kimia 50 mL kemudian diaduk dengan *magnetic stirer* dengan kecepatan 8 – 9 rpm selama 5 jam. TiO_2 /bentonit yang terbentuk dikeringkan didalam oven selama 6 jam dengan temperatur 120 °C dan diklasinasi pada temperatur 500 °C selama 5 jam.

3.4.3 Sintesis granul TiO_2 /bentonit-kitosan

Pembuatan granul TiO_2 /bentonit-kitosan dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 0,25 gr kitosan yang kemudian dilarutkan dengan 9 mL asam asetat 1%. Dalam gelas kimia 50 mL. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 8 – 9 rpm selama 30 menit hingga terbentuk gel. Kemudian ditambahkan 2,5 gr TiO_2 /bentonit hasil preparasi dan diaduk kembali selama 30 menit. Pembuatan *beads* dilakukan menggunakan *syinge pump* yang ditetaskan kedalam gelas kimia berisi NaOH 0,4 M yang kemudian dicuci hingga pH aquades dan dikeringkan didalam oven.

3.4.4 Preparasi Limbah Cair Tempe

Limbah rebusan kedelai idnudtri tempe disaring menggunakan kertas saaring Whattman nomer 42. Filtrat yang didapatkan kemudian ditambahkan NaOH 0,4 M hingga pH menjadi 6. Filtrat limbah yang sudah memiliki pH 6 diukur nilai COD agar diketahui nilai COD awal sebelum dilakukan fotodegradasi.

3.4.5 Uji Fotodegradasi pada Limbah tempe

3.4.5.1 Penentuan Rasio Optimum TiO_2 pada Bentonit

Limbah rebusan kedelai industri tempe yang telah di preparasi ditempatkan kedalam 4 gelas sebanyak masing-masing 25 ml. Secara berurutan, ditambahkan 150 mg variasi komposisi granul TiO_2 /bentonit-kitosan dari gelas 1 ke 4 yaitu 0,9 ; 1,2 ; 1,5 ; 1,8 g serta diberi label. Limbah kemudian disinari lampu uv selama 5 jam. Setelah disinari limbah diukur kembali nilai COD agar diketahui hasil degradasi.

3.4.5.2 Penentuan pH Optimum

Limbah cair rebusan tempe yang sudah di preparasi dibagi menjadi 4 variasi yaitu pH 6, 8, 10 dan 12, masing - masing ditambahkan 150 mg granul 1,8. Keempat gelas kemudian diberi label berbeda dan ditempatkan dibawa lampu UV selama 5 jam. Setelah disinari limbah diukur kembali nilai COD agar diketahui hasil degradasi.

3.4.5.3 Penentuan Lama Penyinaran Optimum

Limbah rebusan kedelai yang sudah di preparasi ditempatkan masing-masing kedalam 5 gelas sebanyak 25 mL dan ditambahkan granul 1,8 masing masing 150 mg ke tiap gelas. Limbah kemudian diberi label dan diletakan dibawab lampu UV selama 1, 3, 5, dan 7 jam. Setelah disinari limbah diukur kembali nilai COD agar diketahui hasil degradasi

3.4.6 Analisa COD Limbah Sebelum dan Setelah Didegradasi

Limbah cair tempe hasil degradasi dipipet 2 mL dan diencerkan dengan aquades hingga 250 mL kemudian diambil sebanyak 25 mL dan dimasukan kedalam erlemeyer. Larutan

kemudian ditambahkan 0,5 H₂SO₄ dan ditambah 5 mL H₂SO₄ pekat. Setelah dingin, larutan ditambahkan dengan K₂Cr₂O₇ 0,25 N sebanyak 25 mL dan dimasukan batu didih kedalam erlemeyer. Erlemeyer yang berisi campuran kemudian dirangkai dalam alat refluks dan air kondensor dialirkan. Kemudian larutan didalam erlemeyer ditambahkan dengan H₂SO₄ pekat sebanyak 32,5 mL melalui kondensor. Larutan tersebut di refluks selama 1 jam dengan temperatur 265 °C. Larutan hasil refluks ditunggu hingga dingin yang kemudian ditambahkan 5 tetes indikator ferroin dan ditirasi dengan larutan FAS dan dicatat volume titrasinya.

Perhitungan nilai COD dilakukan dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar COD} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{(A-B) \times N \times 8000}{\text{mL sampel}} \quad (3.1)$$

Keterangan:

A = Volume titrasi pada larutan blangko (mL)

B = Volume titrasi pada sampel (mL)

N = Normalitas FAS

3.4.7 Karakterisasi Menggunakan FTIR ((*Fourier Transform Infrared*)

Disipakan sampel berupa bentonit alam, bentonit teraktivasi, TiO₂ f.g, TiO₂/bentonit dan granul TiO₂/bentonit-kitosan sebanyak 0,25 g. Kemudian masing-masing sampel di haluskan dan dicampur dengan serbuk KBr. Selanjutnya campuran sampel dan serbuk KBr ditekan hingga berbentuk seperti pelet. Kemudian dimasukan kedalam instrumen dan di uji.

3.4.8 Analisa Data Penentuan Persentase Degradasi Limbah Batik (%)

Persentase limbah batik yang terdegradasi ditentukan melalui persamaan:

$$\text{Degradasi} (\%) = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

Keterangan:

C₀ = Nilai COD sebelum penyinaran

C₁ = Nilai COD setelah penyinaran



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Limbah Cair Tempe

Limbah cair tempe yang digunakan adalah limbah cair hasil rebusan kedelai yang diambil sebelum dibuang secara bebas keperairan. Limbah rebusan kedelai memiliki karakteristik bau yang menyengat dan berwarna kuning keruh. Limbah cair yang didapatkan dari industri tempe memiliki rentan pH sekitar 4-6 dengan suhu sekitar 47 – 52 °C. Pengukuran nilai COD menggunakan limbah baru agar didapatkan hasil penurunan degradasi yang optimum dan menimalisir pembentukan senyawa lain didalam limbah cair tempe. Limbah cair yang didapatkan disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan padatan tersuspensi didalam limbah dan didapatkan limbah berwarna kuning jernih yang selanjutnya dilakukan penambahan NaOH 0,4 M hingga pH 6 dan dilakukan analisa COD untuk mengetahui nilai COD awal dari limbah tempe.

