AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA INDIGOSOL BIRU MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2/ZEOLIT ALAM

SKRIPSI

HUSNUL FATIMAH
15630058

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA INDIGOSOL BIRU MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2/ZEOLIT ALAM

SKRIPSI

Oleh:
HUSNUL FATIMAH
NIM. 15630058

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 14 Desember 2020

Pembimbing I	Pembimbing II
Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc	Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P
NIDT. 19900906 20180201 2 239	NIP. 19750410 200501 2 009

Mengetahui,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA INDIGOSOL BIRU MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2/ZEOLIT ALAM

SKRIPSI

Oleh:
HUSNUL FATIMAH
NIM. 15630058

Telah Dipertahankan di Depan Dewan penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal 14 Desember 2020

Penguji Utama	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821101 200901 2 007	(.....)
Ketua Penguji	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Sekretaris Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(.....)
Anggota Penguji	: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P NIP. 19750410 200501 2 009	(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERSEMBAHAN

Untuk Ayah,

Yang telah menginspirasi ku tentang ketangguhan semangat dalam melaksanakan cita-cita akademik setinggi-tingginya agar dapat bermanfaat bagi banyak orang termasuk untuk Indonesia. semoga tulisan ini dapat menjadi amal jariyah dan menginspirasi anak cucu mu kelak. semoga Ayah panjang umur selalu dapat mendampingi semua anak-anakmu, yah…

Untuk Ibu yang telah mendidik, mendampingi, menjadi pahlawan dan insipirasi bagi semua anak-anaknya. Menjadi tauladan bagi putra-putrinya agar menjadi manusia yang berguna, tangguh dan kuat tidak hanya melalui nasihatnya namun terus memotivasi dan sebagai sahabat bagi kami semua anak mu, semoga selalu dapat mendampingi kami, Bu…

Teruntuk saudaraku ABC tercinta, semoga selalu dalam ridlo dan lindungan Allah SWT. dan terus saling memotivasi dalam rangka mewujudkan visi dan misi Nara.

Untuk almamater,

Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, Terimakasih…..

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

MOTTO

اللَّهُمَّ صَلِّ عَلَى مُحَمَّدٍ، وَعَلَى آلِ مُحَمَّدٍ، كَمَا صَلَّيْتَ عَلَى آلِ إِبْرَاهِيمَ، وَبَارِكْ عَلَى مُحَمَّدٍ،

وَعَلَى آلِ مُحَمَّدٍ، كَمَا بَارَكْتَ عَلَى آلِ إِبْرَاهِيمَ فِي الْعَالَمِينَ إِنَّكَ حَمِيدٌ مَجِيدٌ

"Ya Allah, limpahkanlah kesejahteraan kepada Nabi Muhammad dan keluargannya, sebagaimana engkau limpahkan kesejahteraan terhadap Nabi Ibrahim dan keluarganya, berkahilah Nabi Muhammad dan keluarganya sebagaimana engkau berkahi Nabi Ibrahim dan keluarganya dalam seluruh alam, sesungguhnya Engkau Maha Terpuji lagi Maha Luhur, dan salam seperti yang telah diajarkan pada kalian"

"Jika rencanamu tidak berhasil, ubah rencana itu tetapi jangan pernah ubah tujuannya"

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	: Husnul Fatimah
NIM	: 15630058
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Sains dan Teknologi
Judul Penelitian	: Aktivitas Degradasi Zat Warna Indigosol Biru Menggunakan Fotokatalis TiO_2/Zeolit Alam

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 14 Desember 2020
Yang membuat pernyataan,

Husnul Fatimah
NIM. 15630058

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, kami panjatkan puji syukur atas rahmat, hidayah, dan inayah-Nya yang selalu terlimpahkan sehingga terselesaikannya penulisan laporan hasil penelitian ini. Oleh karena itu, penulis menghaturkan terimakasih kepada:

1. Orang Tua yang selalu mendukung dan menyayangi penulis. Terimakasih atas segala do'a, kepercayaan, kasih sayang yang selalu diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan pencerahan yang sangat berarti.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku pembimbing I dan Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P selaku pembimbing II. Terimakasih atas segala ilmu yang diberikan sampai terselesainya penelitian ini.
6. Ibu Suci Amalia, M.Sc selaku penguji dan Ibu Nur Aini, M.Si selaku konsultan saya pada penelitian ini, terimakasih atas segala ilmu dan masukannya yang sangat membantu saya untuk menyelesaikan penelitian ini.
7. Amran Rahman yang telah menemani saya selama penulisan skripsi dengan segala keikhlasannya untuk saya repotkan setiap saat.
8. Teman-teman seperjuangan Vivin, Aldi, Riv'ah, Elen, Hasal, Elisa, Rumaisa, Fifit, dan Vita yang telah menemani saya selama penelitian dan berjuang bersama di Lab Anorganik.
9. Mas Fahmi Fuadul yang sering saya sebut sebagai Mas guruku, terimakasih banyak atas ilmunya yang tiada henti selalu siap siaga dalam membantu saya menyelesaikan penulisan ini.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

10. Karisma, Fanfuji dan Delvi terimakasih telah memberikan warna dalam penulisan skripsi ini, telah bersedia menemani saya berfikir untuk penulisan skripsi ini.
11. Winda, Beryl, Elif, Sukria yang telah memberikan warna hidup penulis dengan segala kerecehannya.
12. Saudaraku ABC Pathy, Samsir, Nopal, Sakir, Ali dan Amey terimakasih atas nasihat dan sarannya yang terus menemani dan mewarnai hari-hari saya dikala sedih.

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu serta semua pihak yang membantu dalam proses penyelesaian laporan hasil penelitian ini diridloi Allah SWT.

Malang, 14 Desember 2020

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**
HALAMAN PENGESAHAN ..... **ii**
HALAMAN PENGAJUAN ..... **iii**
HALAMAN PERSEMBAHAN ..... **iv**
MOTTO ..... **v**
LEMBAR KEASLIAN ..... **vi**
KATA PENGANTAR ..... **vii**
DAFTAR ISI ..... **ix**
DAFTAR GAMBAR ..... **xi**
DAFTAR TABEL ..... **xii**
DAFTAR LAMPIRAN ..... **xiii**
ABSTRAK ..... **xiv**
ABSTRACT ..... **xv**
مستخلص البحث ..... **xvi**
BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 6
1.3 Tujuan Penelitian 7
1.4 Batasan Masalah 7
1.5 Manfaat Penelitian 8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Perspektif Islam Terhadap Mineral Alam sebagai Fotodegradasi Limbah 9
2.2 Indigosol Biru 11
2.3 Fotodegradasi 13
2.3.1 Material Semikonduktor dan Karakter TiO_2 sebagai Fotokatalis 15
2.3.2 Mekanisme Fotokatalis Semikonduktor TiO_2 18
2.4 Zeolit sebagai Material Pendukung (*Support*) 21
2.5 Sintesis TiO_2-zeolit dengan Metode Sol-Gel 23
2.6 *X-Ray Diffraction* (XRD) 29
2.7 *X-Ray Fluorescence* (XRF) 32
2.8 UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) 33
BAB III METODOLOGI
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian 36
3.2 Alat dan Bahan Penelitian 36
3.2.1 Alat 36
3.2.2 Bahan 36
3.3 Rancangan Penelitian 36
3.4 Tahapan Penelitian 37
3.5 Prosedur Penelitian 37
3.5.1 Aktivasi Zeolit 37
3.5.2 Sintesis TiO_2-zeolit dengan Metode Sol-Gel 38
3.5.3 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X 38
3.5.4 Karakterisasi dengan *X-Ray Fluoroscence* 39

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.5 Karakterisasi dengan UV-Vis DRS 40
3.5.6 Uji Aktivitas Zat Warna Indigosol Biru 40
3.5.6.1 Pembuatan Larutan Induk Indigosol Biru 40
3.5.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum..... 40
3.5.6.3 Pembuatan Larutan dan Kurva Standar Indigosol Biru 41
3.5.7 Fotodegradasi Indigosol Biru Menggunakan TiO_2-zeolit 41
3.5.7.1 Fotodegradasi dengan Variasi Massa Katalis 41
3.5.7.2 Fotodegradasi dengan Variasi Lama Penyinaran 41
3.5.7.3 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Konsentrasi ... 41

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam 43
4.2 Sintesis TiO_2-Zeolit Alam dengan Metode Sol-Gel..... 44
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO_2-Zeolit Alam 48
4.4 Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Indigosol Biru 51
4.4.1 Penentuan Kurva kalibrasi Standar 51
4.4.2 Uji Aktivitas Zat Warna Indigosol Biru 52
4.4.2.1 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Massa Fotokatalis 52
4.4.2.2 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Lama Penyinaran..... 54
4.4.2.3 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Konsentrasi Indigosol Biru..... 57
4.5 Kajian Perspektif Islam terhadap Aktivitas Fotodegradasi Zat Warna Indigosol Biru Menggunakan Fotokatalis TiO_2-Zeolit Alam 59
BAB V PENUTUP
5.1 Kesimpulan 63
5.2 Saran 63

DAFTAR PUSTAKA 64
LAMPIRAN..... 72

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur indigosol biru 13
Gambar 2.2 Energi celah pita semikonduktor 16
Gambar 2.3 Mekanisme reaksi fotokatalisis pada semikonduktor TiO_2 19
Gambar 2.4 Struktur zeolit alam modernit 23
Gambar 2.5 Proses Sol-Gel 27
Gambar 2.6 Difraktogram XRD 28
Gambar 2.7 Ilustrasi pantulan Bragg oleh atom-atom dalam kristal 29
Gambar 2.8 Difraktogram XRD 32
Gambar 2.9 Orientasi kristal yang random dengan refleksi sinar 33
Gambar 2.10 Spektra UV-Vis DRS pada TiO_2-P25 dan TiO_2-zeolit alam 35
Gambar 4.1 Ilustrasi (1) Mekanisme reaksi pelarutan menggunakan isopropanol; (2) Penambahan asam asetat; (3) Hidrolisis menggunakan air 45
Gambar 4.2 Ilustrasi (4) Mekanisme reaksi pembentukan gel (polimerisasi) TiO_2 dengan metode sol-gel 46
Gambar 4.3 Difraktogram hasil spektra TiO_2-Zeolit 48
Gambar 4.4 Spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectra* pada TiO_2-zeolit alam 50
Gambar 4.5 Kurva Standar Indigosol Biru 52
Gambar 4.6 Larutan Indigosol Biru 600 ppm sebelum didegradasi dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% 52
Gambar 4.7 Larutan Indigosol Biru 600 ppm setelah didegradasi dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% 51
Gambar 4.8 Kurva Hasil Degradasi Indigosol Biru 600 ppm dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% 54
Gambar 4.9 Larutan Indigosol Biru 600 ppm sebelum didegradasi dengan variasi lama penyinaran 55
Gambar 4.10 Larutan Indigosol Biru 600 ppm setelah didegradasi dengan variasi lama penyinaran 55
Gambar 4.11 Kurva Hasil Degradasi Indigosol 600 ppm dengan variasi lama penyinaran 57
Gambar 4.12 Larutan Indigosol Biru dengan variasi konsentrasi sebelum didegradasi 57
Gambar 4.13 Larutan Indigosol Biru dengan variasi konsentrasi setelah didegradasi 58
Gambar 4.14 Kurva Hasil Degradasi Indigosol Biru dengan variasi konsentrasi 59

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil analisis XRF zeolit alam 33
Tabel 4.1 Hasil analisis XRF sebelum dan sesudah aktivasi zeolit alam 49
Tabel 4.2 Data hasil degradasi indigosol biru 600 ppm dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% 54
Tabel 4.3 Data hasil degradasi indigosol biru 600 ppm dengan variasi lama penyinaran 56
Tabel 4.4 Data hasil degradasi indigosol biru dengan variasi konsentrasi indigosol biru 59

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan peneletian 72
Lampiran 2 Diagram alir 73
Lampiran 3 Perhitungan pembuatan reagen 76
Lampiran 4 *Risk Assessment* 91

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Fatimah, H. 2020. Aktivitas Degradasi Zat Warna Indigosol Biru Menggunakan Fotokatalis TiO_2/zeolit Alam**.** Jurusan Kimia, Fakultas Sains Dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Kata kunci: Titanium Dioksida, Zeolit Alam, Sol-Gel, Indigosol Biru

TiO_2-zeolit merupakan fotokatalis yang dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna tekstil. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui energi celah pita dari hasil sintesis TiO_2-zeolit, mengetahui massa optimum dari fotokatalis TiO_2-zeolit, waktu kotak optimum dan konsentrasi optimum indigosol biru pada proses fotodegradasi.

TiO_2 yang diembankan pada zeolit alam disintesis secara sol-gel mempunyai fasa anatas. Hasil sintesis TiO_2-zeolit didapatkan energi celah pita 2,62 eV setelah diembankan dengan zeolit alam yang terlihat pada spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) alam. Proses fotokatalitik dilakukan melalui fotodegradasi 25 mL indigosol biru 600 ppm dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% sebanyak 0; 10; 20; 40 dan 80 mg, variasi konsentrasi indigosol biru awal 200, 400, 600, 800 dan 1000 mg/L dan variasi lama penyinaran sebanyak 15, 30, 60 dan 120 menit untuk uji aktivitas fotodegradasi indigosol biru. Konsentrasi indigosol biru sebelum dan setelah penyinaran diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ 625 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% adalah 20 mg dengan persentase degradasi sebesar 58,3%, lama penyinaran optimum sinar UV adalah 30 menit dengan persentase degradasi sebesar 58,7% serta konsentrasi optimum indigosol biru adalah sebesar 600 mg/L dengan persentase degradasi sebesar 58,7%.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Fatimah, H. 2020. Degradation Activity for Indigosol Blue Dyes Using TiO_2-zeolit Photocatalyst**.** Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Mentor: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Keywords: Titanium Dioxide, Nature Zeolite, Sol-Gel, Indigosol Blue

TiO_2-zeolite is a photocatalyst which can be used to degrade textile dyes. This research aims to determine the bandgap energy of the TiO_2-zeolite synthesis, determine the optimum mass of TiO_2-zeolite photocatalysts, the optimum time and the optimum concentration of indigosol blue in the photodegradation process.

TiO_2 which was carried on natural zeolite was synthesized by sol-gel have anatase phase. The results of the synthesis of TiO_2-zeolite obtained a bandgap energy of 2,62 eV after being infused with natural zeolite as seen in the UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS) spectra. The photocatalytic process was carried out by photodegradation of 25 mL indigosol blue 600 ppm with a mass variation of TiO_2-zeolite 10: 90% photocatalyst as much as 0; 10; 20; 40 and 80 mg, variations in the concentration of indigosol blue initial 200, 400, 600, 800 and 1000 mg/L and the variation of irradiation time as much as 15, 30, 60 and 120 minutes for the indigosol blue photodegradation activity test. The concentration of blue indigosol before and after irradiation was measured using a UV-Vis spectrophotometer at λ 625 nm. The results showed that the optimum mass of TiO_2-zeolite photocatalyst 10: 90% was 20 mg with a degradation percentage of 58,3%, the optimum duration of UV light exposure was 30 minutes with a degradation percentage of 58,7% and the optimum concentration of indigosol blue was equal to 600 mg/L with a degradation percentage of 58,7%.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

مستخلص البحث

فاطمة، هـ ٢٠٢٠. تدهور اللون إنديغوسول الأزرق باستخدام فوتوليت تيو ٢-زيوليت الطبيعية. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة: لولوتول حميداتو أوليا، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: ثاني أكسيد التيتانيوم، زيوليت الطبيعية، سول -جل، إنديغوسول الأزرق

TiO_2- زيوليت هو محفز ضوئي يمكن استخدامه لتحلل أصباغ النسيج. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد طاقة فجوة النطاق لتخليق TiO_2- زيوليت ، وتحديد الكتلة المثلى للمحفز الضوئي TiO_2- زيوليت ، ووقت الصندوق الأمثل والتركيز الأمثل لأزرق إنديجيسول في عملية التحلل الضوئي.

TiO_2، الذي يقوم على زيوليت الطبيعية توليف سول جل- لديه مرحلة Anatas. نتائج التوليف تيو ٢-زيوليت في ٢،٦٢ eV من الطاقة شق الفرقة بعد أن قدمت مع الزيوليت الطبيعية ينظر في UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) الطبيعية. تتم عملية فوتوكاتاليتيك من خلال التحلل الضوئي من ٢٥ مل إنديغوسول الأزرق ٦٠٠ جزء في المليون مع الاختلاف من كتلة فوتولياك من الطبيعة ١٠:٩٠% تيو ٢-زيوليت بنسبة ٠ : ١٠ : ٢٠ : ٤٠ : ٨٠ ملغ, الاختلافات في تركيزات النيلي الأزرق ابتداء من ٢٠٠, ٤٠٠, ٦٠٠, ٨٠٠ و ١٠٠٠ ملغ / لتر والاختلافات التعرض الطويل من ١٥, ٣٠, ٦٠ و١٢٠ دقائق لاختبارات التحلل الضوئي إنديغوسول الأزرق. تم قياس تركيز النيلي الأزرق قبل وبعد التعرض باستخدام مقياس طيف الأشعة فوق البنفسجية -فيس عند ٦٢٥ نانومتر. وأظهرت النتائج أن الكتلة المثلى من فوتوليت تي ٢ -زيوليت الطبيعية ١٠:٩٠٪ كانت ٢٠ ملغ مع نسبة تدهور ٥٨،٣٪، وكان طول التعرض الأمثل للأشعة فوق البنفسجية ٣٠ دقيقة مع نسبة تدهور ٥٨،٧٪ وكان التركيز الأمثل من إنديغوسول الأزرق ٦٠٠ ملغم / لتر مع نسبة تدهور ٥٨،٧٪.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan zat warna sintesis kini berkembang pesat khususnya pada industri tekstil. Jumlah industri tekstil di Indonesia semakin meningkat dari tahun ke tahun. Menurut Andari dan Wardani (2014) sebagian besar industri tekstil menggunakan pewarna sintesis dengan alasan murah, tahan lama, mudah diperoleh dan mudah penggunaannya. Namun, limbah zat warna yang dihasilkan umumnya merupakan senyawa organik *non-biodegradable* sehingga membawa dampak negatif terhadap lingkungan terutama lingkungan perairan. Jika perairan tersebut merupakan faktor penting bagi kehidupan masyarakat, sudah tentu hal itu akan mengganggu aktivitas kehidupan masyarakat. Pencemaran yang terjadi merupakan salah satu kerusakan lingkungan yang disebabkan oleh tangan manusia. Allah SWT telah menyebutkan dalam Al-Qur'an surah Ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

"Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar" (QS. Ar-Rum: 41).