4.2 Aktivasi Bentonit

Preparasi bentonit dilakukan dengan menghaluskan bentonit dan diayak menggunakan pengayak dengan ukuran 200 mesh. Bentonit yang lolos ayakan kemudian diaktivasi menggunakan H₂SO₄ 0,8 M dengan perbandingan bentonit dan H₂SO₄ adalah 1:10 (g/mL) yang kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 jam. Aktivasi bentonit menggunakan asam bertujuan untuk melepaskan ion Al, Fe, dan Mg dan pengotor-pengotor lainnya pada kisi-kisi bentonit, sehingga secara fisik bentonit tersebut menjadi aktif [45]. Suspensi yang dihasilkan kemudian dicuci hingga pH sama dengan aquades. Bentonit yang telah dinetralkan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 5 jam. Bentonit yang telah dikalsinasi dimasukkan dalam desikator untuk menyerap hawa panas setelah kalsinasi. Aktivasi pada bentonit juga bertujuan untuk memperbesar pori, luas permukaan bertambah besar dan berpengaruh terhadap daya adsorpsi pada bentonit [46].

4.3 Impregnasi TiO₂ pada Zeolit

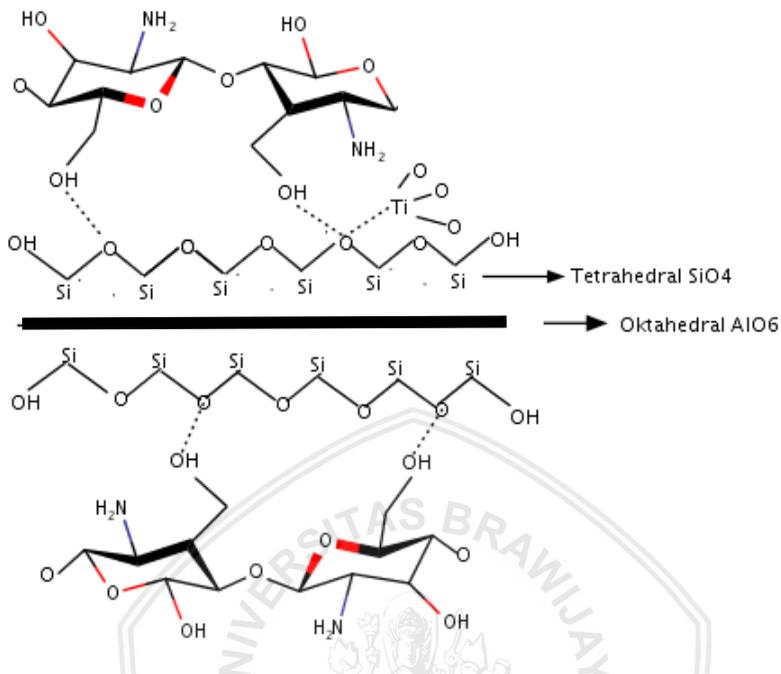
TiO₂ diimpregnasi dengan menambahkan bentonit teraktivasi dengan perbandingan 0,9 ;1,2; 1,5 dan 1,8 (g/3g bentonit)

menggunakan pelarut etanol 96 % sebanyak 10 mL dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Suspensi yang dihasilkan dikeringkan dalam oven dan dikalsinasi selama 5 jam dengan temperatur 500 °C untuk menghilangkan pengotor organik yang berupa etanol yang dihasilkan selama proses dispersi dan dan memperkecil partikel TiO₂. Menurut (Susana, 2006)[47] pemiliran antara lapis silikat monmorilonit dengan TiO₂ pada dasarnya merupakan interkalasi agen pemiliran senyawa kompleks Ti kedalam lapisan silikat monmorilonit melalui mekanisme pertukaran kation Ti-polihidroksida dengan kation-kation Na⁺, K⁺, dan Ca⁺ yang ada pada monmorilonit yang ditukar dengan Ti-polohidroksida diantara lapisan silikat monmorilonit untuk pembentukan pilar atau tiang oksida logam TiO₂. Tujuan dari impregnasi TiO₂ pada bentonit adalah untuk merubah struktur dan jarak antar lapis silikat monmorilonit yang menyebabkan perubahan sifat-sifat fisik dan kimianya seperti basal spacing, luas permukaan dan keasaman permukaan monmorilonit [48]

4.4 Sintesis Granul TiO₂/Bentonit-Kitosan

Pembuatan granul TiO₂/bentonit-kitosan dilakukan dengan cara melarutkan 0,25 g kitosan kedalam 9 mL asam asetat 1 % dan diaduk selama 30 menit. Kemudian serbuk TiO₂/bentonit disuspensikan sebanyak 2,5 g kedalam gel kitosan dan diaduk lagi selama 30 menit. Gel yang dihasilkan ditampung dalam pompa penyuntik kemudian ditetaskan kedalam NaOH 0,4 M sehingga dihasilkan granul TiO₂/Bentonit-kitosan. Granul yang dihasilkan dicuci hingga pHnya sama dengan pH akuades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 2 jam.

Gambar 4.1 adalah ilustrasi komposit TiO₂/bentonit-kitosan [49]. Penamabahan bentonit terimprgnasi TiO₂ akan menghasilkan bentonit yang terdapat dalam lapisan kitosan [50]. Asam asetat digunakan sebagai pelarut dalam pembuatan komposit TiO₂/bentonit-kitosan diakarenakan asam asetat dapat mengganti reaksi substitusi nukleofilik oleh molekul air. Modifikasi bentonit-kitosan bertujuan untuk membentuk struktur pori dan struktur material yang mengasilkan kemampuan adsorpsi yang tinggi terutama pada ion-ion logam selain itu dihasilkan komposit yang lebih heterogen dan bersifat cenderung positif [51].

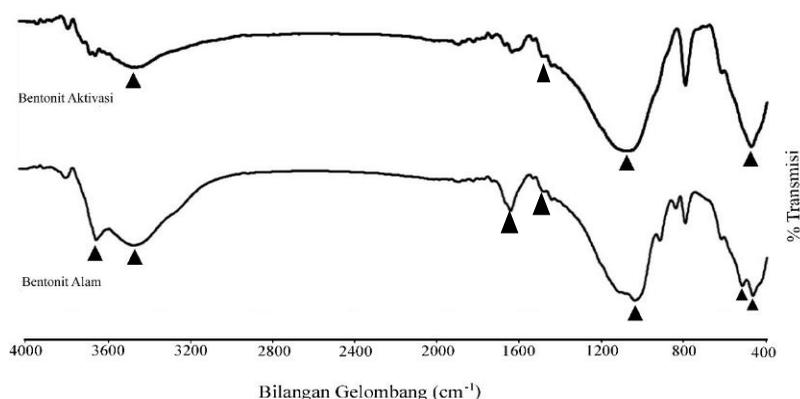


Gambar 4.1 Ilustrasi komposit TiO₂/Bentonit-Kitosan

4.5 Karakterisasi Menggunakan FTIR

4.5.1 Karakterisasi Bentonit Alam dan Bentonit Teraktivasi

Gambar 4.2 diperoleh spektra FTIR dari bentonit alam dan bentonit aktivasi. Spektra yang dihasilkan dari bentonit alam dan bentonit aktivasi didapatkan serapan khas pada bilangan gelombang 3441,53 – 3628,62 cm⁻¹ dan pada bilangan gelombang 1437,63 cm⁻¹ dan 1036,47 cm⁻¹. Serapan bentonit pada bilangan gelombang 3441,53 cm⁻¹ merupakan karakteristik vibrasi ulur dari Si-OH dan 3628,62 cm⁻¹ merupakan vibrasi OH dari Al-OH. Sedangkan pada bilangan gelombang 1437,63 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur Si-O-Al dan 1036,47 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur Si-O-Si. Bilangan gelombang 1634,36 cm⁻¹ merupakan vibrasi tekuk OH dari molekul air. Bilangan gelombang 469,43 cm⁻¹ merupakan vibrasi tekuk dari Si-O-Si dan 519,58 cm⁻¹ merupakan vibrasi tekuk dari Si-O-Al [51].



Gambar 4.2 Spektra FTIR Bentonit Alam dan Bentonit Teraktivasi

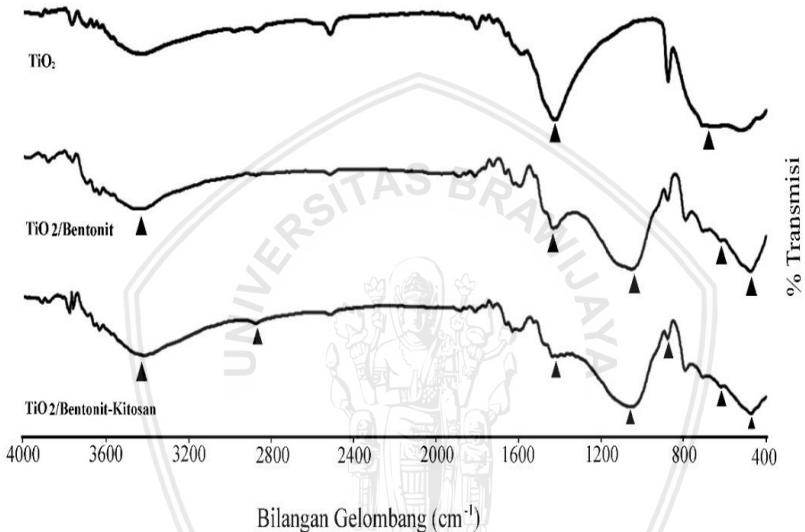
Tabel 4.1 Data Spektra FTIR Bentonit Alam dan Bentonit Teraktivasi

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
Jenis Ikatan	Bentonit Alam	Bentonit Aktivasi	Pustaka
-OH dari Si-OH Vibrasi Ulur	3441,53	3435,75	[51]
-OH dari Al-OH Vibrasi Ulur	3628,62	-	[51]
Si-O-Al Vibrasi Ulur	1437,63	1437,63	[51]
Si-O-Si Vibrasi Ulur	1036,47	1075,04	[52]
Si-O-Al Vibrasi Tekuk	519,58	-	[51]
Si-O-Si Vibrasi Tekuk	496,43	477,15	[51]

Spektra yang didapatkan dari bentonit alam dan bentonit teraktivasi terdapat beberapa perbedaan yaitu pada bentonit teraktivasi hilangnya serapan pada bilangan gelombang 3628,62 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik Al-OH dan 519,58 cm⁻¹ yang merupakan

karakteristik dari Si-O-Al. Hilangnya gugus -OH dan -O disebabkan karna terjadinya dealuminasi akibat aktivasi bentonit menggunakan asam. Sedangkan, hilangnya gugus OH pada bentonit teraktivasi menandakan hilangnya kandungan air pada interlayer bentonit yang disebabkan dari proses kalsinasi pada temperatur yang tinggi. Sehingga serapan pada gugus -OH tidak terbaca lagi pada spektra bentonit aktivasi [53].

4.5.2 Karakterisasi TiO₂, TiO₂/Bentonit dan TiO₂/Bentonit-Kitosan



Gambar 4.3 Spektra FTIR TiO₂, TiO₂/Bentonit dan TiO₂/Bentonit-Kitosan

Gambar 4.3 adalah spektra FTIR dari TiO₂, TiO₂/Bentonit dan TiO₂/Bentonit-Kitosan. Spektra TiO₂ memiliki serapan khas pada bilangan gelombang 1422,20 cm⁻¹ yang merupakan gugus fungsi dari Ti-OH dan 654,59 cm⁻¹ [54] adalah serapan dari Ti-O. Spektra yang didapatkan pada TiO₂/Bentonit masih terlihat spektra khas bentonit yang muncul pada bilangan gelombang 3410,61 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik Si-OH dan 477,15 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik dari Si-O-Si. Spektra yang didapatkan dari TiO₂/Bentonit-kitosan didapatkan munculnya spektra baru pada bilangan gelombang

2874.50 cm^{-1} yang merupakan gugus fungsi khas kitosan yaitu $-\text{CH}_2$ dan 1595.78 cm^{-1} yang merupakan gugus fungsi dari $-\text{NH}_2$ dan masih terdapatnya spektra khas bentonit dan TiO_2 pada spektra tersebut.

Tabel. 4.2 Data Spektra FTIR dari TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{Bentonit}$ dan $\text{TiO}_2/\text{Bentonit-Kitosan}$
Bilangan Gelombang (cm^{-1})

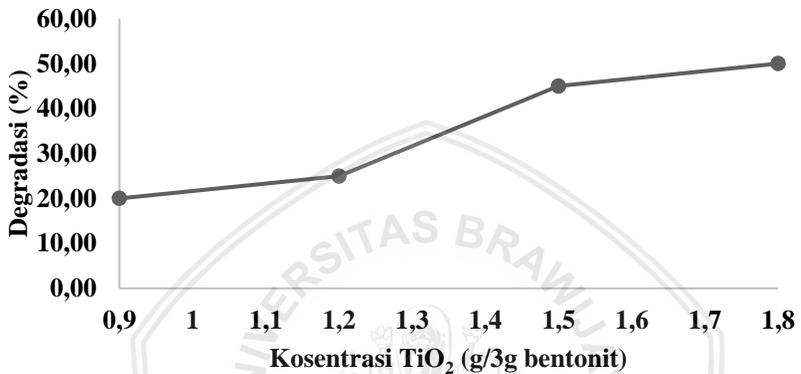
TiO_2	$\text{TiO}_2/\text{Bentonit}$	$\text{TiO}_2/\text{Bentonit-Kitosan}$	Gugus Fungsi	Pustaka
-	3433.82	3410.61	OH dari Si-OH Vibrasi Ulur	[51]
-	1053.83	1059.61	-Si-O-Si Vibrasi Ulur	[51]
-	477.15	475.22	-Si-O-Si Vibrasi tekuk	[51]
1422.20	1433.77	1435.70	-O-H dari air	[51]
654.59	619.87	617.94	Ti-O	[54]
-	-	2874.50	$-\text{CH}_2$	[55]
-	-	1595.78	$-\text{NH}_2$	[55]