Ayat di atas menyebutkan bahwa telah terjadi kerusakan baik di darat maupun di laut yang disebabkan oleh tangan-tangan manusia. Para ulama kontemporer menyebutkan bahwa kerusakan yang dimaksud adalah kerusakan yang berkaitan dengan lingkungan (Shihab, 2002). Salah satu kerusakan lingkungan yang sering terjadi adalah masalah pencemaran lingkungan terutama

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pencemaran air karena terpapar oleh limbah. Salah satu limbah yang dapat merusak lingkungan adalah limbah zat warna.

Salah satu zat warna sintesis yang banyak digunakan dalam industri tekstil adalah indigosol biru yang menjadi zat warna dasar yang penting dalam proses pewarnaan. Senyawa ini bersifat toksik, karsinogenik, dan mutagenik, sehingga sangat berbahaya apabila terkena kulit, mata atau bahkan tertelan dan dapat menyebabkan beberapa dampak bagi kesehatan, seperti penyakit kulit dan yang sangat membahayakan dapat mengakibatkan kanker kulit. Pada umumnya, di dalam struktur senyawa indigosol biru terdiri dari dua cincin benzena dan sangat stabil sehingga sulit diuraikan (Suparno, 2008). Zat warna sintetis ini tidak mudah rusak oleh perlakuan kimia maupun fotolitik, sehingga bila air limbah yang mengandung zat warna sintetis terbuang ke lingkungan maka dapat bertahan lama. Menurut Peraturan Gubernur Jawa Timur No. 52 (2014), nilai ambang batas untuk konsentrasi indigosol biru dalam perairan sekitar 50 mg/L.

Kekurangan terbesar dari industri tekstil di Indonesia adalah pengolahan proses dan pengolahan limbah yang sangat buruk. Hal ini disebabkan oleh zat pewarna yang terkandung dalam limbah tekstil, pencemaran lingkungan ini telah meresahkan masyarakat sehingga diperlukan penanganan yang serius untuk mengatasi masalah tersebut. Pengolahan limbah tekstil dapat dilakukan secara kimia, fisika maupun biologi. Beberapa penelitian yang melakukan pengolahan limbah dengan metode modern seperti metode biodegradasi, klorinasi, dan ozonisasi telah dikembangkan (Gunlazuardi, 2000), koagulasi (Sianita dan Nurcahyati, 2003; Kobaya dkk., 2003). Metode ini, memang memberikan hasil yang cukup memuaskan tetapi membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

sehingga kurang efektif diterapkan di Indonesia. Upaya penanganan secara konvensional seperti secara adsorpsi menggunakan karbon aktif atau zeolit telah banyak dilakukan, namun hasilnya sering kurang efektif (Jannatin dkk., 2003). Di antara metode modern penanggulangan limbah cair, metode fotodegradasi merupakan metode yang relatif murah serta mudah untuk diterapkan serta efisien untuk proses penguraian zat warna (Wijaya dkk., 2006).

Salah satu alternatif pengolahan limbah tekstil adalah dengan menggunakan prinsip fotokatalitik (Alinsafi dkk., 2007). Fotokatalis dianggap solusi terbaik saat ini untuk mengurangi permasalahan limbah yang dapat merusak lingkungan, hal ini dikarenakan fotokatalis memiliki beberapa kelebihan, yaitu mempunyai reaksi reduksi dan oksidasi yang sangat baik, ikatan kimianya stabil dan tidak larut dalam air (Aliah dkk., 2015). Fotokatalitik merupakan kombinasi antara proses fotokimia dan katalis. Pada proses fotokatalitik diawali dengan terbentuknya pasangan *electron* dan *hole* positif (e^-, h^+) dalam partikel semikonduktor (Sakti dkk., 2013).

Fotokatalis merupakan bahan yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh cahaya (Nandiyanto, 2013). Beberapa penelitian mengatakan (Neppolian dkk., 2002) bahwa proses fotokatalitik dapat menggunakan fotokatalis semikonduktor seperti TiO_2, ZnO, ZrO_2, SrO_2, Fe_2O_3, CeO_2, CdS dan ZnS. Semikonduktor merupakan material yang dapat dicirikan dengan terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi, pita *bonding* terluar disebut pita valensi, sedangkan pita *antibonding* terluar disebut pita konduksi (Palupi, 2006). Oleh sebab itu, semikonduktor dapat berfungsi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

sebagai fotokatalis karena memiliki celah pita tersebut yang terletak di antara batas pita konduksi dan pita valensi (Gunlazuardi, 2000).

Semikonduktor yang paling sering digunakan yaitu TiO_2. Keunggulan TiO_2 dibandingkan fotokatalisis semikonduktor yang lain yaitu TiO_2 mempunyai energi gap relatif besar (3,28 eV) yang cocok digunakan untuk fotokatalis, tidak beracun, harganya terjangkau, melimpah di alam, memiliki stabilitas kimia dalam jangka waktu yang panjang, stabilitas terhadap foton yang baik, aktivitas fotokatalis yang tinggi (Andari dan Wardhani 2014; Bayarri dkk., 2005) dan semikonduktor TiO_2 kehilangan aktivitas katalitiknya cukup sedikit sehingga kemampuannya dapat digunakan berulang kali (Fatimah, 2009).

Proses fotokatalitik terjadi pada fase teradsorpsi (Fatimah dkk., 2006), hal ini menimbulkan masalah baru dalam proses fotodegradasi karena semikonduktor yang digunakan memiliki luas permukaan (*surface area*) yang kecil sehingga daya adsorpsi pada proses fotokatalis relatif rendah. Kim dkk. (2007) melakukan penelitian sintesis fotokatalis TiO_2 dengan metode sol-gel tanpa adanya material pendukung ataupun dopan, melaporkan bahwa dengan naiknya suhu kalsinasi maka luas area semakin kecil karena efek *sintering* yang membuat partikel-partikel yang kecil mengalami aglomerasi. Aktivitas fotokatalis dengan senyawa semikonduktor TiO_2 dalam mendegradasi polutan dapat ditingkatkan dengan adanya material adsorben. Penambahan suatu adsorben yang dapat menopang semikonduktor dapat mengurangi kekurangan tersebut (El-Maazawi *et al.*, 2000).

Berdasarkan penelitian Hartoyo dkk. (2013) material TiO_2 perlu diembankan dengan suatu material adsorben yaitu zeolit. Zeolit merupakan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

senyawa kimia alumino-silikat terhidrat dengan kation natrium, kalium dan barium. Atom silikon dikelilingi oleh 4 atom oksigen sehingga membentuk semacam jaringan dengan pola yang teratur (Hartini, 2011). Menurut Utubira (2006) TiO_2 yang diembankan pada zeolit akan meningkatkan kemampuan fotokatalitiknya. Keberadaan zeolit alam di Indonesia amat melimpah, hanya saja pemanfaatan yang dilakukan terhadap mineral ini belum maksimal hanya sebatas sifatnya sebagai adsorben dan penukar ion. Penelitian yang dilakukan berupaya untuk memanfaatkan sifat lain yang terdapat pada zeolit alam yaitu sifatnya sebagai katalis. Fotokatalis TiO_2-zeolit alam yang dibuat untuk memanfaatkan sifat adsorben dan katalis pada zeolit alam dan sifat fotokatalis pada semikonduktor TiO_2 sehingga dapat digunakan dalam pengolahan limbah cair nantinya. Beberapa metode yang dapat digunakan untuk sintesis material fotokatalis TiO_2-zeolit alam seperti metode padatan, sol-gel, sonikasi dan metode impregnasi. Salah satu metode yang sering digunakan adalah metode sol-gel, karena metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis yang cukup sederhana dan mudah (Fernandez, 2011).

Berdasarkan uraian di atas, untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari TiO_2 perlu dilakukan *supporting* dengan zeolit. Upaya yang dapat dilakukan antara lain memperbesar luas permukaan, memperkecil kemungkinan terjadinya rekombinasi dan meningkatkan kemampuan serapan sehingga aktivitas fotokatalitik lebih meningkat. Menurut penelitian Sagita (2018) yang telah melakukan sintesis TiO_2-zeolit alam dengan perbandingan komposisi (%) 100:0; 30:70; 20:80; 10:90; 5:95; dan 0:100 didapatkan perbandingan komposisi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

optimum pada konsentrasi 10:90% berdasarkan hasil karakterisasi XRD, sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO_2-zeolit alam dengan perbandingan konsentrasi 10:90% menggunakan metode sol-gel dan karakterisasi terhadap struktur dengan instrumen *X-ray Diffraction* (XRD), karakterisasi unsur dengan menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF) dan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui energi celah pita dan daerah serapan sinar. Kemudian akan dilakukan proses degradasi zat warna indigosol biru dengan TiO_2-zeolit alam 10:90% dengan variasi massa katalis yang digunakan, variasi konsentrasi indigosol biru dan lama penyinaran sinar UV.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian tersebut, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

a. Bagaimana energi celah pita (*band gap energy*) dan daerah serapan sinar pada material TiO_2-zeolit alam menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)?
b. Berapa massa optimum TiO_2-zeolit alam yang dapat digunakan untuk mendegradasi indigosol biru?
c. Berapa waktu optimum pada degradasi zat warna indigisol biru menggunakan TiO_2-zeolit alam?
d. Berapa konsentrasi indigosol biru awal yang optimum pada proses degradasi menggunakan TiO_2-zeolit alam?

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan permasalahan yang ada, maka penelitian ini mempunyai tujuan, antara lain:

a. Mengetahui energi celah pita (*band gap energy*) dan daerah serapan sinar pada material TiO_2-zeolit alam menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS).
b. Mengetahui massa optimum TiO_2-zeolit alam yang dapat digunakan untuk mendegradasi indigosol biru.
c. Mengetahui waktu optimum pada proses degradasi zat warna indigosol biru menggunakan TiO_2-zeolit alam.
d. Mengetahui konsentrasi indigosol biru awal yang optimum pada proses degradasi menggunakan TiO_2-zeolit alam.

1.4 Batasan Masalah

a. Karakterisasi struktur dilakukan dengan instrumen *X-ray diffraction* (XRD).
b. Karakterisasi unsur dilakukan dengan instrument *X-ray Fluorescence* (XRF).
c. Karakterisasi energi celah pita (*band gap energy*) dan daerah serapan sinar dilakukan dengan instrumen UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS).
d. Sintesis TiO_2-zeolit alam dengan menggunakan metode sol-gel.
e. Konsentrasi perbandingan TiO_2-zeolit alam yang digunakan 10:90%.
f. Uji aktivitas fotodegradasi indigosol biru dengan variasi massa katalis.
g. Variasi lama penyinaran 15, 30, 60 dan 120 menit.
h. Variasi konsentrasi indigosol biru awal 200, 400, 600, 800 dan 1000 mg/L.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

i. Proses degradasi indigosol biru menggunakan UV-reaktor dan uji aktivitas menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu memberikan informasi-informasi baru tentang aplikasi material TiO_2-zeolit alam 10:90% yang disintesis dengan metode sol-gel pada proses degradasi indigosol biru.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Perspektif Islam Terhadap Mineral Alam sebagai Fotodegrdasi Limbah

Limbah merupakan hasil sisa suatu proses produksi baik industri maupun domestik yang tidak dapat digunakan kembali yang umumnya bersifat berbahaya. Salah satunya yaitu industri tekstil. Limbah industri tekstil berupa limbah cair zat warna. Limbah pabrik yang langsung dibuang ke perairan dapat menyebabkan masalah bagi kelestarian lingkungan, salah satunya yaitu pencemaran air. Pencemaran air sebagian ada yang langsung dapat diamati oleh manusia, seperti warna dan bau busuk. Adapula limbah yang tidak dapat diamati oleh manusia, karena kadarnya sedikit. Limbah seperti ini akan menjadi masalah kronis, karena akan terakumulasi dalam tubuh manusia maupun makhluk hidup lain yang tergantung pada air yang tercemar tersebut. Al-Qur'an menegaskan bahwa air adalah sumber kehidupan bagi semua makhluk hidup yang ada di muka bumi ini, sebagaimana firman Allah SWT:

وَجَعَلْنَا مِنَ الْمَاءِ كُلَّ شَيْءٍ حَيٍّ ۖ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ

"... dan Kami jadikan segala sesuatu yang hidup berasal dari air, maka mengapa mereka tidak beriman?" (QS. Al-Anbiya': 30).

Allah menciptakan bumi dan segala isinya serta segala macam yang berhubungan dengannya, berupa lingkungan yang alami dalam keadaan bersih dari segala macam kotoran dan terhindar dari pencemaran, seimbang dan tidak ada kepincangannya didalamnya, layak bagi kehidupan manusia untuk menjalankan tugasnya (Qardhawi, 2002). Al-Qur'an menegaskan bahwa Allah menciptakan segala sesuatu dalam bentuk yang baik tidak terkecuali dengan air,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

sebagaimana firman Allah SWT:

وَأَنْزَلْنَا مِنَ السَّمَاءِ مَاءً طَهُورًا

"... dan kami turunkan dari langit air yang amat bersih" (QS. Al-Furqon: 48).

Maka pada dasarnya di alam ini tidak satupun yang rusak, tercemar ataupun tidak seimbang sebagaimana penciptaanya. Akan tetapi adanya kerusakan lingkungan merupakan hasil perbuatan tangan-tangan manusia, yang secara sengaja maupun tidak sengaja mengubah fitrah Allah SWT dan mengubah ciptaan-Nya pada lingkungan, kehidupan, dan diri manusia (Qardhawi, 2002). Salah satu cara yang dapat digunakan untuk mengatasi perairan yang telah tercemar oleh limbah yaitu dengan menggunakan fotokatalis untuk mendegradasi limbah zat warna. Salah satu fotokatalis yang bisa digunakan berasal dari mineral alam.

Sebagai salah satu mineral alam yang keberadaannya melimpah di alam, zeolit telah disediakan oleh Allah SWT dengan berbagai manfaat yang terkandung di dalamnya terutama untuk kehidupan manusia. Perkembangan pemanfaatan zeolit sampai saat ini telah banyak dilakukan diberbagai sektor atau bidang kehidupan, diantaranya perikanan, peternakan, industri, dan beberapa sektor lainnya. Sejumlah manfaat yang terkandung dalam zeolit tersebut dapat diketahui melalui proses berpikir, sebagaimana firman Allah SWT:

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِنْهُ ۚ إِنَّ فِي ذَٰلِكَ لَآيَاتٍ لِقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

"Dan Dia menundukkan apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi untukmu semuanya (sebagai rahmat) dari-Nya. Sungguh, dalam hal yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang-orang yang berpikir" (QS. Al-Jasiyah: 13).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Menurut tafsir al-Maraghi, ayat tersebut menjelaskan bahwa tidak ada sesuatu yang Allah ciptakan dengan sia-sia, bahkan segala ciptaanNya adalah hak yang mengandung hikmah dan manfaat yang besar bagi orang-orang yang mau mengingat Allah serta memikirkan tentang kekuasaan Allah dalam ciptaanNya. Selain itu, dalam surat Ali-Imran ayat 190-191 juga disampaikan bahwa:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَٰذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ﴿١٩١﴾

"190. Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, 191. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka" (QS. Ali-Imran: 190-191).

Menurut Tafsir Al Jazairi (2007) maksud dari lafadz *li ulil albab* pada ayat 190 surat Ali-Imran adalah orang yang berakal, yaitu orang-orang yang dengan akalnya mampu menangkap dan memahami tanda-tanda serta bukti dari kekuasaan Allah SWT sebagaimana usaha dalam memperkuat keimanannya.

Sedangkan, pada ayat 191 disebutkan tanda-tanda *ulul albab* (orang yang berpikir) yaitu mereka yang senantiasa mengingat Allah (berdzikir) dalam segala keadaan serta memikirkan tentang manfaat yang ada pada segala ciptaanNya, salah satunya zeolit alam (Shihab, 2002).

2.2 Indigosol Biru

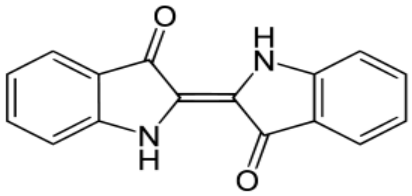
Zat pewarna banyak digunakan dalam berbagai industri termasuk industri tekstil. Molekul zat pewarna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Gugus kromofor merupakan gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. Pada umumnya, senyawa berwarna mempunyai struktur kimia aromatik yang sederhana hingga kompleks, dilengkapi gugus-gugus yang dapat memberikan sifat-sifat tertentu pada senyawa berwarna tersebut, seperti kemampuan bereaksi dengan serat (daya ikat), daya larut, intensitas warna dan tahan luntur (Hidayat, 2008). Zat pewarna dapat digolongkan menurut cara diperolehnya, yaitu senyawa berwarna alam dan sintetis.