Spektra bentonit terpillar TiO_2 menunjukkan adanya pergeseran serapan pada bilangan gelombang 3435,75 cm^{-1} yang merupakan spektra khas bentonit dan bergeser pada bilangan gelombang 3410,61 cm^{-1} hal ini disebabkan ikatan O-H yang semakin lemah karena adanya TiO_2 didalam lapisan bentonit. Impregnasi TiO_2 pada bentonit tidak merubah gugus fungsi secara signifikan antara bentonit dan bentonit terpillar TiO_2 . Bergesernya bilangan gelombang mengidentifikasi interaksi yang terjadi antara bentonit dan TiO_2 adalah interaksi fisik [56].

4.6 Pengaruh Konsentrasi TiO_2 dalam Fotokatalis

Pengaruh konsentrasi TiO_2 dalam fotokatalis dilakukan dengan cara mempersiapkan limbah tempe yang telah disaring dan diatur pHnya hingga 6 sebanyak 25 ml. Limbah cair yang telah siap

digunakan dimasukkan kedalam 4 gelas kaca. Setiap gelas kaca berisi limbah tempe ditambahkan fotokatalis TiO_2 dengan variasi 0,9; 1,2; 1,5; dan 1,8 (g/3g bentonit) sebanyak 150 mg. Limbah yang telah berisi fotokatalis kemudian disinari dibawah lampu UV dengan panjang gelombang 352 nm selama 5 jam. Pengukur nilai COD dilakukan pada limbah awal dan limbah yang telah disinari, dilakukan duplo.



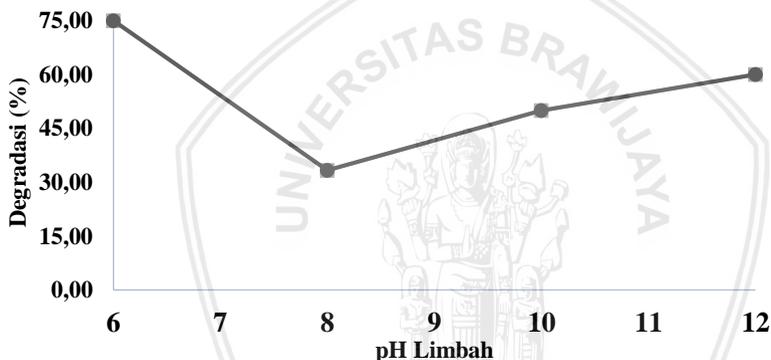
Gambar 4.4 Grafik Hubungan Konsentrasi TiO_2 pada Bentonit terhadap Penurunan Nilai COD

Gambar 4.4 menunjukan pengaruh konsentrasi TiO_2 yang terimpregnasi didalam bentonit terhadap kemampuan mendegradasi limbah tempe. Hasil penentuan rasio optimum konsentrasi TiO_2 pada bentonit terjadi pada variasi konsentrasi 1,8 g TiO_2 dalam 3 g bentonit dengan nilai degradasi sebesar 50 %. **Gambar 4.4** memperlihatkan peningkatan degradasi signifikan dari komposisi TiO_2 0,9 g hingga 1,5 g. Menurut (Agustin, 2016)[57] Semakin banyak TiO_2 yang terkena sinar UV maka semakin banyak $\text{OH}\bullet$ yang terbentuk seperti yang ditunjukkan pada reaksi 2.3, oleh sebab itu fotokatalis TiO_2 mampu mengoksidasi molekul limbah menjadi senyawa yang lebih sederhana. Akan tetapi dari komposisi 1,5 ke 1,8 TiO_2 (g/3g bentonit) tidak terjadi degradasi yang signifikan. Penambahan TiO_2 berlebih dapat mengurangi kemampuan adsorpsi dari fotokatalis. Kemampuan adsorpsi fotokatalis dan keseimbangan fotokatalitik memberikan hasil

degradasi yang lebih baik. Sehingga, komposisi fotokatalis dan pengemban harus sesuai agar didapatkan fotokatalis dengan kemampuan yang optimum [58].

4.7 Pengaruh pH pada Degradasi Nilai COD limbah Tempe

Pengaruh pH dalam mendegradasi limbah tempe dilakukan dengan cara mengatur pH limbah. Limbah hasil pabrik memiliki pH 4-6 yang kemudian diatur menjadi 6, 8, 10 dan 12 dengan penambahan NaOH 0,4 M dan masing-masing dimasukan kedalam gelas kaca dan ditambahkan 150 mg fotokatalis TiO_2 /bentonit-kitosan 1,8 (g/3g bentonit) dan disinari dibawah lampu UV selama 5 jam. Pengukuran nilai COD dilakukan pada semua variasi pH awal dan yang telah disinari, dilakukan duplo.

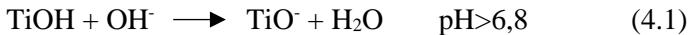


Gambar 4.5 Grafik Hubungan pH Awal Limbah Cair Tempe Terhadap Penurunan Nilai COD

Gambar 4.5 menjelaskan persen degradasi optimum terjadi pada pH 6 dengan nilai degradasi sebesar 75 %. Sedangkan, pada pH 8 mengalami penurunan dengan nilai degradasi 30 % . Kondisi pada pH 10 dan pH 12 terjadi peningkatan nilai degradasi dengan nilai 50 % dan 60 % . Nilai pH memiliki peran penting dalam menentukan karakteristik limbah dan pembentukan radikal hidroksil. Proses fotodegradasi dapat terjadi melalui mekanisme dari serangan radikal hidroksil dan oksidasi langsung oleh $hole^+$ yang tergantung pada substrat awalnya. Selain itu, pH juga dapat menentukan muatan pada partikel TiO_2 . Jumlah elektron yang dihasilkan semakin meningkat

pada kondisi asam karena rekombinasi H^+ dan elektro berkurang sehingga aktivitas fotodegradasi semakin meningkat [58].