Indigosol biru merupakan salah satu zat warna sintetik antraquinon, dan memiliki ikatan molekul -NH dan C=C dengan rumus kimia $C_{16}H_{10}O_2N_2$. Zat warna indigosol biru ini digunakan sebagai pewarna biru pada industri pencelupan tekstil. Zat warna sintetik ini tidak mudah rusak oleh perlakuan kimia maupun fotolitik. Penggunaan indigosol biru dapat menimbulkan beberapa efek, seperti iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup dan iritasi pada kulit jika tersentuh oleh kulit bahkan dapat menyebabkan kanker kulit (Hamdaoui dan Chiha, 2006). Senyawa ini berupa kristal berwarna biru gelap. Memiliki berat molekul 262,269 g/mol, dengan titik lebur pada 390°C dan panjang gelombang maksimum 520 nm. Zat ini tidak larut dalam air, alkohol, atau eter, namun larut dalam DMSO, kloroform, nitrobenzena atau asam sulfat pekat (Suparno, 2010). Indigosol biru merupakan salah satu senyawa berwarna yang dapat didegradasi dengan proses fotokatalis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.1 Struktur indigosol biru (Suparno, 2010)

Senyawa indigosol biru dapat menyerap radiasi sinar UV-Vis, di mana penyerapan cahaya yang disertai interaksi yang kuat dapat menyebabkan pembentukan radikal bebas hidroksil yang disebut senyawa fotoaktif. Radikal bebas hidroksil ini sangat reaktif dan diharapkan mampu menurunkan kandungan bahan organik limbah (Suparno, 2010). Setelah menyerap sinar UV/energi foton, indigosol biru akan teraktifkan sehingga menjadi tidak stabil dan akan mengalami penguraian menjadi molekul-molekul yang lebih kecil, di mana reaksi tersebut disebut fotodegradasi (Herfiani dkk., 2017).

2.3 Fotodegradasi

Fotodegradasi merupakan reaksi pemecahan suatu senyawa oleh adanya cahaya. Reaksi fotodegradasi atau reaksi penguraian senyawa organik pada dasarnya merupakan reaksi oksidasi yang diinduksi oleh cahaya ultra violet. Reaksi tersebut dapat berlangsung apabila dalam suatu sistem terdapat sumber cahaya (foton), substrat organik, oksigen dan fotokatalis. Prinsip dari fotodegradasi adalah adanya loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada logam yang dikenai cahaya atau foton. Akibat dari adanya loncatan elektron ini adalah munculnya *hole* atau lubang yang dapat berinteraksi dengan pelarut yang berupa air membentuk radikal ·OH. Radikal ·OH ini bersifat aktif dan dapat menguraikan senyawa organik. Proses fotodegradasi diawali dengan suatu

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

semikonduktor yang menyerap cahaya untuk membentuk *hole* yang kemudian diikuti oksidasi ion OH^- dari H_2O untuk membentuk radikal (Kansal *et al*., 2006).

Metode fotodegradasi merupakan metode yang cukup efektif dilakukan karena dapat menguraikan senyawa zat warna menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti H_2O dan CO_2. Metode ini dapat dilakukan menggunakan katalis berupa semikonduktor. Metode fotodegradasi dengan menggunakan bahan fotokatalis dan iradiasi ultraviolet yang energinya sesuai atau lebih besar dari energi celah fotokatalis tersebut. Dengan metode fotodegradasi ini, zat warna akan diurai menjadi komponen-komponen yang lebih sederhana dan lebih aman untuk lingkungan (Sakthivel *et al*, 2003).

Secara teoritik fotodegradasi terjadi karena TiO_2-zeolit mengandung oksida titan yang merupakan suatu bahan semikonduktor dengan struktur elektronik yang khas yaitu memiliki pita valensi terisi dan pita konduksi yang kosong. Menurut penelitian Sagita (2018) yang telah melakukan penelitian sintesis fotokatalis TiO_2-zeolit alam dengan variasi konsentrasi (%) 100:0; 30:70; 20:80; 10:90; 5:95; dan 0:100, didapatkan konsentrasi TiO_2-zeolit alam optimum pada konsentrasi 10:90% berdasarkan analisis karakterisasi XRD. Fotodegradasi indigosol biru dengan fotokatalis TiO_2-zeolit alam ini dilakukan dalam UV reaktor. Selama proses penyinaran, dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* agar reaksi fotodegradasi berlangsung secara lebih homogen.

Menurut penelitian Herfiani dkk. (2017) semakin lama waktu penyinaran limbah cair indigosol biru maka % degradasi semakin besar. Hal ini karena lama penyinaran merupakan lamanya interaksi antara fotokatalis TiO_2 dengan cahaya UV dalam menghasilkan OH radikal (•OH). Selain itu juga mempengaruhi

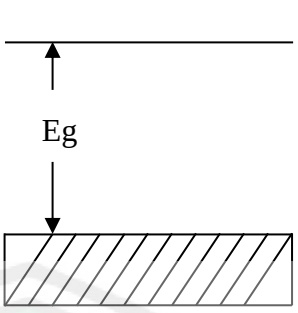
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

lamanya penyinaran antara OH radikal (•OH) dengan indigosol biru yang didegradasi. Semakin lama waktu penyinaran maka akan meningkatkan energi foton yang dihasilkan. Meningkatnya energi foton yang dihasilkan maka akan menghasilkan OH radikal (•OH) yang semakin banyak. OH radikal (•OH) disini adalah oksidator kuat yang dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna indigosol biru. Banyaknya OH radikal yang dihasilkan maka semakin banyak pula zat warna indigosol biru yang terdegradasi. Radikal hidroksil dihasilkan dari *hole* positif (h^+) dari uap air yang teradsorp pada permukaan katalis semikonduktor. Pembentukan h^+ dipengaruhi oleh energi (*hv*) yang dipancarkan oleh sinar. Semakin besar *hv* yang dipancarkan oleh sinar *visible* maka h^+ yang terbentuk akan semakin banyak (Anwar, 2011).

2.3.1 Material Semikonduktor dan Karakter TiO_2 sebagai Fotokatalis

Semikonduktor merupakan bahan yang dicirikan dengan terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi (Palupi, 2006). Semikonduktor memiliki celah pita antara 0,5-5,0 eV. Cahaya yang tereksitasi dari semikonduktor menyebabkan elektron dari pita valensi meloncat ke pita konduksi. Senyawa semikonduktor dapat berupa dua macam unsur dengan jumlah elektron valensi keduanya adalah delapan dengan geometri tetrahedral. Elektron tidak dapat berada pada daerah celah pita antara pita valensi dan pita konduksi. Pita energi tertinggi disebut pita konduksi dan pita energi terendah yang terisi elektron disebut pita valensi, keduanya dipisahkan oleh celah pita (*band gap*) (Kaneko dan Okura, 2002). Pita energi semikonduktor diilustrasikan pada Gambar 2.2.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.2 Energi celah pita semikonduktor (Kaneko dan Okura, 2002)

Energi celah pita adalah energi yang diperlukan suatu elektron untuk melakukan eksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi, semakin lebar energi celah pita yang dihasilkan maka semakin besar energi yang dibutuhkan. Besarnya energi yang dibutuhkan dapat diukur dengan menggunakan panjang gelombang cahaya yang dapat mengeksitasi elektron (Ningsih, 2012). Semikonduktor yang memiliki energi celah pita cukup lebar (3,28 eV) membutuhkan energi yang cukup besar untuk mengalami eksitasi. Adanya energi dari luar seperti foton akan membuat elektron mampu tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi.

Semikonduktor yang biasa digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalgonide* (oksida : TiO_2, ZnO, ZrO, CeO_2, atau sulfida : ZnS, CdS) (Afrozi, 2010). Semikonduktor TiO_2 sering digunakan untuk proses fotokatalis karena mempunyai keunggulan yaitu stabilitas kimia dalam jangka waktu yang panjang, stabilitas terhadap foton yang baik, tidak beracun, harganya terjangkau, melimpah di alam, aktivitas fotokatalis yang tinggi (Andari dan Wardhani 2014; Bayarri *et al*., 2005). Hal ini disebabkan TiO_2 memiliki beberapa keuntungan yaitu:

1. Eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi tidak menyebabkan struktur fotoeksitasi tidak stabil dan mudah rusak. Hal tersebut tidak terjadi pada semikonduktor lain (Amemiya, 2004).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. TiO_2 dapat mengakomodasi potensial redoks beberapa oksidator yang paling umum dijumpai dalam reaksi fotokatalisis di antaranya, efisiensi kuantum dan aktivitas fotokatalisis yang tinggi dan keekonomisannya. Hal ini tidak terjadi pada semikonduktor yang lain (Fujishima dkk., 2000).
3. Reaksi fotokatalisis dapat berlangsung cepat pada kondisi operasi ambien yang maksimal, memungkinkan banyak kontaminan organik terkonversi menjadi air dan CO_2, dan tidak menggunakan reaktan kimia tambahan serta tidak terjadi reaksi samping yang tidak diharapkan (Licciulli dan Lisi, 2002).
4. Tidak menimbulkan bahaya keracunan dan harganya yang murah (Rao *et al.*, 2003).

Energi celah pita semikonduktor TiO_2 adalah 3,28 eV. Elektron akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi jika material diiradiasi dengan foton yang memiliki energi > 3,28 eV. Pada saat tereksitasi terbentuk elektron dan *hole* (Gunlazuardi, 2000). Struktur semikonduktor TiO_2 memiliki tiga fase kristal, yaitu anatas, rutil dan brookit. Untuk fase kristal anatas dan rutil telah dipelajari untuk berbagai aplikasi fotokatalis sedangkan brookit tidak begitu dikenal secara umum (Licciulli dan Lisi, 2002). Titanium dioksida (TiO_2) terdiri dari padatan ionik yang tersusun dari ion Ti^{4+} dan O^{2-} dalam konfigurasi oktahedron.

Struktur TiO_2 yang biasa digunakan untuk katalis fotodegradasi adalah rutil dan anatas (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2011), karena anatas memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan rutil, sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan rutil (Ramadhani *et al.*, 2012). Perbedaan struktur kisi pada anatas dan rutil menyebabkan perbedaan densitas massa, luas permukaan, sisi aktif dan struktur pita elektronik antara anatas dan rutil (massa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

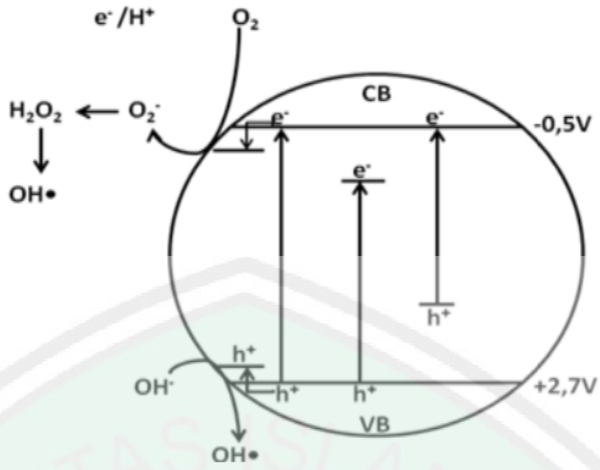
jenis anatas: 3,9 g/cc dan untuk rutil 4,2 g/cc). Struktur anatas memiliki *band gap* sebesar 3,28 eV (setara dengan sinar λ = 380 nm). Anatas memiliki sistem kristal tetragonal dan grup ruang $I4_1/amd$, dengan parameter kisi: a = 3,785 °A dan c = 9,514 °A (Weirich *et al*., 2000).

2.3.2 Mekanisme Fotokatalis Semikonduktor TiO_2

Fotokatalisis merupakan kombinasi dari proses fotokimia dan katalisis. Proses fotokimia adalah proses transformasi secara kimiawi dengan melibatkan foton (cahaya) sebagai pemicunya sedangkan katalisis adalah proses yang melibatkan katalis untuk menurunkan energi aktivasi suatu reaksi sehingga reaksi bisa berjalan lebih cepat. Jadi, fotokatalisis secara umum dapat diartikan sebagai proses transformasi kimia yang dibantu oleh cahaya dan material katalis. Fotokatalis memanfaatkan foton (cahaya) tampak atau ultraviolet untuk mengaktifkan katalis yang kemudian bereaksi dengan senyawa kimia yang berada pada permukaan katalis (Palupi, 2006).

Eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi ditunjukkan pada Gambar 2.3. Semikonduktor apabila dikenai cahaya (*hv*) dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (*hole* atau disimbolkan h^+) pada pita valensi. Elektron dan *hole* pada permukaan semikonduktor, masing-masing berperan sebagai reduktor dan oksidator (Macias, 2003).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.3 Mekanisme reaksi fotokatalisis pada semikonduktor TiO_2 (Zaleska, 2008)

Pada gambar 2.4 memperlihatkan setelah foton dengan energi *hv* melebihi perbedaan energi *Eg* dari semikonduktor, maka elektron (e^-) berpindah dari pita valensi ke pita konduksi, meninggalkan *hole* yang bermuatan positif di pita valensi. Elektron yang tereksitasi ini dapat bergabung kembali dengan *hole* dengan melepaskan panas, terperangkap dalam kondisi stabil di permukaan bereaksi dengan donor elektron dan akseptor elektron teradsorpsi di permukaan semikonduktor. Reaksi yang terjadi dituliskan pada persamaan berikut (Zaleska, 2008).

$$TiO_2 + hv \longrightarrow e^- + h^+ \quad (2.1)$$

$$TiO_2\,(e^-) + O_2 \longrightarrow O_2^{\bullet -} \quad (2.2)$$

$$TiO_2\,(h^+) + H_2O \longrightarrow HO^\bullet + H^+ \quad (2.3)$$

$$O_2^{\bullet -} + H^+ \longrightarrow HO_2^\bullet \quad (2.4)$$

$$HO_2^\bullet + \text{Polutan} \longrightarrow \text{Fasa } \textit{Intermediet} \longrightarrow CO_2 + H_2O \quad (2.5)$$

$$\text{Polutan Organik} + TiO_2 + hv \longrightarrow CO_2 + H_2O \quad (2.6)$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Sifat oksidator yang dimiliki oleh semikonduktor akan memiliki sejumlah besar *hole* (h^+) yang akan menyerang H_2O yang melekat pada permukaan semikonduktor sehingga akan terbentuk radikal hidroksil (HO•). O_2 yang ada di udara akan bertindak sebagai akseptor elektron dan membentuk ion superoksida. Selain itu, radikal hidroksil dan ion superoksida yang dihasilkan juga dapat digunakan untuk mengoksidasi kontaminan organik yang melekat di permukaan (Zaleska, 2008).

Meskipun TiO_2 memiliki banyak keunggulan dalam aplikasinya pada proses fotokatalitik, TiO_2 murni yang banyak beredar di pasaran cukup lemah menyerap cahaya tampak sehingga perlu dimodifikasi. Selain itu, reaksi rekombinasi antara *electron* dan *hole* juga sering terjadi sehingga menghambat aktivitas fotokatalis. Salah satu cara untuk menambah kemampuan TiO_2 dalam menyerap sinar tampak dan meningkatkan efisiensi fotokatalitik adalah dengan memodifikasi TiO_2 dengan menambahkan dopan atau pendukung (*support*). Pemberian dopan atau pendukung (*support*) yang memperpendek *band gap* sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis di bawah sinar tampak, telah terbukti berhasil dalam meningkatkan kemampuan TiO_2 untuk mengadsorpsi sinar tampak (Lestari, 2010).

Fotokatalis TiO_2 menurut beberapa penelitian cukup efektif untuk mendegradasi limbah cair, namun demikian aktivitas fotokatalis TiO_2 masih bisa ditingkatkan dengan penambahan material penyangga seperti adsorben. Material penyangga yang dapat digunakan ialah mineral alam seperti bentonit atau zeolit (Dini dan Wardhani, 2014). Menurut Guesh *et al*. (2016) TiO_2 yang diembankan terhadap zeolit memiliki laju degradasi yang lebih besar 34% dari TiO_2 tanpa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

zeolit. TiO_2 setelah diembankan dengan zeolit mampu meningkatkan kapasitas adsorpsi dan mengurangi energi celah pita (Lestari, 2010).

Ketika menyerap foton dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi *band gap* (Eg) elektron dalam pita valensi teresksitasi ke pita konduksi. Tepi pita valensi maksimum titania terutama berasal dari orbital 2p oksigen dan tepi pita konduksi minimum berasal dari orbital 3d titania. Apabila terjadi transisi elektron dari orbital 2p atau 3p dopan ke orbital 3d titania secara umum maka akan menghasilkan modifikasi dalam properti optik (Chen *et al*., 2007).

2.4 Zeolit sebagai Material Pendukung (*Support*)

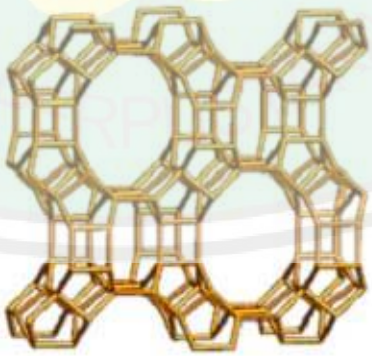
Penemuan zeolit di dunia dimulai dengan ditemukannya Stilbite pada tahun 1756 oleh seorang ilmuwan bernama A. F. Constedt. Constedt menggambarkan kekhasan mineral ini ketika berada dalam pemanasan terlihat seperti mendidih karena molekulnya kehilangan air dengan sangat cepat. Sesuai dengan sifatnya tersebut maka mineral ini diberi nama zeolit yang berasal dari dua kata Yunani, *zeo* artinya mendidih dan *lithos* artinya batuan. Diberi nama zeolit karena sifatnya yaitu mendidih dan mengeluarkan uap jika dipanaskan (Trisunaryanti dkk., 2005).

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi dengan rumus kimia $M_8(Si_{40}Al_8O_{96})24H_2O$ di mana *M* adalah kation penyeimbang (kation alkali atau alkali tanah) dalam rangka zeolit memiliki kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral $[SiO_4]^{4-}$ dan $[AlO_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom oksigen (Gambar 2.4). Zeolit ada dua macam, yaitu zeolit alam (*natural zolite*) dan zeolit sintetis (*synthetic zeolite*). Zeolit alam terbentuk karena adanya

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

proses perubahan alam dari batuan vulkanik, seperti analsim, kabasit, klinoptilolit, erionit, mordenit, filipsit, heulandit, dan laumontit. Sedangkan zeolit sintetis antara lain, zeolit A, X, Y, NaP1, hidroksi sodalit, dan faujasite merupakan zeolit yang dibuat oleh industri untuk mendapatkan sifat tertentu.

Zeolit sintetis dikembangkan untuk mengatasi kelemahan dari zeolit alam. Kelemahan zeolit alam antara lain, banyak mengandung pengotor dan kristalinitasnya yang rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai adsorben dan katalis (Wang dan Yuelian, 2010). Zeolit alam di Indonesia diketahui 60-70% merupakan jenis mordenit dan sisanya klinoptilolit (Trisunaryanti dkk., 2005). Zeolit jenis mordenit merupakan zeolit yang memiliki kandungan kadar Si cukup tinggi dengan perbandingan Si/Al = 5 dan ukuran pori 6,7-7°A (Lestari, 2010; Hasibuan, 2012). Pemanfaatan zeolit sebagai material penyangga untuk sintesis oksida-oksida logam disebabkan karena zeolit mempunyai pori-pori yang berdimensi nanometer sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pembatas pertumbuhan partikel (Utubira, 2006).



Gambar 2.4 Struktur zeolit alam modernit (Utubira, 2006)

Zeolit alam jenis modernit merupakan material mikropori yang memiliki kemampuan penyerapan dan difusi reaktan serta dapat digunakan sebagai bahan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pengemban logam. Selain itu, rongga dan saluran yang dimiliki zeolit mordenit mampu digunakan sebagai adsroben, penukar ion dan katalisator (Trisunaryanti dkk., 2005). Zeolit mordenit juga termasuk zeolit berpori besar yang memiliki stabilitas tinggi terhadap asam serta mampu mempertahankan strukturnya hingga suhu 800-900°C (Khalifa *et al*., 2018).

2.5 Sintesis TiO_2-zeolit Alam dengan Metode Sol-Gel

Sintesis TiO_2-zeolit alam dilakukan untuk memaksimalkan fungsi kerjanya terutama sebagai katalis di beberapa penelitian, salah satunya untuk mendegradasi limbah zat warna sintesis yang sulit diuraikan. Pada penelitian Wijaya dkk. (2006) mengenai fotodegradasi senyawa *alizarin S* menggunakan TiO_2-zeolit alam dengan menggunakan metode sol-gel diketahui bahwa senyawa *alizarin S* mampu teradsorpsi ke permukaan partikel fotokatalis dan disertai proses oksidasi fotokatalisis. Shankar *et al*. (2006) melaporkan bahwa zeolit mampu memperbesar *surface area* sehingga dapat memperkecil kemungkinan agregasi TiO_2 pada permukaannya, sehingga kapasitas adsorpsi fotokatalis semakin besar. Menurut Liu dkk. (2014) fotokatalis TiO_2-zeolit alam mampu digunakan berulang kali, setelah dilakukan regenerasi sebanyak lima kali tidak terjadi penurunan kapasitas adsorpsi secara signifikan dan bahkan cenderung lebih mudah dipisahkan dengan senyawa yang didegradasi. Semikonduktor TiO_2 dengan *supporting* zeolit dapat lebih meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya, dibandingkan TiO_2 tanpa zeolit. Hal ini dikarenakan zeolit mampu menyerap senyawa organik pada permukaan fotokatalis, sehingga lebih mudah mendegradasi polutan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

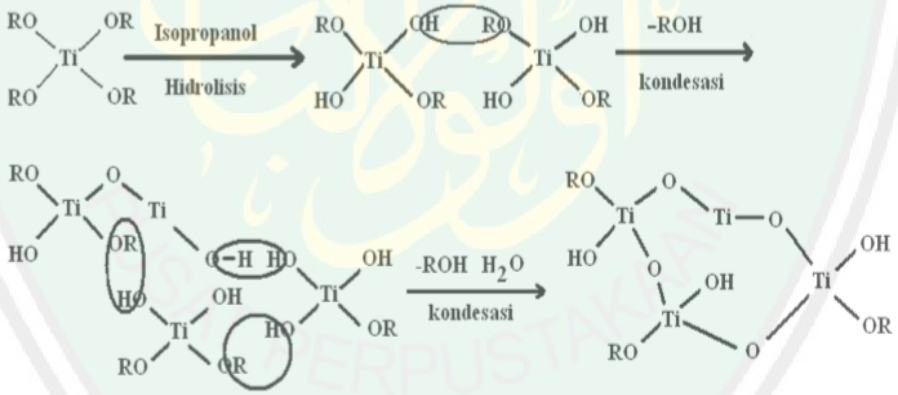
Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk mensintesis TiO_2. Keuntungan dari penggunaan metode sol-gel yaitu mudah, pencampuran dapat terjadi sempurna, fase yang dihasilkan homogen, diperolehnya kristal bubuk *nanosized* dengan kemurnian tinggi pada temperatur rendah dan lebih praktis, tidak memerlukan suhu tinggi. Metode ini merupakan salah satu "*wet method*" atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) (Liqun *et al*., 2005). Pada proses sol-gel, prekursor molekuler diubah menjadi partikel berukuran nano untuk membentuk suspensi koloid atau sol, selanjutnya koloid tersebut berikatan satu sama lain melalui polimerisasi membentuk gel. Polimerisasi membuat proses difusi kimia terus meningkat, kemudian gel tersebut dikeringkan dan dikalsinasi untuk menghasilkan bubuk (Phumying, 2010).

Sol merupakan suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Reaksi hidrolisis merupakan reaksi suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan yang menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan. Sedangkan gel (*gelation*) merupakan jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, di mana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. Pertumbuhan anorganik terjadi pada gel *point* yang memiliki energi ikat lebih rendah. Reaksi kondensasi adalah reaksi alkohol atau air yang menghasilkan *oxygen bridge* (jembatan oksigen) untuk mendapatkan metal oksida (Fernandez, 2011). Tahapan dari proses sintesis metode sol-gel ialah:

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

a. Hidrolisis dan kondensasi

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis ini dapat terjadi karena serangan atom oksigen dari molekul alkohol sehingga gugus (-OR) pada prekursor digantikan dengan gugus hidroksil (-OH). Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat (Fernandez, 2011). Reaksi kimia yang terjadi dapat dinyatakan pada persamaan 2.7 (Purnama, 2013).



(2.7)

Pada reaksi ini terjadi pertukaran proton dari molekul alkohol grup OH yang bermuatan parsial negatif ke logam (Ti) yang bermuatan parsial positif (-OR). Gugus hidroksil menempel ke atom logam (Ti) dengan menggantikan gugus pada prekursor bersamaan dengan eliminasi R-OH. Pada tahap kondensasi, molekul-molekul alkoksida yang telah terhidrolisis dalam bentuk group hidroksida (M-

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

OH) akan saling terhubung membentuk molekul-molekul logam yang lebih besar melalui reaksi berantai. Tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan senyawa hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan Ti-O-Ti. Kondensasi terjadi ketika senyawa hidrolisis saling bereaksi satu sama lain dan melepaskan molekul air dan alkohol. Kondensasi molekul hidroksida dengan proses eliminasi air membentuk terjadinya struktur gel dari logam hidroksida dengan reaksi dehidrasi.

b. Pematangan (*Aging*)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *aging*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan (Fernandez, 2011).

c. Dehidrasi

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi (Fernandez, 2011). Reaksi yang terjadi dinyatakan pada persamaan 2.8 dan 2.9.

Dehidrasi:

$$(OR)_3Ti - OH + (OR)_3Ti - OH \rightarrow (OR)_3Ti - O - Ti(OR)_3 + H_2O \qquad (2.8)$$

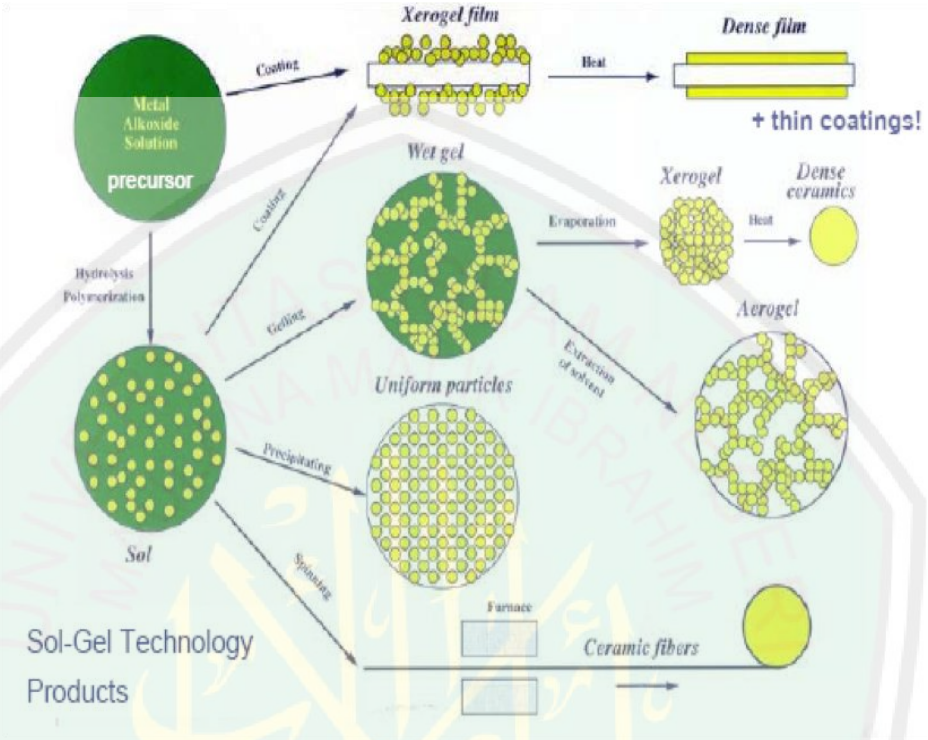
Dealkoholisasi:

$$(OR)_3Ti - OH + (OR)_3Ti - OR \rightarrow (OR)_3Ti - O - Ti(OR)_3 + ROH \qquad (2.9)$$

Proses pembuatan sol-gel dalam sintesis zeolit dilakukan untuk

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mendapatkan xerogel yang akan dijadikan serbuk dengan proses pemanasan (Widodo, 2010). Hal ini dijelaskan dalam Gambar 2.5.



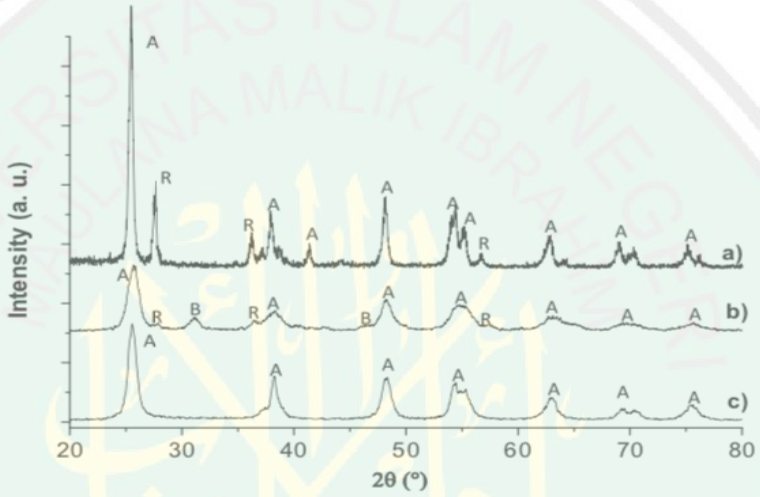
Gambar 2.5 Proses Sol-Gel (Widodo, 2010)

Kualitas bubuk menggunakan sol-gel sangat berkaitan dengan kecepatan proses hidrolisis dan kondensasi. Proses hidrolisis yang lebih lambat dan terkontrol akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan karakteristik yang unik. Parameter-parameter yang perlu dikontrol yaitu konsentrasi air/alkohol/prekursor, pH larutan, temperatur proses, pemilihan prekursor (struktur molekul, karakteristik ikatan) (Heung *et al.*, 2018).

Escobar (2010) melakukan penelitian terkait penambahan asam terhadap proses sintesis TiO_2, dengan melakukan perbandingan antara penambahan asam klorida (HCl) dan asam asetat (CH_3COOH), dapat dilihat hasil difraktogram pada Gambar 2.6 dengan preparasi penambahan asam asetat menghasilkan hampir

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

100% berada pada fasa kristal anatas. Hal ini dijelaskan bahwa penambahan asam pada preparasi sintesis dapat berfungsi sebagai inhibitor pada proses hidrolisis-kondensasi, dan sebagai ligan pada polimer dari prekursor yang dapat mengarahkan pada fasa kristal tunggal, yaitu anatas. Isopropanol sebagai pelarut dengan penambahan zat aditif asam asetat glasial, dapat dilakukan pada sintesis TiO_2 dengan metode sol-gel.



Gambar 2.6 Difraktogram XRD (a). TiO_2-P25; (b) TiO_2-HCl; (c) TiO_2-CH_3COOH (Escobar, 2010)

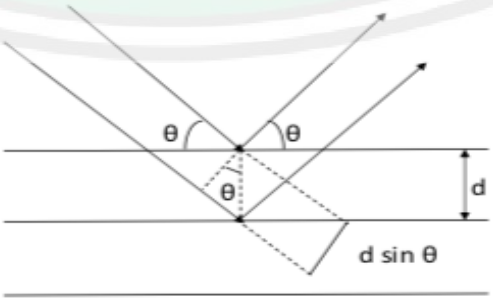
Pada penelitian Liu (2014) mendapatkan hasil karakterisasi dari sintesis fotokatalis TiO_2 dengan menggunakan metode sol-gel bahwa pada suhu 550°C menunjukkan bahwa TiO_2 berada pada fasa anatas pada puncak difraksi XRD dengan 2θ (°) = 25,3; 37,8; 47,9; 54,9; 62,5; 68,9; 70,2; dan 75,1. Alwash dkk. (2012) mengatakan bahwa sintesis fotokatalis TiO_2 dengan menggunakan metode impregnasi tidak ada *peak* yang muncul pada daerah serapan khas yang dimiliki oleh fasa anatas dengan suhu kalsinasi 550°C. Penelitian yang dilakukan oleh Rilda dkk. (2010) mengatakan bahwa sintesis fotokatalis TiO_2 dengan menggunakan metode sol gel menunjukkan bahwa pada suhu 500°C intensitas

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

anatas lebih tinggi dibandingkan suhu 400°C. Sedangkan jika suhu kalsinasi ditingkatkan pada suhu 600°C kristal rutil mulai terbentuk (Huang *et al*., 2007). Oleh karena itu, metode sol-gel dianggap metode sintesis TiO_2-zeolit yang lebih efisien.

2.6 *X-ray Diffraction* (XRD)

X-ray diffraction (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur dan kristalinitas dalam material dengan cara menentukan parameter kisi. Pola difraksi yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif yang bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Pola difraksi setiap padatan kristalin adalah khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter, dan operasi simetri pada sturktur material tersebut. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Rofiatun, 2013). Prinsip dasar XRD adalah hamburan sinar X yang mengenai bidang-bidang dalam kristal yang tersusun secara teratur dan berulang (Gambar 2.7). Berdasarkan gambar 2.8, bidang-bidang yang berjarak *d hkl* akan menghamburkan sinar-X yang mengenainya dengan sudut difraksi tertentu sesuai persamaan Bragg (Ismunandar, 2006).



Gambar 2.7. Ilustrasi pantulan Bragg oleh atom-atom dalam kristal

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Menurut Hukum Bragg, kristal terdiri atas bidang-bidang datar (kisi kristal) yang masing-masing berfungsi sebagai cermin semi transparan. Jika sinar-X ditembakkan pada tumpukan bidang datar tersebut, maka beberapa akan dipantulkan oleh bidang tersebut dengan sudut pantul yang sama dengan sudut datangnya, seperti pada ilustrasi diatas (Gambar 2.7). Sedangkan sisanya akan diteruskan menembus bidang. Perumusan secara matematik dapat dikemukakan dengan menghubungkan panjang gelombang sinar-X, jarak antar bidang dalam kristal dan sudut difraksi (Park *et al*., 2004):

$$n.\lambda = 2.d.sin\theta \quad (2.10)$$

Keterangan:

Lamda (λ) : panjang gelombang sinar-X

d : jarak antar kisi kristal

θ : sudut datang sinar

n = 1, 2, 3, dan seterusnya adalah orde difraksi.

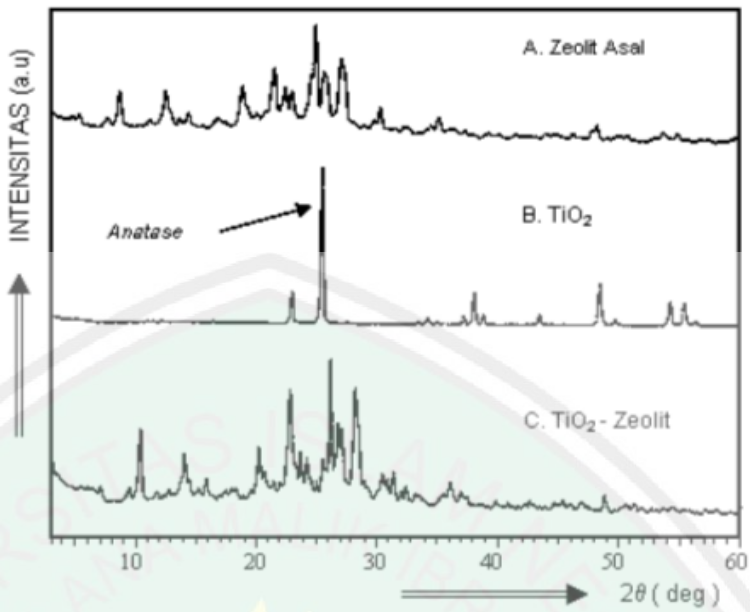
Persamaan Bragg tersebut digunakan untuk menentukan parameter sel kristal. Setiap kristal memiliki bidang-bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas yaitu pada Indeks Miller tertentu (Rofiatun, 2013). Sinar-X yang dihamburkan oleh bidang miller tertentu akan memberikan interferensi gelombang yang saling menguatkan (konstruktif) dan saling meniadakan (destruktif). Pola difraksi konstruktif dan destruktif ini khas untuk masing-masing kristal, sehingga analisis XRD akan memberikan pola difraktogram yang khas pula (Rofiatun, 2013).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Instrumentasi XRD serbuk digunakan sebuah detektor, biasanya tabung Geiger-Muller atau detektor sintilasi untuk mengukur posisi berkas terdifraksi. Detektor melakukan *scan* ke sekeliling sampel melalui suatu lingkaran yang memotong kerucut difraksi pada berbagai puncak difraksi. Intensitas sinar-X, terdeteksi sebagai fungsi sudut difraksi 2θ. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang 2θ tertentu (Ismunandar, 2006).