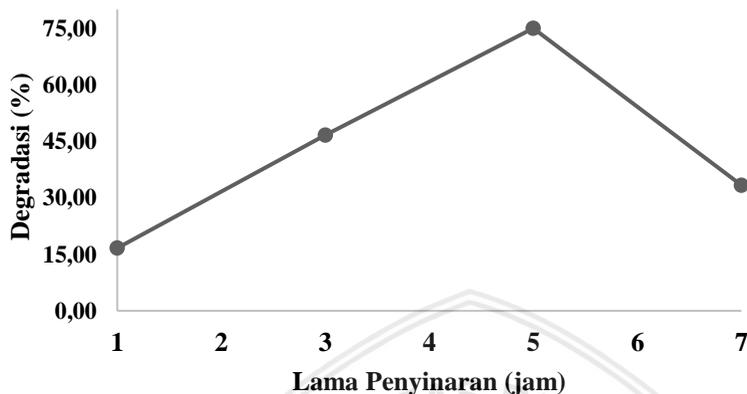
TiO_2 memiliki muatan yang berbeda berdasarkan pH lingkungannya. Diketahui nilai pH_{zpc} yang dimiliki oleh TiO_2 yaitu 6,8 sehingga permukaan TiO_2 akan bermuatan positif pada kondisi asam dan akan bermuatan negatif pada kondisi basa. Persamaan 4.1 dan 4.2 menunjukkan reaksi kondisi fotokatalis TiO_2 dalam suasana asam dan basa [69]:



Kerja optimum fotokatalis TiO_2 /Bentonit-Kitosan didukung dengan daya kerja adsorpsi yang dimiliki oleh kitosan. Kitosan memiliki gugus aktif -NH dan -OH pada pH tertentu kedua gugus aktif ini dapat mengalami protonasi ataupun deprotonasi yang menghasilkan muatan permukaan yang berbeda. Penelitian yang dilakukan (Laksono, 2016) [60] kitosan memiliki daya adsorpsi optimum pada pH 5,8. Kitosan memiliki nilai pKa sebesar 6,5 sehingga pada range pH 6-7 kitosan akan bersifat stabil [61].

Kondisi pH optimum disebabkan oleh kandungan limbah yang digunakan. Kedelai memiliki kandungan asam amino total sebesar 99.820 miligram per 100 gram kedelai dengan jenis asam amino terbanyak yaitu asam glutamat dan asam aspartat [62]. Asam glutamat memiliki nilai pKa sebesar 4,25 dan asam aspartat sebesar 3,86 [63]. Asam glutamat dan asam aspartat yang berada pada pH >4,25 dan >3,86 memiliki kecenderungan bermuatan negatif. pH optimum limbah tempe berada pada pH 6 dimana TiO_2 memiliki muatan yang positif karena berada dibawah pH_{zpc} yaitu $pH < 6,8$ sesuai dengan persamaan (4.2). Sehingga TiO_2^+ mampu menarik senyawa organik bermuatan negatif didalam sistem. **Gambar 4.4** menjelaskan terjadi kenaikan signifikan dari pH 8 hingga pH 12 dalam kondisi basa TiO_2 akan bermuatan negatif. TiO_2^- memiliki kecenderungan melepas elektron sehingga dihasilkan OH^\bullet yang ditunjukkan oleh persamaan (2.3) sehingga dapat mengoksidasi senyawa organik didalam limbah [63]. Hal yang sama juga disampaikan melalui penelitian yang dilakukan oleh (Laksono, 2012)[60] dimana degradasi optimum zat warna tekstil *Rhodamine B* yang didegradasi dengan bentonit terpillar TiO_2 dibawah sinar UV memiliki nilai pH optimum yaitu 6.

4.6.1 Pengaruh Lama Penyinaran pada Degradasi Nilai COD



Gambar 4.6 Grafik Hubungan Lama Penyinaran Limbah Cair Tempe Terhadap Penurunan Nilai COD

Penentuan lama penyinaran ditentukan dengan hasil pengukuran kondisi optimum konsentrasi fotokatalis TiO_2 yaitu 1,8 (g/3g bentonit) dan pH optimum yaitu 6. Limbah hasil preparasi dimasukan kedalam 4 gelas kaca dan disinari lampu UV selama 1, 3, 5 dan 7 jam. Pengukuran nilai degradasi dilakukan terhadap limbah cair industri tempe sebelum dan setelah di degradasi, dilakukan duplo.

Gambar 4.5 merupakan grafik hubungan penurunan nilai degradasi (%) terhadap lama penyinaran limbah cair tempe. Hasil pengukuran selama 1 jam didapatkan nilai degradasi sebesar 16,00 % dan pada jam ke-3 dan ke-5 naik menjadi 45,00 % dan 75,00% sedangkan pada jam 7 mengalami penurunan hasil degradasi dengan nilai 30,00 %. Degradasi optimum terjadi pada lama penyinaran 5 jam.

Degradasi terjadi secara signifikan pada perlakuan lama penyinaran 1 jam hingga 5 jam dibawah lampu UV. Hal ini disebabkan semakin lama penyinaran maka semakin lama pula kontak antara fotokatalis TiO_2 dengan energi foton dari sinar lampu sehingga elektro yang tersedia dipermukaan fotokatalis semakin berlimpah untuk bereaksi dengan senyawa senyawa yang berada didalam limbah sehingga degradasi dapat terjadi secara optimum [64]. Penurunan nilai degradasi sangat dipengaruhi oleh fotokatalis TiO_2 yang aktif jika

terkena sinar UV. Semakin lama waktu penyinaran pada proses fotodegradasi maka nilai degradasi juga semakin berkurang. Akibat penyinaran TiO_2 dibawah sinar UV dapat mendekomposisi dan memineralisasi senyawa-senyawa organik dengan cara berpartisipasi dalam reaksi oksida yang menghasilkan CO_2 dan H_2O yang merupakan senyawa-senyawa sederhana yang bersifat ramah terhadap lingkungan [65]. Kondisi nilai degradasi yang optimum disebabkan banyaknya senyawa organik yang teroksidasi oleh radikal hidroksi pada waktu yang sama. Waktu fotodegradasi yang semakin lama mengakibatkan senyawa organik yang berada didalam sistem semakin berkurang sehingga jumlah oksigen yang diperlukan oleh senyawa kimia untuk bereaksi secara kimia akan semakin berkurang juga [66]. Akan tetapi, nilai degradasi menurun pada perlakuan penyinaran selama 7 dibawah lampu UV. Hal ini dikarenakan jenuhnya sisi aktif fotokatalis TiO_2 sehingga menurunnya pula hidroksil yang dihasilkan dan menghasilkan nilai degradasi yang rendah [66].



BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pemahasan dapat ditarik kesimpulan bahwa :

1. Hasil karakterisasi FT-IR menunjukkan serapan TiO_2 654,59 cm^{-1} . Keberhasilan impregnasi TiO_2 pada bentonit ditunjukan dengan adanya gugus fungsi TiO_2 dan bentonit pada spektra TiO_2 -Bentonit pada bilangan gelombang 1053,83 cm^{-1} dan 619,87 cm^{-1} . Hasil fotokatalis granul TiO_2 /Bentonit-kitosan dengan munculnya spektra kitosan pada bilangan gelombang 2874,50 cm^{-1} dan 1595,78 cm^{-1} .
2. Fotokatalis TiO_2 /Bentonit-Kitosan terbukti mampu mendegradasi limbah cair tempe dengan kosentrasi optimum TiO_2 sebesar 1,8 (g/3g bentonit), dengan pH 6 dan lama penyinaran selama 5 jam menghasilkan penurunan nilai COD sebesar 75 %.

5.2 SARAN

Diharapkan pada penelitian selanjutnya dlakukan,

1. Pengukuran diameter granul TiO_2 /Bentonit-Kitosan yang dihasilkan.
2. Dilakukan uji kandungan asam amino pada limbah tempe yang digunakan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bambang, S., 2013, **Usaha Membuat Tempe Dan Oncom**, *Penebar Swadaya*. Cimanggis Depok
- [2] Argo, M., 2010, **Cara Membuat Tahu dan Tempe**, *PT. Argo Media*, Jakarta Selatan.
- [3] Wiryani, E., 2007 **Analisis Kandungan Limbah Cair Tempe**, *IPB Bogor*, Hal 1-11
- [4] Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No. 5 Tahun 2014
- [5] Salamah, Z., Wahyu, T., & Listiatie, B., 2009, **Pemanfaatan Limbah Cair Industri Tempe Untuk Mengikatkan Pertumbuhan Tanaman Kangkung Darat**, *Prosiding Seminar Nasional Fakultas MIPA UNY, 16 Mei 2017*, Hal B-280 – B-286
- [6] Herlambang, N, S., 2015, **Teknologi Pengelahan Limbah Tahu Tempe Dengan Proses Biofilter Anaerob dan Aerob**, *Badan Pengkajian dan Penerapan Jakarta.*
- [7] Abdullah, M., Arutanti, O., Isnaeni, V.A., Fitria, I., Amalia., Maturi., Aliah, H., & Khairurijjal., 2011, **Pengolahan Air Limbah dengan Material Struktur Nanometer**, *Jurnal Seminar Kontribusi Fisika, INV05*, Hal 106-112
- [8] Joshi, K.M., Shirivasrva, V.S., 2010. **Removal of Hazardious Textile Dyes From Aqueous Solution By Using Comercial Activated Carbon With TiO_2 and ZnO as Photocatalyst**, *internasional journal of chem tech researc*, Hal 247 – 435
- [9] Ghofur, M., & Wardhani, Sri., 2014, **Pengaruh pH Awal dan Konesentrasi Larutan Metilen Biru pada Degradadasi Larutan Metilen Biru menggunakan Fotokatalis TiO_2 -Bentonit**, *FMIPA Universitas Brawijaya, Malang*, Vol. 2, No.2.

- repository.ub.ac.id
- [10] Wardhani, S., & Purwonugroho, D., 2017, **The Effect for Phosphatation and Granulation Zeolit in the Adsorption of Cr(VI)**, *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research, FMIPA Universitas Brawijaya, Malang* Vol. 6, No. 3, Hal 207-220.
- [11] Slamet., Ellyana, M., & Bismo, S., 2008, **Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO₂. Melalui Metode Sol Gel Dan Aplikasinya Untuk Peysisihan Fenol**, *Departement Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia*.
- [12] Navela, R., Wibowo, E., & Ujiningtyas, R., 2016, **Komposit TiO₂-bentonit dan Aplikasinya untuk Penurunan BOD dan COD Air Embung UNNES**, *Jurnal Sains dan Teknologi Semarang: Universitas Negri Semarang*, Vol 5, No. 2, Hal 114-119.
- [13] Fithriyyah, R., 2012, **Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas fotokatalis TiO₂/Bentonit terpillar Alumina Untuk Menurunkan Angka Cod dan BOD Limbah cair Industri Tapioka**, *THESIS, FMIPA Universitas Negri Semarang*, Semarang
- [14] Wardhani, S., Ghofir, M., & Triandi, R., 2014, **Pengaruh pH Awal dan Konsentrasi Awal Larutan Metilen Biru pada Degradasi Larutan Metilen Biru menggunakan Fotokatalis TiO₂-Bentonit**, *Kimia Stydent Journal Malang: Universitas Brawijaya*, Vol. 2, No. 2, Hal 548 – 554.
- [15] Bambang, S., 2013, **Usaha Membuat Tempe dan Oncom**, *Penebar Swadaya, Depok*.
- [16] Suprpti, M. L., 2003, **TEMPE**, *Kanisius, Yogyakarta*.

- [17] Sepriani., Abidjulu, J., & Kolengan, J., 2016. **Pengaruh Limbah Cair Industri Tahu Terhadap Kualitas Air Sungai PAAL 4 Kecamatan Tikala Kota Manado**, *Jurnal Chemsty Progrees UNSRAT FMIPA Universitas Sam Ratulanging Manado*, Vol. 9 No. 1. Hal 35 - 40
- [18] Ruhmawati, T., Sukandar, D., & Mimin, K., 2017. **Penurunan Kadar Total Suspended Solid Air Limbah Pabrik Tahu Dengan Metode Fitoremediasi**, *Jurnal Pemukiman ,Politeknik Kesehatan, Bandung*, Vol. 12 No. 1, Hal 25 – 32
- [19] Nafi, M., & Susanti, D., 2013, **Aplikasi Semikonduktor Dengan Variasi Temperatur dan Waktu Tahan Kalsinasi Sebagai Dye Sensitied Solar Cell Dengan Dye Dari Ekstrak Buah Terong Belanda**, *Jurnal Teknik ITS Publikasi Online, Institut Teknologi Surabaya, Surabaya*, Vol, 2 No. 1. Hal 2301 – 9271
- [20] Arutanti, Osi., & Abdullah, M., 2009, **Penjernih Air Dari Pencemar Organik Dengan Proses Fotokatalis Pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂)**, *Institut Pertanian Bogor, Bogor*, ISSN 1979-0880, Hal 53-54
- [21] Willey, Jih., 2009, **On Solar Hydrogen & Nanotechnology.**, *Nasional Institute For Material Science, Japan*.
- [22] Ariyanti, D. S., 2012, **Pengaruh Penambahan Oksidator H₂O₂ Terhadap Degradasi Zat Warna Methyl Orange Dengan Foto Katalis ZnO-zeolit**, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi, FMIPA ITB*, ISSN 1979-0880, Hal 53-55
- [23] Banerjee ,S., Gopal, J., & P. Muraleedharan., 2006, **Physics and Chemistry Of Photocatalytic Titanium Dioxide : Visualization Of Bactericidal Activity Using Atomic Force Microscopy**, *Iindira Gandhi Centre For Atomic Reserch, India*, Vol. 90, No. 25, Hal 1378 - 1383

- repository.ub.ac.id
- [24] Andari, N., & Wardhani, S., 2014, **Fotokatalis TiO₂ Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru**, *Jurnal Chemisty Progress UNSRAT, FMIPA Universitas Brawijaya, Malang*, Vol. 7, No. 1. Hal 9-14
- [25] Lubis, S., 2007, **Preparasi Bentonit Terpilar Alumina Dari Bentonit Alam Dan Pemanfaatnya Sebagai Katalis Pada Reaksi Dehidrasi Etanol 1-propanol serta 2-propanol**, *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan, FMIPA UNSYIAH, Aceh*, Vol.6, No. 2, Hal 77-81
- [26] Wibowo, E. A., Aji, R. N., Ujiningtyas, R., & Tri, M., 2016, **Fotokatalis TiO₂/kitosan dan TiO₂/bentonit Sebagai Penjernih Air Embung di Lingkungan UNNES**, *Jurnal Sains dan Teknologi, FMIPA UNNES Semarang*, Vol. 5, No. 2. Hal 761-766
- [27] Motaeiw, A., M. M. Madany., & A.Z. El-Dakrory., 2013., **Physico-Chemical Characteristic Of Nano-Organobentonite Prepared Using Different Organo-Modifiers**, *EPRI, EGYPT*.
- [28] Oktaviani, E., 2011, **Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik adtm Br dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Fenol**, *SKRIPSI, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Indonesia, Depok*, Hal 35
- [29] Panjaitan, R., 2010, **Kajian Penggunaan Bentonit Dalam Industri**, *Jurnal Balai Penelitian Baristand Industri, Surabaya*, Vol XL V, No.3, Hal 22-28
- [30] Agustina, S., & Swantara, M. D. S., 2015, **Isolasi Kitin , Katakterisasi dan Sintesis Kitosan Dari Kulit Udang.**, *Jurnal Kimia, Fakultas Kedokteran Hewan Universitas Udayana, Bali*, ISSN 1907-9850, Hal 271-278

- repository.ub.ac.id
- [31] Mardiyah, K., & Kartika, D., 2011, **Sintesis dan Karakterisasi Fisika-Kimia Kitosan**, *Jurnal Inovasi, FMIPA Universitas Jendral Sudirman, Purwekerto*, Vol. 5 NO. 1, Hal 42-48
- [32] Edward, J., Dompeipen., & Kaimudin, M., 2016, **Isolasi Kitin dan Kitosan Dari Limbah Kulit Udang**, *Jurnal Balai Riset dan Standarisasi Industri Ambon, Ambon*, ISSN 2548-4842, Hal 32-39
- [33] Baroroh, U. L., Rasy, D., & Normilawati., 2015, **Kajian Adsorpsi Cd(II) oleh Arang apu-apu- (pistia stratiotes I) Termodifikasi Kitosan-glutaraldehida**, *FMIPA Jurnal Ilmiah Berkala Sains dan Terpan Kimia, Universitas Lampung Mangkurta, Lampung*, Vol. 9, No. 1. Hal 12-22
- [34] Rochima, E., 2007, **Karakterisasi Kitin dan Kitosan Asal Limbah Rajungan Cirebon Jawa barat**, *Jurnal Pengelolaan Hasil Perikanan Indonesia, FPIK, Universitas Pajajaran, Bandung*, Vol. 10, No. 1. Hal 9-22
- [35] Wiyarsi, A., & Priyambodo, E., 2016, **Pengaruh Konsentrasi Kitosan Dari Cangkang Udang Terhadap Efisiensi Penjerapan Logam Berat**, *Jurnal Seminar Naisoanl SNKPK, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta* Hal 1-25
- [36] Alearts, G., & Santika, S., 1984, **Metode Penelitian Air**, *Usaha Nasional, Surabaya*.
- [37] Ariani, W., Wahyun, S., & Irawan, W., 2013, **Studi Penurunan Kadar COD dan TSS pada Limbah Cair Rumah Makan Dengan Teknologi Bioring Susunan Random**, *E-Journal Teknik Lingkungan*, Vol. 3 No. 1, Hal 1-10.
- [38] Chadijah., Rahmawati., & Asriani, I., 2013, **Analisis Penurunan Kadar COD dan BOD Limbah Cair Laboratorium**

Biokimia UIN Makasar Dengan FlyAsh Batubara, *Jurnal AL-Kimia UIN Alauddin, Makasar*. Hal 64-75.

- [39] Handoyo, G., Yusuf, M., 2004, **Dampak Pencemaran Terhadap Kualitas Perairan dan Strategi Adaptasi Organisme Makrobenthos di Perairan Pulau Tirangcawang**, *Jurnal Kelautan FPIK UNDIP*, Vol. 9 (1): 12-42.
- [40] Anam, C., Sirojudin., & Sofian, K., 2007. **Analisis Gugus Fungsi Pada Sampel Uji Bensin Dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR**, *Jurusan Fisika UNDIP*, Vol, 10, No. 1
- [41] Kristianingrum, S., 2012, **Spektroskopi Infra Merah**, *Jurnal Kimia, Universitas Negeri Yogyakarta*, Yogyakarta, Hal 1-15
- [42] Matteson, A., & Herron, M.M., 1993, **Quantitative Mineral Analysis By FTIR Spectroscopy**, *SCA Confrence Paper*, Number 9308
- [43] Ait, D.S., Viciano, M. S., & Derdour, A., 2013, **Removal pf Paraguat from Water by an Algerian Bentonite**, *Appl, Clay Sci* : 411-448.
- [44] Resti, U., Wibowo, E., Navela, R., A. & Muhammad, T., 2016, **Fotokatalis TiO₂/Kitosan dan TiO₂/Bentonit Sebagai Penjernih Air Embung di Lingkungan UNNES**, *FMIPA, UNNES*, Vol. 5, No, 2
- [45] Simamora, J., Martin, Y., & Herri, G., 2016, **Pengaruh Penambahan Asam Sulfat (H₂SO₄) pada Bentonit untuk Penurunan Nilai Tanah Pentanahan**, *Teknik Elektro Jurnal Rekayasa dan Teknologi Elektro, Universitas Lampung*, Vol. 10, No. 1. Hal 30-37
- [46] Rahayuan, B. D., Kurniasih, Y., & Baiq, A., 2012, **Aktivasi Tanah Liat Secara Asam dan Penggunaanya Sebagai**