Pada penelitian Utubira (2006) hasil difraktogram dari karakterisasi XRD pada TiO_2 yang diembankan ke dalam zeolit tidak terlihat refleksi TiO_2 secara jelas di daerah 2θ (°) = 20 sampai 25 seperti pada Gambar 2.8. Hal ini mungkin disebabkan oleh tumpang tindihnya refleksi TiO_2 dengan zeolit. Namun pada difraktogram terlihat puncak-puncak kecil yang mungkin disebabkan oleh refleksi TiO_2 anatas pada daerah 2θ (°) = 35,78; 48,54; dan 56,91 dengan jarak *d* = 2,50; 1,87 dan 1,61 °A (difraktogram C) yang sebelumnya tidak muncul pada difraktogram (A).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.8 Difraktogram XRD (a) Zeolit alam; (b) TiO_2; (c) TiO_2-zeolit (Utubira, 2006)

2.7 *X-Ray Fluorescence* (XRF)

XRF adalah alat yang digunakan untuk menganalisis unsur dalam suatu material secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip kerja analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X. Hasil analisis kualitatif pada XRF dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam sampel. sedangkan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur-unsur dalam bahan tersebut (Iswani, 1988).

Hasil analisis XRF dari zeolit alam yang telah mengalami sejumlah perlakuan preparasi dan aktivasi dapat diketahui dari penelitian Setiadi dan Pertiwi (2007) yang menunjukkan bahwa kandungan alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2) yang merupakan komponen utama pembentuk rangka (*framework*) dari zeolit alam memiliki persentase sebesar 10,2816 % (wt) untuk alumina dan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

53,2322 % (wt) untuk silika. Data hasil analisis XRF zeolite alam juga ditunjukkan melalui penelitian Botianovi (2012) pada tabel 2.1 berikut:

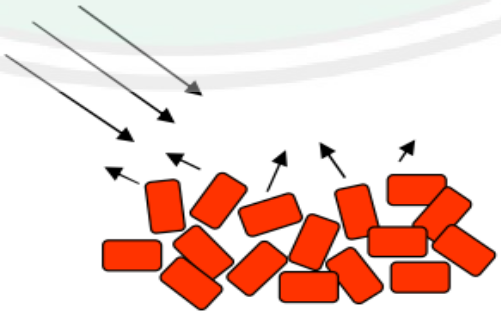
Tabel 2.1 Hasil analisis XRF zeolit alam

Rumus Kimia	Wt %	Rumus Kimia	Wt %
Al	13	Mn	1,27
Si	49,9	Fe	25,3
S	0,31	Ni	0,04
K	0,34	Cu	0,097
Ca	4,26	Zn	0,33
Ti	1,28	En	0,3
V	0,04	Re	0,008
Cr	0,064	Pb	0,23

Sumber: Botianovi (2012)

2.8 UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) digunakan untuk mengetahui energi celah pita dan daerah serapan sinar. Sampel bubuk pada Gambar 2.9, permukaan dari partikel-partikel dengan ukuran kecil dapat menghasilkan refleksi berulang-ulang (*multiple reflection*) yang disebut "*Diffuse Reflectance*". Spektra yang dihasilkan dari proses ini disebut dengan *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) (Jentoft, 2004).



Gambar 2.9 Orientasi kristal yang random dengan refleksi sinar (Purnama, 2013)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Analisis karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) dilakukan untuk mengetahui lebar celah pita material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada panjang gelombang 195-800 nm. Analisis data dilakukan dengan mengubah persentase reflektansi (%R) yang diperoleh menjadi reflektasi (R) kemudian dihitung nilai (FR) sesuai persamaan Kubelka-Munk (Jentoft, 2004). Persamaan Kubelka-Munk memiliki hubungan dengan parameter k (koefisien absorbansi molar) dan s (koefisien hamburan reflektansi difusi), F(R) = k/s (Morales *et al*, 2007).

Perhitungan dilakukan pada setiap sampel dengan menggunakan metode Kubelka-Munk di mana *energy band gap* ditentukan dari spektra tersebut dengan membuat plot antara $(F(R).hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu y) vs energi foton (hv) (sebagai sumbu x). Energi foton (hv) bisa hitung dari data panjang gelombang yang terukur, di mana E (eV) = hc/ λ. Energi celah pita ditentukan dengan cara menarik garis linear yang melewati daerah tersebut. Energi *band gap* semikonduktor adalah besarnya hv pada saat $(F(R).hv)^{1/2} = 0$, yang diperoleh dari persamaan regresi linear kurva tersebut (Abdullah dan Khairurijal, 2010).

Farzaneh *et al*. (2016) melakukan karakterisasi fotokatalis TiO_2-zeolit alam dengan menggunakan UV-vis *Diffuse Reflectance Spectra* (DRS) yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar 2.10. Pada hasil tersebut menunjukkan bahwa katalis TiO_2-zeolit alam mampu menyerap dengan baik UV dan cahaya tampak. Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa sampel TiO_2-zeolit alam, tidak seperti TiO_2 P25 komersial, menunjukkan absorbansi dalam rentang cahaya UV yang menunjukkan potensinya untuk diaktifkan oleh cahaya tampak. Penentuan celah

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pita dari spektrum UV-Vis adalah metode alternatif untuk mempelajari modifikasi sifat elektronik dari spesies yang disintesis. Struktur pita energi adalah faktor kunci yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik katalis (Zhong *et al.*, 2016). Celah pita komposit didapatkan dari persamaan Tauc menggunakan data absorpsi:

$$\alpha = \alpha_0 (h\nu - Eg)^n / h\nu \quad (2.11)$$

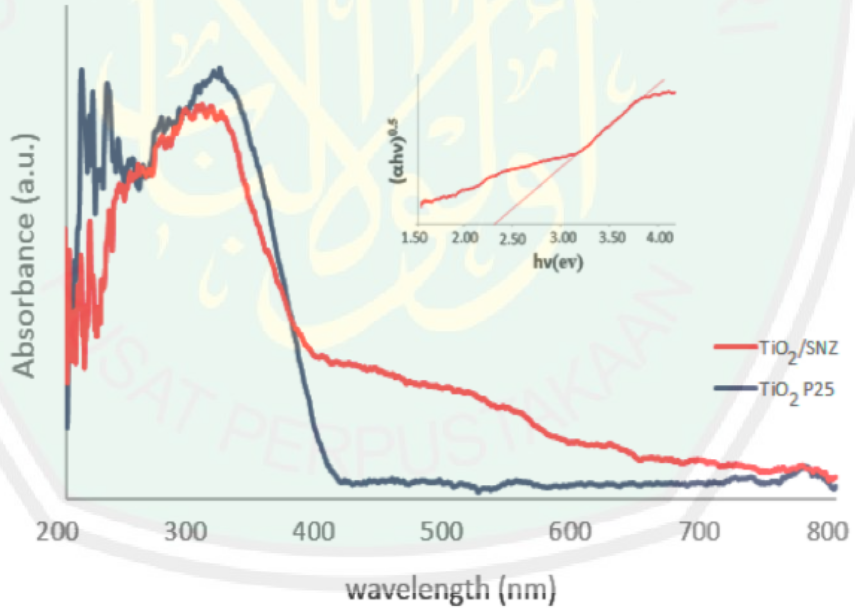
Dengan α : koefisien absorpsi

α_0 : konstanta koefisien absorsi linear

hv : energi foton

Eg : celah pita optis

n : nilai tergantung pada jenis transisi elektronik (nilai antara 0,5 dan 3)



Gambar 2.10. Spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectra* pada TiO_2-P25 dan TiO_2-Zeolit alam (Farzaneh *et al.*, 2016)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III
METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan September-Nopember 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, *hot plate*, *magnetic stirrer*, neraca analitik, oven, *X-ray Diffraction* (XRD), UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS), UV Reaktor, lampu UVA (380-315nm) dan Spektrofotometer UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah indigosol biru, zeolit alam, isopropanol (*p.a*), HCl 6 M, asam asetat glasial (*p.a*), titanium (IV) isopropoksida (Sigma Aldrich), $NaNO_2$ (*p.a*), pH universal (Merck), dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah untuk megetahui karakteristik struktur dan serapan sinar dan energi celah pita TiO_2 yang dilapiskan pada zeolit dengan konsentrasi perbandingan 10:90% menggunakan metode sol-gel. Suhu kalsinasi 550°C. TiO_2/zeolit alam yang dihasilkan akan dikarakterisasi struktur

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dan serapan sinarnya dengan XRD dan UV-Vis DRS. Fotokatalis TiO_2/zeolit alam digunakan untuk proses fotodegradasi indigosol biru dengan konsentrasi 50 ppm. Fotodegradasi dilakukan dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam sebanyak 0, 10, 20, 40, 80 mg dengan masing-masing 25 mL indigosol biru dengan variasi konsentrasi indigosol biru awal 200, 400, 600, 800, dan 1000 mg/L menggunakan lama penyinaran sinar UV selama 15, 30, 60, 120, 240 menit.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Aktivasi Zeolit Alam
2. Sintesis TiO_2-zeolit alam metode sol-gel dengan perbandingan konsentrasi 10:90%
3. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD dan UV-Vis DRS.
4. Fotodegradasi indigosol biru menggunakan TiO_2-zeolit alam dengan variasi
5. Perbandingan massa katalis, variasi konsentrasi indigosol biru dan lama waktu penyinaran UV.
6. Uji aktivitas dilakukan dengan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis.
7. Analisis Data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam diayak hingga lolos penyaring berukuran 250 mesh. 100 gram zeolit hasil ayakan direndam menggunakan HCl 6 M sebanyak 400 mL (tanpa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pengaduk) selama 4 jam. Kemudian endapan disaring dengan menggunakan kertas Whatman 42 dan dicuci dengan akuades sambil diaduk sampai pH netral. Sampel zeolit dikeringkan selama 12 jam pada suhu 80°C dan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam.

3.5.2 Sintesis TiO_2-zeolit Alam dengan Metode Sol-Gel

Sintesis TiO_2 teremban zeolit alam dilakukan dengan prekursor Titanium (IV) isopropoksida (TIP), sebanyak 5,72 mL TIP ditambahkan ke dalam 34,32 mL isopropanol, diaduk dengan *stirrer* selama 30 menit untuk menghasilkan larutan TIP. Larutan TIP dalam isopropanol ditambahkan kedalam 5,71 mL CH_3COOH (asam asetat glasial), kemudian diaduk dengan *stirrer* sampai larutan menjadi gel. Kemudian gel ditambahkan pada zeolit alam 13,5 gram dalam 100 mL akuades sambil diaduk dengan *stirrer* selama 4 jam. Larutan didiamkan selama 24 jam untuk proses *aging* atau pematangan. Kemudian larutan disaring lalu dikeringkan dengan suhu 100°C pada oven selama 3 jam untuk proses dehidrasi. Hasil pengeringan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam. Bubuk fotokatalis yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi.

3.5.3 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. Difraktometer yang digunakan adalah XRD merk Philp, tipe: X'pert Pro. Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, terisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan radiasi Cu-Kα. Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pada rentang 5-90°. Data yang diperoleh dari karakterisasi denagn XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO_2 anatas (JCPDS No. 211272) untuk mengetahui karakteristik dari TiO_2 setelah diembankan pada zeolit alam. Proses *refinement* juga akan dilakukan terhadap XRD menggunakan program Rietica untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel rata-rata TiO_2 hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*:

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \quad (3.1)$$

Dimana, D = ukuran partikel (nm)

λ = panjang gelombang radiasi

K = konstanta (0,9)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM)

Sehingga, akan didapatkan ukuran rata-rata partikel TiO_2 hasil sintesis.

3.5.4 Karakterisasi dengan *X-Ray Fluoroscence* (XRF)

Karakterisasi dengan XRF dilakukan terhadap sampel zeolit alam sebelum dan sesudah aktivasi. Sampel yang dikarakterisasi dihaluskan, kemudian diletakkan dalam tempat sampel (*sample holder*). Selanjutnya, sampel disinari dengan sinar-X.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.5 Karakterisasi dengan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) dilakukan untuk mengetahui serapan sinar dari material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektensinya pada 200-600 nm. Energi celah pita dari sampel ditentukan dengan ekstrapolasi plot (K-M hv)$^{1/2}$ vs energi foton (*hv*) sesuai dengan pendekatan teori Kubelka-Munk dapat dilihat pada persamaan 3.2.

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s} \quad (3.2)$$

Dengan F(R) : Faktor Kubelka-Munk
k : koefisien absorbansi molar
s : koefisien *sctattering*
R : nilai reflektan yang diukur

3.5.6 Uji Aktivitas Zat Warna Indigosol Biru

3.5.6.1 Pembuatan Larutan Induk Indigosol Biru

Pembuatan larutan induk indigosol biru dilakukan dengan melarutkan 250 mg indigosol biru murni dengan kloroform dalam labu ukur 250 mL kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas, kemudian dihomogenkan. Sehingga diperoleh larutan induk indigosol biru 1000 mg/L. Untuk mengurangi biodegradasi larutan induk indigosol biru, larutan disimpan dalam lemari es.

3.5.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{max})

Larutan induk indigosol biru 1000 mg/L diukur λ_{max} nya dalam spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang antara 400-700 nm dengan larutan blanko berupa aquades dan diketahui λ_{max} dari larutan indigosol biru.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.6.3 Pembuatan Larutan dan Kurva Standar Indigosol Biru

Dibuat larutan standar indigosol biru dengan konsentrasi 200, 400, 600, 800, 1000 mg/L dan dimasukkan ke dalam 5 buah labu ukur 50 mL dengan volume masing-masing 10; 20; 30; 40; dan 50 mL. Diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.5.7 Fotodegradasi Indigosol Biru menggunakan TiO_2-zeolit Alam

3.5.7.1 Fotoderadasi Indigosol Biru dengan Variasi Massa Katalis

Sebanyak lima buah Erlenmeyer 100 mL masing- masing diisi dengan 25 mL indigosol biru 600 mg/L dan ditambahkan massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% masing-masing sebesar 0, 10, 20, 40 dan 80 mg. Lalu dimasukkan ke dalam UV reaktor dengan menggunakan lampu UVA (380nm) selama 60 menit. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi indigosol biru menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang optimum.

3.5.7.2 Fotoderadasi Indigosol Biru dengan Variasi Lama Penyinaran

Sebanyak lima buah Erlenmeyer 100 mL masing- masing diisi dengan 25 mL indigosol biru 600 mg/L dan ditambahkan massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90%, lalu dimasukkan ke dalam UV reaktor dengan menggunakan lampu UVA (380nm) masing-masing selama 15, 30, 60 dan 120 menit. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi indigosol biru menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang optimum.

3.5.7.3 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Konsentrasi

Sebanyak lima buah Erlenmeyer 100 mL masing- masing diisi dengan 25 mL indigosol biru dengan variasi konsentrasi 200; 400; 600; 800; 1000 mg/L dan ditambahkan massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% pada masing-

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

masing Erlenmeyer. Lalu dimasukkan ke dalam UV reaktor menggunakan lampu UVA (380nm) dengan lama waktu penyinaran optimum (menit). Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi indigosol biru menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang optimum.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Tahapan preparasi dan aktivasi dilakukan untuk mengurangi ataupun menghilangkan ion pengotor yang ada dalam zeolit alam yang akan digunakan. Menurut Chong dkk. (2009) mineral alam yang akan digunakan untuk sintesis senyawa komposit harus diaktivasi terlebih dahulu untuk meminimalisir terjadinya reaksi dengan logam pengotor dalam mineral alam sehingga tidak mempengaruhi sifat fisika maupun sifat kimia dari komposit yang dihasilkan. Zeolit alam yang akan diaktivasi perlu dilakukan preparasi melalui pengayakan zeolit menggunakan ayakan 250 mesh untuk menyeragamkan ukuran zeolit.

Perendaman zeolit dilakukan menggunakan larutan HCl 6 M yang bertujuan untuk mengurangi/menghilangkan ion pengotor serta menyeragamkan kation penyeimbang dalam zeolit alam. Penggunaan HCl dalam proses aktivasi zeolit alam dikarenakan menurut penelitian Botianovi (2012) kandungan logam pengotor terbesar dalam zeolit alam adalah logam Fe (besi) dengan presentase sebesar 25,3%. Zeolit alam yang direndam pada HCl 6 M selama 4 jam menghasilkan filtrat berwarna kuning, menurut Svehla (1990) filtrat berwarna kuning diduga dari hasil pelarutan logam pengotor Fe (besi). Setelah dilakukan perendaman pada HCl 6 M yang bersifat asam, zeolit dicuci dengan akuades hingga pH filtrat netral. Kemudian disaring dan dilanjutkan dengan pengeringan dalam oven pada suhu 80°C selama 12 jam untuk menghilangkan pelarut dan pengotor lainnya, selanjutnya dikalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam untuk mendekomposisi senyawa organik dan membentuk fasa kristal.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

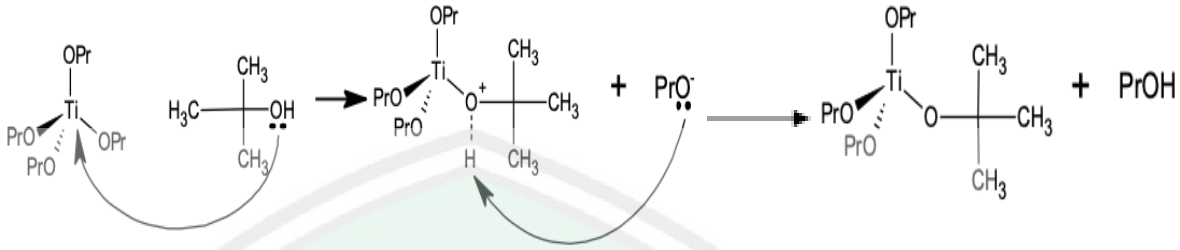
4.2 Sintesis TiO_2-zeolit Alam dengan Metode Sol-Gel

Sintesis TiO_2-zeolit alam yang dilakukan dengan metode sol-gel menggunakan titanium isopropoksida (TIP) sebagai prekursor. Metode sol-gel digunakan karena dianggap memiliki homogenitas yang cukup tinggi pada sintesisnya. Reaksi hidrolisis dimulai dengan penyerangan TIP oleh molekul air. Titanium dalam prekursor TIP merupakan asam lewis kuat, sehingga mudah terhidrolisis oleh air, sehingga laju hidrolisisnya sangat cepat dan sulit dikontrol, oleh karena itu digunakan isopropanol untuk mengurangi laju hidrolisisnya dan juga berfungsi sebagai pelarut yang dapat melawan air sebagai nukleofil yang mana nukleofilitas isopropanol lebih lemah daripada air (Fessenden dan Fessenden, 1986). Selain itu, isopropanol digunakan karena setelah proses hidrolisis dapat mengalami pengendapan sehingga menghasilkan gel yang lebih kaku, dibandingkan dengan etanol atau metanol yang menghasilkan koloid setelah proses hidrolisis, faktor keruahan dari isopropanol juga dapat lebih optimal untuk menghasilkan jaringan polimer (Leaustic, dkk., 1988). Kemudian asam yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam asetat (CH_3COOH) yang dapat berperan sebagai nukleofil yang akan mengganti satu gugus isopropoksi pada TIP menjadi gugus asetat, sehingga membentuk monomer ($Ti(OC(CH_3)_3(OAc)$. Hal ini diakibatkan karena gugus isopropoksi kurang kuat sebagai ligan jika dibandingkan dengan ligan asetat, yang mana ligan asetat memiliki kemampuan untuk membentuk ligan jembatan (*bridging*), sehingga mengakibatkan tahap hidrolisis dengan air hanya gugus isopropoksi yang dapat dengan mudah lepas sedangkan ligan asetat tetap terikat pada titanium (Ti) (Nguyen, dkk., 2004). Mekanisme pembentukan jaringan polimer (gel) pada saat proses sintesis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

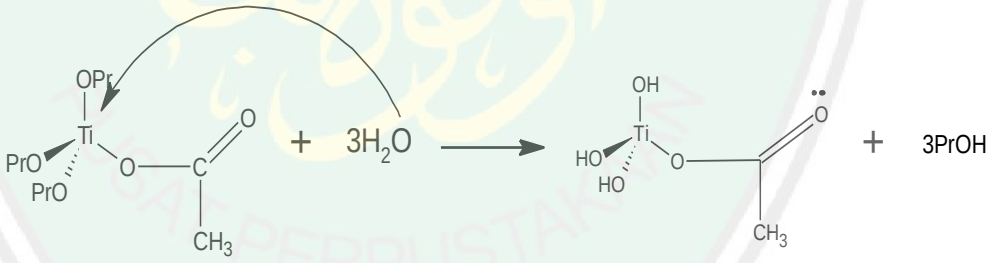
ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2.

Ilustrasi 1



Ilustrasi 2

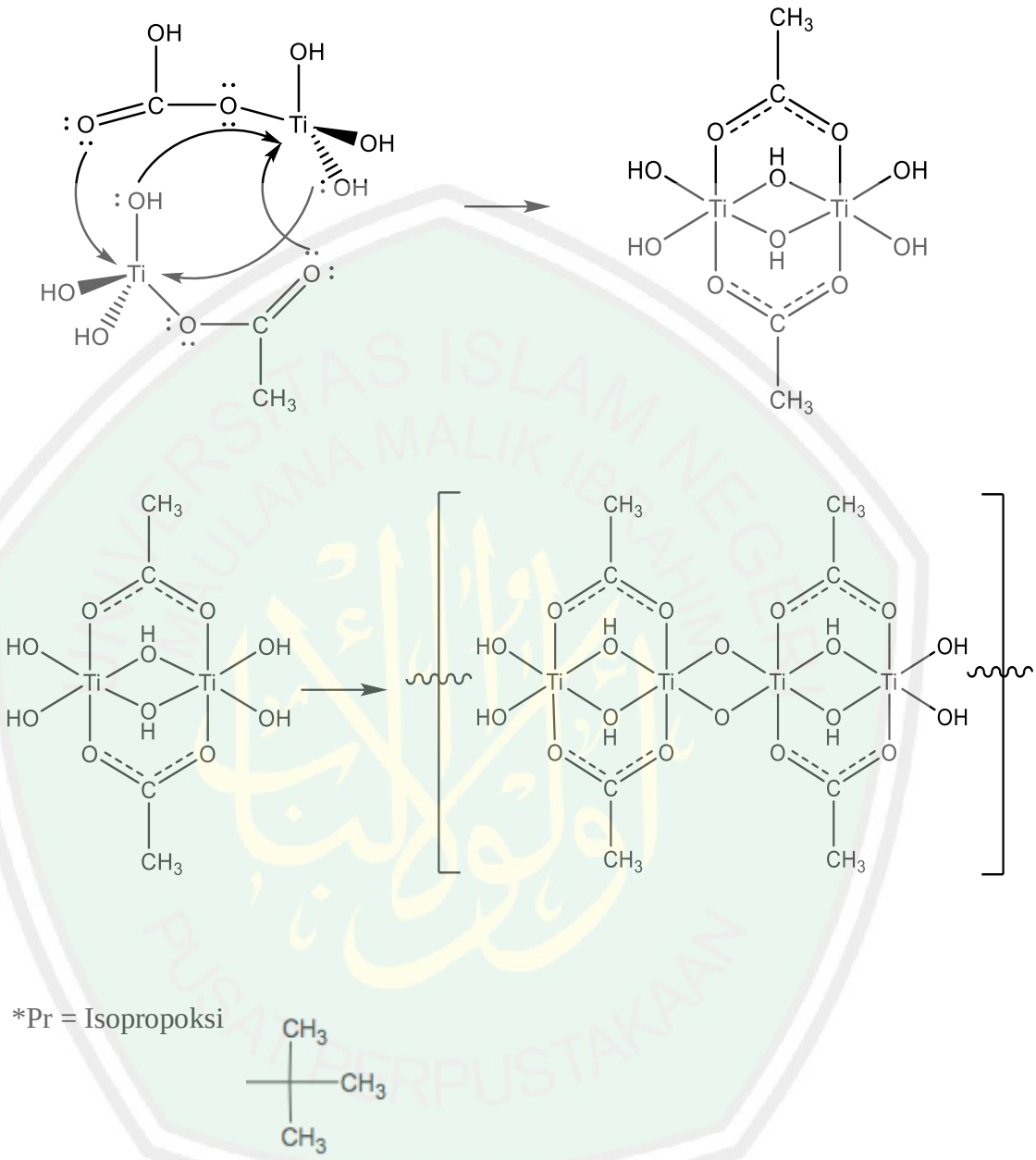
Ilustrasi 3



Gambar 4.1 Ilustrasi (1) Mekanisme reaksi pelarutan menggunakan isopropanol; (2) Penambahan asam asetat; (3) Hidrolisis menggunakan air (Leaustic, dkk., 1988; Fessenden dan Fessenden, 1986).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Ilustrasi 4



Gambar 4.2 Ilustrasi (4) Mekanisme reaksi pembentukan gel (polimerisasi) TiO_2 dengan metode sol-gel (Livage, dkk., 1988; Nolan, dkk., 2010; Brinker dan Scherer, 1990; Babounneau, dkk., 1988).

Berdasarkan ilustrasi reaksi di atas menggambarkan kondisi hidrolisis yang asam memungkinkan muatan negatif gugus alkoksida terprotonasi oleh H^+ dan mengakibatkan muatannya lebih positif. Muatan gugus alkoksida yang lebih

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

positif menyebabkan atom pusat yaitu ion logam Ti menolak gugus alkoksida dan cenderung berikatan dengan gugus –OH sehingga menghasilkan produk dalam bentuk monomer $Ti(OH)_3(OAc)$. Pada tahap selanjutnya yaitu polimerisasi, terjadi reaksi penggabungan antara monomer $Ti(OH)_3(OAc)$ dengan monomer $Ti(OH)_3(OAc)$ yang lainnya membentuk dimer $Ti_2(OH)_6(OAc)_2$ yang selanjutnya penggabungan dimer secara berkelanjutan yang membentuk rantai polimer.

Gel hasil sintesis material TiO_2 diembankan dalam zeolit teraktivasi melalui pencampuran material TiO_2 ke dalam suspensi zeolit yang dilakukan dengan metode sol-gel dan kalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam (Chong, dkk., 2009). Zeolit yang digunakan merupakan zeolit alam dikarenakan mempunyai aktivitas katalitik yang tinggi, mempunyai porositas yang luas, serta menyebabkan katalis tidak mudah menggumpal (Yustira, dkk. 2015). Sintesis TiO_2-zeolit alam ini menggunakan variasi dengan komposisi masing-masing 10:90%. Proses sintesis dengan adanya pengembanan dengan zeolit tersebut membentuk jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan. Selain itu, pada tahapan ini dapat terjadi proses kondensasi maupun polimerasi yang lebih optimal untuk menghasilkan lebih banyak jaringan polimer Ti-O-Ti yang ditandai dengan semakin kaku gel yang terbentuk seiring dengan penambahan zeolit sebagai material penyangga.

Tahapan kalsinasi merupakan tahapan akhir yang dilakukan untuk menghilangkan kemungkinan masih adanya molekul organik dari produk akhir yang dihasilkan, sekaligus menyelesaikan tahapan kristalisasi atau mengubah bentuk amorf Ti-O-Ti menjadi kristalin TiO_2 (Su, dkk., 2004). Menurut Chong dan Jin (2012), proses kalsinasi juga bertujuan untuk pembentukan ikatan antara

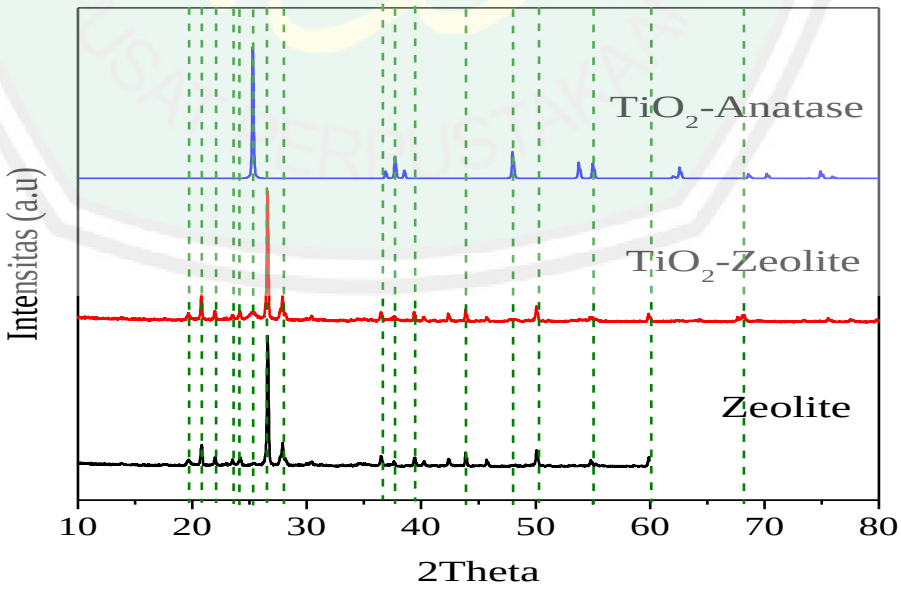
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Ti-O-Ti dengan mineral zeolit alam menghasilkan ikatan Ti-O-Si.

Berdasarkan hasil sintesis dan pengembanan yang telah dilakukan, didapatkan hasil sintesis sebelum dikalsinasi berwarna putih keabu-abuan menjadi warna putih kecokelatan setelah dilakukan kalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam. Hal ini dimungkinan adanya kandungan Fe (besi) sebagai pengotor yang masih terkandung dalam zeolit alam sehingga menghasilkan warna putih kecokelatan.

4.3. Karakterisasi Hasil Sintesis TiO_2-zeolit Alam

Material TiO_2-zeolit alam yang telah dikalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam dilakukan karaktersisi dengan menggunakan alat instrumen berupa *X-Ray Diffraction* (XRD) dan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS). Hasil karakterisasi dengan XRD pada TiO_2 yang telah diembankan pada zeolit alam ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Difraktogram hasil spektra TiO_2-Zeolit alam

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Puncak khas TiO_2 teridentifikasi dengan intensitas puncak tertinggi pada posisi 2θ: 25,29° sedangkan intensitas puncak yang relatif tinggi pada 2θ: 27° adalah puncak khas mordenit (zeolit), nilai 2θ keduanya memiliki puncak difraktogram yang berdekatan sehingga sulit dibedakan.

Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan terhadap zeolit sebelum dan sesudah aktivasi untuk mengetahui kandungan unsur serta persentase pengotor dalam kerangka maupun permukaan zeolit alam.

Tabel 4.1 Hasil XRF zeolit alam sebelum dan sesudah aktivasi

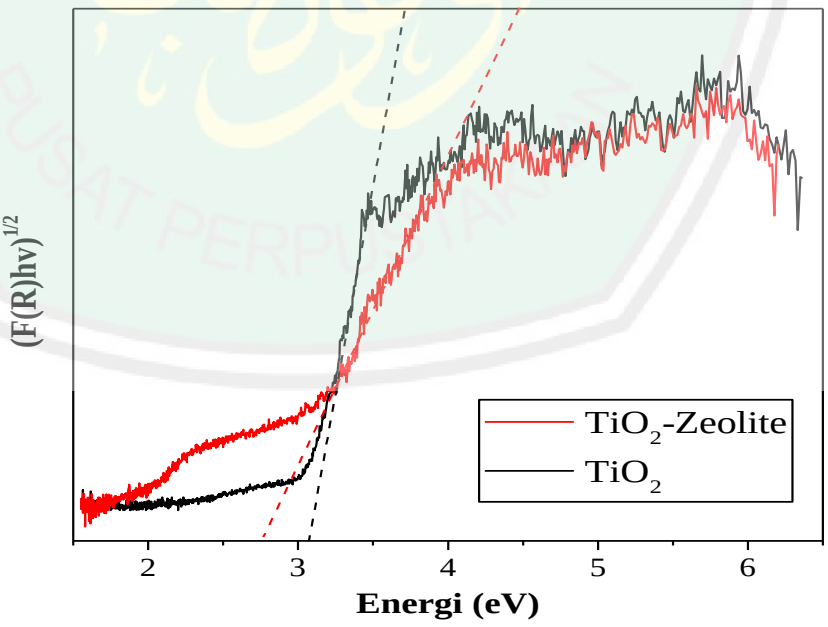
Unsur	Sebelum Aktivasi (% massa)		Setelah Aktivasi (% massa)	
	Tanpa Helium	Helium*	Tanpa Helium	Helium*
Si	58,6	57,3	71,3	65,3
Al	-	7,28	-	9,44
K	11	10,6	7,78	6,56
Mg	-	0,3	-	-
Ca	11,3	11,1	3,95	3,08
Ti	1,3	0,96	2,70	2,33
V	0,02	0,28	0,03	0,26
Cr	-	1,1	0,085	0,63
Mn	-	7,1	0,14	4,5
Ba	0,08	4,0	-	-
Fe	15,3	-	13,1	-
Cu	0,13	-	0,14	-
Zn	0,04	-	0,15	-
Eu	0,3	-	0,4	-
Re	0,2	-	0,2	-

Pada Tabel 4.1 diketahui bahwa kandungan utama zeolit alam adalah Si/Al dengan logam pengotor utama Fe. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF tersebut, aktivasi yang dilakukan tanpa menggunakan perendaman dengan larutan asam HCl mampu mengurangi jumlah kandungan logam Fe (besi) dengan persentase logam Fe dari 15,3% menjadi 13,1% yang terkandung dalam zeolit alam.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

sejumlah logam lainnya seperti Mn, Eu, Cr, V, Zn dan Cu juga diketahui mengalami penurunan persentase, sehingga dapat dikatakan bahwa aktivasi yang dilakukan mampu mengurangi sejumlah logam dalam zeolit alam yang akan digunakan.

Karakterisasi fotokatalis TiO_2-zeolit alam menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) adalah untuk menentukan energi celah fotokatalis TiO_2-zeolit alam hasil sintesis. Pengaruh penambahan zeolit alam dapat merubah energi celah pita fotokatalis, energi celah pita pada TiO_2 murni yaitu sebesar 3,28 eV (Gunlazuardi, 2000) sedangkan berdasarkan penelitian (Sakti, 2019) energi celah pita hasil sintesis TiO_2 yaitu sebesar 3,07 eV. Pada sintesis fotokatalis TiO_2-zeolit didapatkan energi celah pita sebesar 2,62 eV. Hasil karakterisasi dengan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) pada TiO_2 yang telah diembankan pada zeolit alam ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectra* pada TiO_2-P25 dan TiO_2-Zeolit alam.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

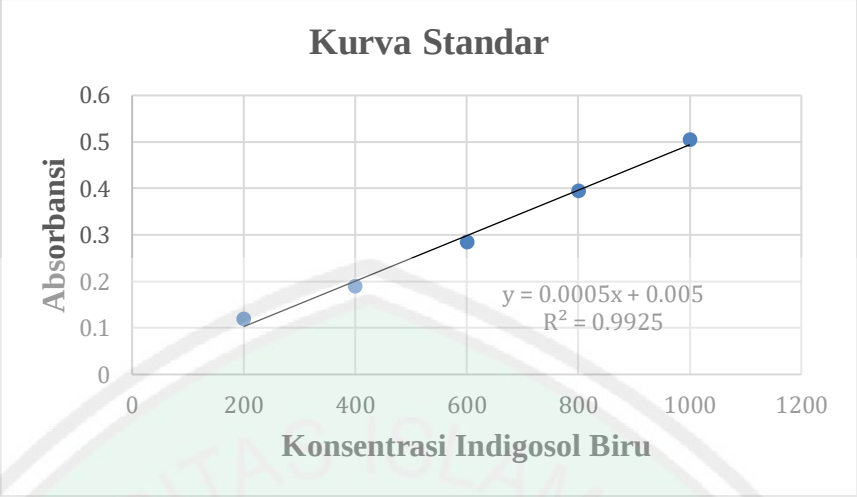
4.4 Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Indigosol Biru

Larutan indigosol biru yang dibuat dengan konsentrasi 1000 ppm diukur panjang gelombang serapan maksimumnya pada panjang gelombang 400-800 nm. Berdasarkan hasil data yang direkam oleh alat UV-Vis Spektrofotometer didapatkan puncak maksimum pada panjang gelombang 625 nm, sesuai dengan data *screening* panjang gelombang yang dapat dilihat pada Lampiran 10. Dengan demikian dapat diambil kesimpulan bahwa panjang gelombang serapan maksimum indigosol biru berada pada 625 nm, panjang gelombang maksimum ini mendekati dengan hasil penelitian dari Laksmi, dkk. (2013) didapatkan panjang gelombang maksimum 640 nm dan Lestari, dkk (2019) dengan panjang gelombang 677 nm. Sehingga pengukuran selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang 625 nm untuk menentukan absorbansi zat warna indigosol biru pada berbagai konsentrasi.