Adsorben Untuk Menurunkan Bilangan Peroksida Minyak Goreng Bekas, *Jurnal LPPM, Pendidikan Kimia IKIP Mataram.*

- [47] Susana, I., 2006, **Monmorilonit Terpillar TiO_2 Sebagai Bahan Anti Bakteria *escherichia coli*, SKRIPSI FMIPA UNS, Surakarta**
- [48] Simpen, I, N., 2001, **Preparasi dan Karakterisasi Lempng Monmorilonit Teraktivasi Asam Terpillar TiO_2 , TESIS Ilmu Kimia UGM, Yogyakarta**
- [49] Fajriati, I., Sedyadi, E., & Sudarlin., 2017, **Sintesis Komposit Film Kitosan- TiO_2 Menggunakan Sorbitol Sebagai Plasticizier, *Jurnal Research Gate, Program Studi Kimia UIN Yogyakarta*, Vol. 13, No. 1. Hal 75-94**
- [50] Fransiscus, Y., Emma, S., & Agustinus Y., 2011, **Kerja Bentonit Terinterkalasi hdtma dan Komposit Bentonit Kitosan Sebagai Adsorben Untuk Fenol dan Metilen Biru, *Jurnal Purifikasi, Jurusan Kimia Universitas Surabaya*, Vol. 12, No.1.**
- [51] Ruslan., Jaya, H., & Mirzan, M., 2017, **Sintesis Dan Karakterisasi Lempung Terpillar Zirkonia Tersulfatasi Sebagai Katalis Perengkah, *Prosiding SEMNAS UNY, Yogyakarta, Tahun 2017***
- [52] Ait, D.S., & Viciana, M.S., 2013, **Removal of Paraquat from Water by an Alegrian Bentonite, *Appl, Clay Sci.* 83 : 441-448**
- [53] Mithaco, C., 2017, **Penentuan Kondisi Optimum Degradasi Limbah Cair Teempe Menggunakan Granul TiO_2 -Bentonit-Alginat, SKRIPSI, Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, Malang**

- repository.ub.ac.id
- [54] Jamaludin, A., & Andiantoro, D., 2012, **Analisi Kerusakan X-Ray Fluorences (XRF)**, Nomor 09, ISSN 197-2409
- [55] Dompeipen, E. J., 2017, **Isolasi dan Identifikasi Kitin dan Kitosan dari Kulit Udang Windu (*Penaeus monodon*) dengan Spektrokopi Inframerah**, *Jurnal Balai Riset dan Standarisasi Industri Ambon*, Vol. 13, No. 1, Hal 31-41
- [56] Saraswati, A., & Irwan, N., 2014, **Sintesis Komposit Monmorilonit-TiO₂ dan Aplikasinya Untuk Pengelolaan Limbah Cair Pabrik Gula**, *Semnas SNKPK UNS*, Surakarta, Tahun 2014
- [57] Agustin, E., Ahmad, B., & Jantan, M., 2016, Yahdiana, 2011, **Pengaruh Konsentrasi TiO₂ dan Konsentrasi pada Proses Pengelolaan Limbah Pewarna Sintetik Procion Red dengan Metode UV/Feton/TiO₂**, *Jurnal Teknik Kimia Universitas Sriwijaya*, Vol. 22, No, 1, Hal 65 - 72
- [58] Widayati., 2006, **Fotokatalis Zat Warna Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit**, *SKRIPSI*, FMIPA UNSOED, Purwokerto.
- [59] Barka, N. A., Assabbane, A., Nounah., & J, Dassuad., 2008, **Photocatalytic Dgradation of Methyl Orange with Immobilized TiO₂ Nanoparticles: Effect of pH and Some Inorganic Anions**, *Laboratoire des Sciences de l'Environnement, Sale Medina. Phy, Chem* 41 (2008) 85-88
- [60] Leksono, V. A., 2012, **Pengelolaan Zat Warna Tekstil Rhodamine B Menggunakan Bentonit Terpilat Titanium Dioksida (TiO₂)**, *SKRIPSI*, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga, Surabaya
- [61] Puspitasari, A., 2007, **Pembuatan dan Pemanfaatan Kitosan Sulfat dari Cangkang Bekicot (*Achatina fullica*) Sebagai Adsorben Zat Warna Remazol Yellow FG 6**, *SKRIPSI*, FMIPA UNS, Surakarta.

- [62] Purawisastra, S., & Uken, S., 2017, **Perubahan Kandungan Protein dan Komposisi Asam Amino Kedelai pada Waktu Pembuatan Tempe dan Tahu**, *The Journal of Nutrition and Food Research*, Jilid 16, Hal 117-124.
- [63] Muflihah, Y. M., Siswoyo., & Haryati, T., 2012, **Analisis Asam Asparat, Asam Glutamat dan Asam Askorbat Secara Flow Injection Potentiometry Menggunakan Elektroda Platinum**, *Jurnal Ilmu Dasar, Jurusan Kimia Universitas Jember*, Vol. 13, No. 1. Hal 25-30
- [64] Fatmawati, S., Sulistiyanto, F., & Uning, R., 2010, **Penggunaan Kombinasi Fotokatalis TiO₂ dan Arang Aktif Untuk Pengelolaan Limbah Farmasi**, *Jurnal Inovasi Teknik Kimia, Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Semarang*, Vol. 2, No. 2, Hal 1-5
- [65] Yuningrat, N.W., Oviantari., & Gunamantha, I.M., 2015, **Fotodegradasi Senyawa Organik Dalam Lindi Dengan Menggunakan Katalis TiO₂ Terimobilisasi Pada Plat Kaca**, *Jurnal Sains dan Teknologi, Jurusan Analis Kimia Universitas Pendidikan Ganesha*, Vol. 4, No. 2, Hal 642-654
- [66] Aryanto, A., & Nugraha., 2014, **Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Dengan Komposit TiO₂-Montmorillonit**, *Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia VI*, ISBN 979363174-0, PMIPA, UNS, Surakarta