4.4.1 Penentuan Kurva Kalibrasi Standar

Penentuan kurva kalibrasi standar bertujuan untuk menentukan hasil pengukuran absorbansi hasil degradasi indigosol biru menggunakan fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90%, sehingga presentase hilangnya warna indigosol dapat ditentukan. Adapun persamaan yang dihasilkan adalah y = 0,0005x + 0,005.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

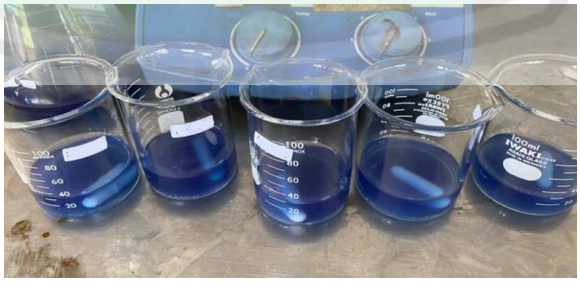


Gambar 4.5 Kurva Standar Indigosol Biru

4.4.2 Uji Aktivitas Zat Warna Indigosol Biru

4.4.2.1 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Massa Fotokatalis

Penentuan massa katalis optimum dilakukan dengan membuat variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% yang dipergunakan sebagai fotokatalis dalam proses degradasi zat warna indigosol biru. Variasi massa yang dilakukan adalah 0, 10, 20, 40 dan 80 mg dengan menggunakan lama penyinaran masing-masing sampel selama 60 menit waktu reaksi. Hasil degradasi zat warna indigosol biru pada variasi massa katalis TiO_2-zeolit alam 0, 10, 20, 40, dan 80 mg ditampilkan pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7.



Gambar 4.6 Larutan indigosol biru 600 ppm sebelum didegradasi dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90%.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

0 mg 10 mg 20 mg 40 mg 80 mg

Gambar 4.7 Larutan indigosol biru 600 ppm setelah didegradasi dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90%.

Berdasarkan Gambar 4.7 di atas diperoleh hasil yang optimum adalah 20 mg mengalami penurunan konsentrasi larutan indigosol biru 600 ppm menjadi 250 ppm dengan persen degradasi 58,3 %. Pada variasi 0 mg tetap menunjukkan adanya persen degradasi walaupun tidak menggunakan fotokatalis dikarenakan H_2O dapat bereaksi dengan adanya cahaya/foton membentuk •OH radikal.

$$H_2O + h\nu \longrightarrow H^+ + {}^{\bullet}OH + e^- \quad (1)$$

$$H^+ + {}^{\bullet}OH \longrightarrow HO_2{}^{\bullet} \longrightarrow {}^{\bullet}OH + \tfrac{1}{2}\, O_2 \quad (2)$$

$$2{}^{\bullet}OH \longrightarrow H_2O_2 \quad (3)$$

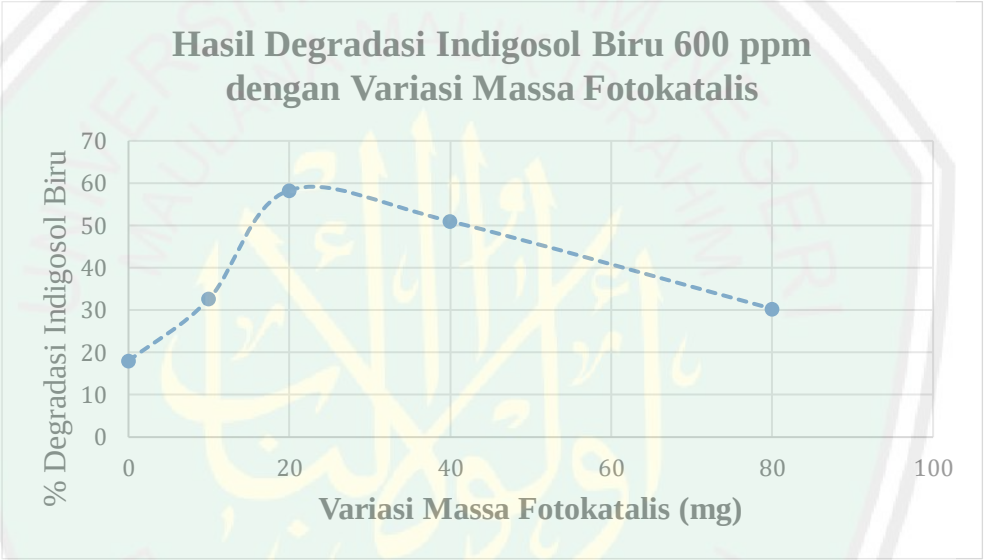
$$2HO_2{}^{\bullet} \longrightarrow H_2O_2 + O_2 \quad (4)$$

Sedangkan pada variasi 10 mg ke 20 mg mengalami peningkatan persentase degradasi, hal ini dikarenakan semakin banyak katalis yang dimasukkan akan semakin banyak •OH radikal yang terbentuk. Namun, setelah penambahan massa 20 mg mengalami penurunan persentase degradasi, semakin bertambahnya fotokatalis larutan akan semakin keruh dikarenakan kelebihan jumlah katalis. Akibatnya, cahaya/foton akan terhalang untuk melakukan reaksi fotodegradasi. Sehingga, menyebabkan semakin banyak jumlah katalis yang dimasukkan kemampuan degradasi justru menurun. Hasil absorbansi masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 4.2 di bawah ini :

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 4.2 Data hasil degradasi indigosol biru dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90%.

No	Massa Katalis (mg)	Absorbansi			Rata-rata Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	%Degradasi (%)
		I	II	III			
1	0	0,243	0,239	0,242	0,241	492	18
2	10	0,198	0,195	0,199	0,197	404	32,7
3	**20**	**0,120**	**0,118**	**0,121**	**0,120**	**250**	**58,3**
4	40	0,142	0,146	0,143	0,144	298	51
5	80	0,202	0,206	0,203	0,204	418	30,3



Gambar 4.8 Kurva hasil degradasi indigosol biru 600 ppm dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90%.

4.4.2.2 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Lama Penyinaran

Penentuan waktu penyinaran optimum dilakukan dengan membuat variasi lama penyinaran 15, 30, 60, 120 dan 240 menit dengan menggunakan massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% masing-masing sampel sebanyak 20 mg. Lama penyinaran pada proses fotodegradasi menggambarkan lama interaksi (kontak) antara fotokatalis dengan sinar (*hv*) dalam menghasilkan radikal

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

•OH dan kontak antara radikal •OH dengan larutan indigosol biru dalam proses degradasi. Hasil degradasi zat warna indigosol biru pada variasi lama penyinaran 15, 30, 60, 120 dan 240 menit dengan menggunakan massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% ditampilkan pada Gambar 4.9 dan Gambar 4.10.

Gambar 4.9 Larutan indigosol biru 600 ppm sebelum didegradasi dengan variasi lama penyinaran.

15 menit 30 menit 60 menit 120 menit

Gambar 4.10 Larutan indigosol biru 600 ppm setelah didegradasi dengan variasi lama penyinaran.

Berdasarkan Gambar 4.10 di atas diperoleh hasil yang optimum adalah 30 menit mengalami penurunan konsentrasi larutan indigosol biru 600 ppm menjadi 248 ppm dengan persen degradasi 58,7 %. Pada variasi waktu 15 menit ke 30 menit mengalami kenaikan persentase degradasi, hal ini dikarenakan semakin lama waktu yang digunakan maka akan semakin banyak pula •OH radikal yang terbentuk. Namun, setelah variasi waktu 30 menit, persentase degradasi mengalami penurunan, larutan akan semakin keruh dikarenakan waktu proses degradasi semakin lama sehingga proses fotodegradasi telah mencapai titik

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

optimum, radikal hidroksil yang telah terbentuk mengalami rekombinasi satu sama lain sehingga membentuk hidrogen peroksida. Akibatnya, energi foton dari sinar UV akan terhalang untuk melakukan reaksi fotodegradasi. Sehingga, menyebabkan semakin lama waktu degradasi yang dilakukan maka kemampuan degradasi justru menurun.

$$O_2 + H^+ \longrightarrow HO\bullet_2 \quad (5)$$

$$O_2 \longrightarrow O + O \quad (6)$$

$$O + H_2O \longrightarrow HO\bullet + HO\bullet \quad (7)$$

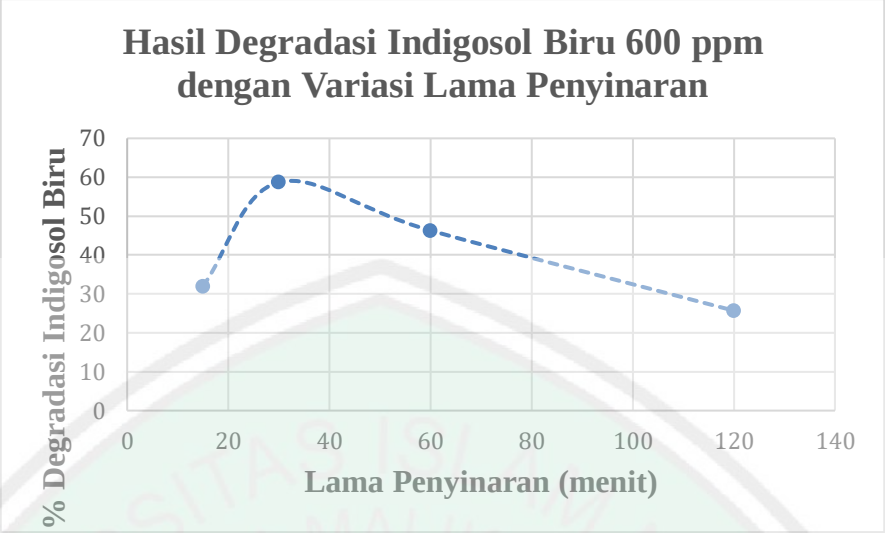
$$HO\bullet + HO\bullet \longrightarrow H_2O_2 \quad (8)$$

Hasil absorbansi masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 4.3 di bawah ini :

Tabel 4.3 Data hasil degradasi indigosol biru dengan variasi lama penyinaran.

No	Waktu Degradasi (menit)	Absorbansi			Rata-rata Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	%Degradasi (%)
		I	II	III			
1	15	0,202	0,196	0,198	0,199	408	32
2	**30**	**0,119**	**0,119**	**0,118**	**0,119**	**248**	**58,7**
3	60	0,155	0,157	0,156	0,156	322	46,3
4	120	0,216	0,222	0,217	0,218	446	25,7

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.11 Kurva hasil degradasi indigosol biru 600 ppm dengan variasi lama penyinaran.

4.4.2.3 Fotodegradasi Indigosol Biru dengan Variasi Konsentrasi Indigosol Biru

Penentuan konsentrasi indigosol biru optimum dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi indigosol biru 200, 400, 600, 800 dan 1000 ppm dengan menggunakan massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% masing-masing sampel sebanyak 20 mg selama 30 menit. Hasil degradasi zat warna indigosol biru pada variasi konsentrasi indigosol biru 200, 400, 600, 800 dan 1000 ppm dengan menggunakan massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% selama 30 menit ditampilkan pada Gambar 4.12 dan Gambar 4.13.

Gambar 4.12 Larutan indigosol biru dengan variasi konsentrasi sebelum didegradasi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

200 ppm 400 ppm 600 ppm 800 ppm 1000 ppm

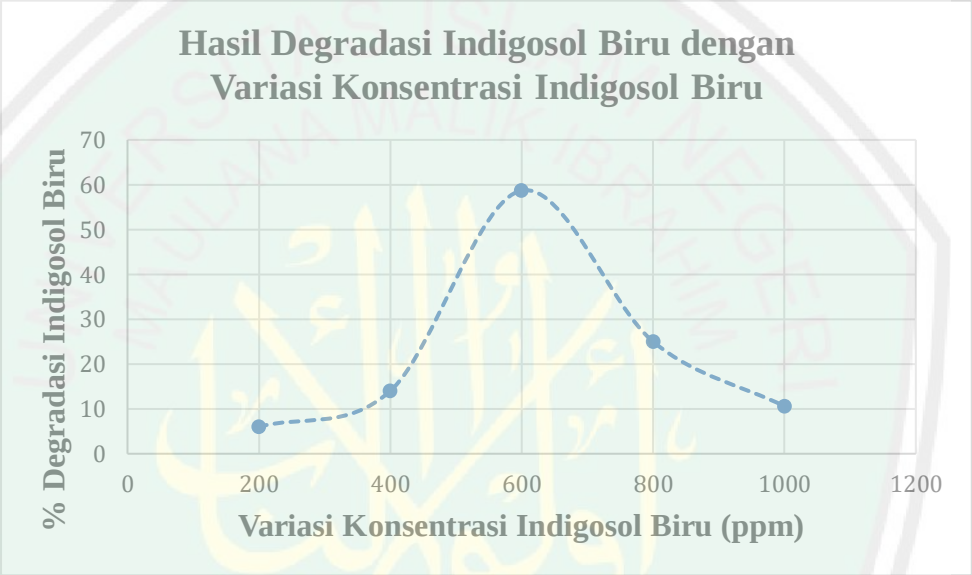
Gamabar 4.13 Larutan indigosol biru dengan variasi konsentrasi setelah didegradasi.

Berdasarkan Gambar 4.13 di atas diperoleh hasil yang optimum adalah 600 ppm mengalami penurunan konsentrasi larutan indigosol biru 600 ppm menjadi 248 ppm dengan persen degradasi 58,7 %. Pada variasi konsentrasi 200 ppm hingga 600 ppm mengalami kenaikan persentase degradasi, hal ini dikarenakan semakin banyak zat terlarut dalam suatu larutan indigosol biru, fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% sebesar 20 mg mampu melakukan proses fotodegradasi secara optimum. Namun, setelah konsentrasi 600 ppm mengalami penurunan persentase degradasi. •OH radikal yang terbentuk tidak dapat melakukan kembali proses fotodegradasi dikarenakan telah mencapai titik optimum. Sehingga, menyebabkan semakin besar konsentrasi indigosol biru yang digunakan maka kemampuan degradasi justru menurun. Konsentrasi zat warna yang semakin besar menyebabkan kecendrungan degradasi zat organik juga semakin menurun (Yahdiana, 2011). Hasil absorbansi masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 4.4 di bawah ini:

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 4.4 Data hasil degradasi indigosol dengan variasi konsentrasi indigosol biru.

No	Variasi Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	%Degradasi (%)
		I	II	III			
1	200	0,087	0,087	0,084	0,089	188	6
2	400	0,165	0,166	0,170	0,167	344	14
3	**600**	**0,119**	**0,119**	**0,118**	**0,119**	**248**	**58,7**
4	800	0,296	0,299	0,291	0,295	600	25
5	1000	0,440	0,442	0,445	0,442	894	10,6



Gambar 4.14. Kurva hasil degradasi indigosol biru dengan variasi konsentrasi indigosol biru.

4.5 Kajian Perspektif Islam terhadap Aktivitas Fotodegradasi Zat Warna Indigosol Biru Menggunakan Fotokatalis TiO_2/Zeolit Alam

Al-Qur'an merupakan kalam Allah SWT. dan kitab bagi umat Islam yang digunakan sebagai pedoman hidup. Al-Qur'an dianggap sebagai inti sari segala ilmu pengetahuan yang berisikan petunjuk, pokok-pokok hukum, politik, ekonomi, peraturan, serta dasar hukum agama dan lain sebagainya. Allah SWT. menyerukan kepada manusia untuk senantiasa mengambil hikmah dari apa yang telah Dia ciptakan. Seperti sumber daya alam ciptaan Allah SWT. yang ada di

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

muka bumi ini dan seluruh benda-benda yang terkandung di dalamnya merupakan suatu kesatuan yang tidak terpisahkan. Secara keseluruhan saling membutuhkan, dan saling melengkapi kekurangannya. Sumber daya alam yang dapat diambil manfaatnya adalah mineral alam maupun logam-logam yang berasal dari gunung-gunung, sesuai dengan firman Allah SWT:

وَجَعَلَ فِيهَا رَوَاسِيَ مِنْ فَوْقِهَا وَبَارَكَ فِيهَا وَقَدَّرَ فِيهَا أَقْوَاتَهَا فِي أَرْبَعَةِ أَيَّامٍ سَوَاءً لِلسَّائِلِينَ

"Dan Dia menciptakan di bumi itu gunung-gunung yang kokoh diatasnya. Dia memberkahinya dan Dia menentukan padanya kadar makanan-makanan (penghuni)nya dalam empat masa (Penjelasan itu sebagai jawaban) bagi orang-orang yang bertanya" (QS. Fussilat: 10).

Surat di atas menjelaskan bahwa Allah menciptakan gunung sebagai berkah buat manusia. Kejadian gunung meletus juga memiliki hikmah, berupa banyaknya material abu vulkanik dengan kandungan mineral-mineral dalam jumlah yang berlimpah yang dapat kita manfaatkan. Hasil penelitian ini juga memberikan banyak hikmah yang perlu direnungi untuk kehidupan sehari-hari. Abu vulkanik dari letusan gunung mengandung mineral alam seperti zeolit. Zeolit berfungsi sebagai katalis maupun adsorben. Selain itu juga dapat digunakan sebagai pengemban TiO_2 untuk material fotokatalis. Gabungan dari keduanya ini memiliki karakter yang lebih baik dan diharapkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih efisien. Modifikasi ini bertujuan untuk menggeser energi celah pita yang ada menuju *range* sinar tampak, sehingga dapat diaplikasikan di bawah sinar matahari.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Segala sesuatu yang telah Allah ciptakan tidak ada yang sia-sia dan tanpa hikmah, tak kerkecuali sinar matahari. Seperti firman Allah dalam surat Yunus ayat 5-6 berikut:

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسَ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَّرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْحِسَابَ ۚ مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَٰلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ ۚ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ﴿٥﴾
إِنَّ فِي اخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَمَا خَلَقَ اللَّهُ فِي السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ لَآيَاتٍ لِقَوْمٍ يَتَّقُونَ﴿٦﴾

"(5) Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya, dan Dialah yang menetapkan tempat-tempat orbitnya, agar kamu mengetahui bilangan tahun, dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan demikian itu melainkan dengan benar. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui.
(6). Sesungguhnya pada pergantian malam dan siang dan pada apa yang diciptakan Allah di langit dan di bumi, pasti terdapat tanda-tanda (kekuasaan-Nya) bagi orang-orang yang bertakwa" (Q.S. Yunus : 5-6)

Ibnu Katsir (2000) dalam tafsirnya menjelaskan bahwa Allah Ta'ala mengabarkan tentang apa yang telah Dia ciptakan berupa tanda-tanda akan kesempurnaanNya. Dia telah menjadikan sesuatu yang memancar dari matahari sebagai sinar. Dalam firman مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَٰلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ yakni Dia tidak menciptakannya dengan sia-sia, namun di dalamnya terdapat hikmah yang agung dan hujjah (dalil/argumen) yang sangat dalam.

Firman di atas dijelaskan bahwa sinar matahari yang sangat melimpah tersebut mempunyai manfaat bagi manusia. Dalam penelitian ini, sinar Ultraviolet (UV) dapat dipergunakan sebagai sumber foton untuk proses eksitasi elektron. Sinar Ultraviolet (UV) adalah sinar tidak tampak yang merupakan bagian energi yang berasal dari matahari. Material fotokatalis yang dihasilkan dapat dipergunakan untuk mendegradasi limbah organik menjadi CO_2 dan H_2O yang lebih aman bagi lingkungan. Perintah untuk menjaga lingkungan telah tercantum dalam firman Allah dalam surat Al-A'raf ayat 56 :

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا ۚ إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِنَ الْمُحْسِنِينَ

"Dan janganlah kamu membuat kerusakan di bumi setelah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik" (Q.S. Al-A'raf : 56).

Al Jazairi dalam tafsir Al-Aisar (2007) menerangkan bahwa Allah melarang mereka melakukan perusakan di muka bumi setelah adanya perbaikan oleh Allah *Ta'ala.* Kerusakan yang dimaksud adalah syirik dan maksiat. Kemaksiatan ini mencakup segala perkara haram, seperti membunuh, merusak tanaman, merusak kehormatan dengan zina dan perbuatan dosa lainnya. Kemudian Allah menganjurkan perintah berdoa dengan rasa takut akan siksa-Nya dan mengharapkan rahmat-Nya yang sangat dekat dengan orang yang berbuat baik.

Tafsir Al Muyassar (2008) mendefinisikan kerusakan secara lebih luas dalam lingkup dunia/akhirat. Allah melarang berbuat kerusakan di bumi setelah Allah memperbaikinya dengan mengutus Rosulullah SAW. Tafsir ini menjelaskan definisi kerusakan secara fisik dan non fisik. Kerusakan non fisik meliputi kerusakan akhlak setelah diutusnya Rosulullah SAW dan juga termasuk di dalamnya adalah kerusakan secara fisik seperti kerusakan lingkungan.

Allah SWT telah melarang berbuat kerusakan seperti kerusakan lingkungan. Salah satu upaya penanganan pencemaran lingkungan adalah dengan material fotokatalis. Material yang dihasilkan dari penelitian ini, dapat dimanfaatkan untuk mendegradasi limbah organik dengan tingkat aktivitas yang cukup tinggi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V
PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Hasil sintesis TiO_2-zeolit alam dengan metode sol-gel didapatkan energi celah pitanya mengalami penurunan dari 3,07 eV menjadi 2,62 eV terlihat pada spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS).
2. Massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% yang dibutuhkan untuk mendegradasi indigosol biru 600 ppm adalah sebanyak 20 mg.
3. Waktu kontak optimum yang dibutuhkan fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% sebanyak 20 mg dalam mendegradasi indigosol biru 600 ppm adalah selama 30 menit.
4. Konsentrasi optimum indigosol biru yang dapat didegradasi oleh fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90% sebanyak 20 mg dengan waktu penyinaran selama 30 menit yaitu indigosol biru 600 ppm.

5.2 Saran

Saran yang dapat saya berikan pada penelitian ini yaitu sebelum melakukan proses fotodegradasi dilakukan terlebih dahulu penentuan waktu kestabilan dari zat warna indigosol biru yang akan digunakan dan variasi waktu yang digunakan lebih baik memperkecil jarak waktu yang digunakan agar dapat mengetahui waktu kontak optimum zat warna indigosol biru dengan fotokatalis TiO_2-zeolit alam.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M., dan Khairurijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial Teori, Penerapan, dan Pengolahan Data*. Bandung: CV. Rezeki Putra Bandung.

Afrozi, A. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbasis Titania Untuk produksi Hidrogen Dari Gliserol dan Air. *Skripsi*. Jakarta: Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.

Aliah, H., Setiawan, A., dan Abdullah, M. 2015. Pengaruh Jumlah Lapisan Bulir Polimer Polipropilena Berfotokatalis Semikonduktor TiO_2 terhadap Fotodegradasi Metilen Biru. *Prosiding*. FMIPA Universitas Lampung.

Alinsafi, A., Evenou, F., Abdulkarim, E. M., Pons, M. N., Zahraa, O., Benhammou, A., Nejmeddine, A. 2007. Treatment of textille of Industry Waste Water by Supported Photocatalysis. *Dyes and Pigments-Dye Pigment*. 74(2).

Alwash, A. H., Abdullah, A. H., Ismail, N. 2012. Zeolit Y Encapsuled with Fe-TiO_2 for Ultrasound-Assited Degradation of Amaranth Dye in Water. *Journal of Hazardouz Materials.*

Andari, N. D. dan Wardani, S. 2014. Fotokatalis TiO_2-zeolit untuk Degradasi Metilen Biru. *Chem. Prog* 7 (1).

Amemiya, S. 2004. Titanium Oxide Photocatalyst. *Technical News*, 62, Three Bond, Tokyo.

Anwar, D. I. 2011. Sintesis Komposit Fe-TiO_2-SiO_2 sebagai Fotokatalis Pada Degradasi Erionyl Yellow. *Tesis*. FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Bayyari, B., Giménez, J., Curcó, D., and Esplugas, S. 2005. Photocatalytic degradation of 2,4-dichlorophenol by TiO_2/UV: Kinetics, Actiometries and Models. *Catalysis Today* 101.

Chen, R. F., Zhang, C. X., Deng, J., and Song, G. Q. 2009. Preparation and Photocatalytic Activity of Cu^{2+} Doped TiO_2/SiO_2. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials.*

Chen, W., Soyeong, O., Ong, A. P., Namsik, O., and Liu, Y. 2007. Antibacterial and Osteogenic Properties of Silver-Containing Hydroxyapatite Coatings Produced Using A Sol Gel Process. *Journal of biomedical materials research.* Part A 82:899-906

Chong, M. N., Tneu, Z. Y., Poh, P. E., Jin, B., dan Aryal, R. 2014. Synthesis,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Characterization and Application of TiO_2-Zeolite Nanocomposite for The Advanced Treatment of Industrial Dye Wastewater. *Journal of The Taiwan Institute Of Chemical Engineers.*

Darma, M. 2012. Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Karbon Aktif Cangkang Kopi yang Disisipi Fotokatalis TiO_2. *Skripsi*. Yogyakarta: Fakultas Sains dan Teknologi Jurusan Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.

Damayanti, C. A., Wardhani, S., dan Danar, P. 2014. Pengaruh Konsentrasi TiO_2 dalam Zeolit terhadap Degradasi Metilen Biru Secara Fotokatalitik. *Student Journal*. 1(1).

Diebold, A. 2003. *The Surface Science of Titanium Oxide*. Australia: Tulane University Press.

Dini, E. W. P dan Wardhani, S. 2014. Degradasi Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis ZnO-Zeolit. *Skripsi*. Malang: FMIPA Universitas Brawijaya.

El-Maazawi, M. S., A. N. Finken, A. B. Nair, A. V. Grassian. 2000. Adsorption and Photocatalytic Oxidation of Acetone on TiO_2: An In Situ Transmission FTIR Study. *Journal of catalysis*. 191(1).

Escobar, E. A. 2010. Photocatalytic Reduction of Benzophenone on TiO_2: Effecto of Preparation Method and Reaction Conditions. *Journal Mexico Chemistry*, 54(3).

Farzaneh, S., Narjes, K., dan Mohsen, M. 2016. Synthesis of Nanocomposite Based on Semnan Natural Zeolite For Photocatalytic Degradation of Tetracycline Under Visible Light. *Journal Advances in Environmental Technology 2*. Semnan University. Iran.

Fatimah, I. dan Wijaya K. 2005. Sintesis TiO_2-zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *Jurnal Tektoin*, 10(4).

Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., dan Kamalia. 2006. Titan Dioksida Terdispersi Pada Zeolit Alam (TiO_2/Zeolit) dan Aplikasinya Untuk Fotodegradasi Congo Red. *Indo J Chem*. 6(1).

Fatimah, I. 2009. Dispersi TiO_2 ke dalam SiO_2-Montmorillonit: Efek jenis Prekursor. *Jurnal Penelitian Saintek.*

Fernandez, B. R. 2011. *Sintesis Nanopartikel.* Padang: Universitas Andalas Padang Press.

Fujishima, A., Rao, T. N., dan Tryk D. A. 2000. Titanium Dioxide Photocatalysis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Journal Photochem. Photobiol.

Fujishima, A., Zhang, X., dan Tryk, D. A. 2008. TiO_2 Photocatalysis and Realted Surface Phenomena. *Surface Science Report.*

Guesh, K., Alvarez, C. M., Chebude, Y dan Diaz, I. 2016. Enchanced Photocatalytic Activity Of Supported TiO_2 by Selective Surface Modification Of Zeolite Y. *Applied Surface Science.*

Gunlazuardi, J. 2000. Fotoelektrokatalis untuk Detoksifikasi Air. *Prosiding, Seminar Nasional Elektrokimia*.

Hamdaoui, O. dan Chiha, M. 2006. Removal of Methylene Blue from Aqueous Solution by Wheat Bran. *Research Gate* Vol. 54 No. 407-418.

Hartini, E. 2011. Modifikasi Zeolit Alam dengan ZnO untuk Degradasi Fotokatalisis Zat Warna. *Tesis.* Depok: Universitas Indonesia.

Hasibuan, R. A., 2012. Modifikasi Zeolit Alam dengan TiO_2 untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Skripsi.* Depok: Universitas Indonesia.

Herfiani, Z. H., Rezagama, A., Nur, M. 2017. Pengolahan Limbah Cair Zat Warna Jenis Indigosol Blue (C.I Vat Blue 4) Sebagai Hasil Produksi Kain Batik Menggunakan Metode Ozonasi dan Adsorpsi Arang Aktif Batok Kelapa Terhadap Parameter COD dan Warna. *Jurnal Teknik Lingkungan.* Vol. 6 No. 3.

Heung, L. J., Kim, S. H., Lee, S. J. 2018. Self-cleaning Transparent Heat Mirror with Plasma Polymer Fluorocarbon Thin Film Fabricated by Continuous Roll-to-roll Sputtering process. *Researchgate* Vol. 10 No. 12.

Hidayat, W. 2008. *Teknologi Pengolahan Air Limbah*. Jakarta : Majari Magazine.

Huang, Y. U., Zeung, X., Yin, Z., Tao, F., and Hou, K. 2007. Preparation of Nitrogen-doped TiO_2 Nanopartikel Catalyst and Its Catalytic Activity under Visible Light. *Chin J Chem Eng., 15(16) 802-807.*

Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur. Sintesis dan Sifat-sifatnya.* Bandung: ITB Press.

Jannatin, R. D., Razif, M. dan Mursid, M. 2003. Uji Efisiensi Removal Adsorpsi Arang Batok Kelapa Untuk Mereduksi Warna dan Permanganat Value dari Limbah Cair Industri Batik. *Laporan Penelitian.* Surabaya: Teknik Lingkungan Intitut Teknologi Surabaya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Jentoft, R. 2004. Surface Behavior of Alumina-Supported Pt Catalysts Modified with Cerium as Revealed by X-ray Diffraction, X-ray Photoelectron Spectroscopy, and Fourier Transform Infrared Spectroscopy of CO Adsorption. *Journal Physical Chemistry.* 108(17).

Jazairi, S. 2007. *Tafsir Al-Qur'an Al Qurtubi Jilid 2*. Jakarta: Darus Sunnah.

Kaneko, M., dan Okura, I. 2002. *Photocatalysis Science and Technology*. Japan: *Springer*.

Kansal, S. K., Singh, M., & Sud, D. 2006. Studies on Phtodegradation of Two Commercial Dyes in Aqueous Phase Using Different Photocatalyst. *Elsevier*.

Kasam., Yulianto, A. dan Rahmayanti, A. E. 2009. Penurunan COD dan Warna Pada Limbah Industri Batik dengan Menggunakan Aerobic Roughing Filter Aliran Horizontal. *Logika*, 6 (1).

Khalifa, S. N., Aini, Z. N., Hayati, E. K., Aini, N., dan Prasetyo, A. 2018. Synthesis and Characterization of Mesoporous NaY Zeolite from Natural Blitar's Kaolin. *IOP Publishing.*

Kim, D. S., Han, S. J., dan Kwak, S. Y. 2007. Synthesis and Photocatalytic Activity of Mesoporous TiO_2 with Surface Are, Crystallite Size and Pore Size. *Journal Of Colloid and Interface Science.*

Kobaya, M., Can, O. T., and Bayramoglu, M. 2003. Treatment Of Textile Wastewaters by Electrocoagulation Using Iron and Aluminum Electrodes. *Journal of hazardous Materials,* B100.

Lestari, D. Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding*. Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010 Jurdik Kimia UNY 54th. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.

Licciulli, A. dan Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass.* Universitas Degli Studio Di Lecce.

Liqun, M., Qinglin, L., Hongxin, D., and Zhang, S. 2005. Synthesis of Nanocrystalline TiO_2 with High Photo-activity and Large Specific Surface Area by Sol-gel Method. *Materials Research Bullein.* 40:201-203.

Liu, S., Lim, M. dan Amal, R. 2014. TiO_2-coated Natural Zeolit: Rapid Humic Acid Adsorption and Effective Photocatalytic Regeneration. *Chemical Engeenering Science.*

Liu, Y., Liu, H., Ma, J., Wang, X. 2009. Comparison Of Degradation Mechanism

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Of Electrochemical Oxidation Of Di- And Tri-Nitrophenols On Bi-Doped Lead Dioxide Electrode: Effect Of The Molecular Structure. *Applied Catalysis* B: Environmental 91 : 284299.

Ljubas, D., Curcovic, L., Dobrovic, S. 2010. Photocatalytic Degradation of An Azo Dye by UV Irradiation at 254 and 365 nm. *Journal Mdpi Materials*, 12 (873).

Macias, S. I. 2003. Synthesis and Microstructural Properties of Fe-TiO_2Nanocrystalline Particles Obtained by A Modified Sol-Gel Method. *Journal Sol-Gel Science* 27.

Maraghi, S. S. M. 1946. *Tafsir Al-Maraghi*. Kairo: Musthofa Al-Babi Al-Halabi.

Morales, E. A., Sanchez M., and Pal, U. 2007. Use of Diffuse Reflectance Spectroscopy for Optical Characterization of Un-Supported Nanostructures . *Revista Mexicana de F'Isica.*

Nandiyanto, A. B. D. 2013. Synthesis of Spherical Macropous WO_3 Particle and Their High Photocatalytic Performance. *Chemical Engeenering Science*.

Neppolian, H. C., Choi, S., Sakhtivel, B., Arabindoo, V., Murugesan, M. 2002. *Journal of Hazardouz Materials.* B89. pp 303-317.

Nevi, D. dan Wardhani, S. 2008. Fotokatalis Tio_2-Zeolit untuk Degradasi Metilen Blue. *Chemistry Progress.*

Ningsih, T. 2012. Pemanfaatan Bahan Additive Abu Sekam Padi pada *Cement Portland* PT Semen Baturaja (PERSERO). *Jurnal Teknik Kimia Universitas Sriwijaya* Vol 18 No. 4 (ISSN 2339-1960).

Palupi, E. 2006. Degradasi *Methylene Blue* dengan Metode Fotokatalis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO_2. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Park, J. E., Park, C. J., Sachaisri, K., Karpova, T., Asano, S., McNally J., Sunwoo, J., Leem S. H., Lee, K. S. 2004. Novel Functional Dissection of The Localization-specific Roles of Budding Yeast Polo Kinase Cdc5p. Mol Cell Biol. *Journal Research Support* 24(22):9873-86.

Phumying. S. 2010. Nanocrystalline Spinel Ferrite (MFe_2O_4, M = Ni, Co, Mn, Mg, Zn) Powders Prepared by A Simple Aloe Vera Plant-extracted Solution Hydrothermal Route. Department of Physics, Faculty of Science, Khon Kaen University, Khon Kaen 40002, Thailand. *Materials Research Bulletin*, 48, 2060–2065.

Pratama, N. A. 2018. Fotodegradasi *Methylene Blue* menggunakan komposit

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

TiO_2-zeolit Dengan Perlakukan Aerasi. *Skripsi*. UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.

Purnama, A. 2013. Sintesis Ni-TiO_2 dengan Metode Sol Gel dan Uji Aktivitasnya Untuk Dekomposisi Air. *Skripsi.* Semarang: Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang.

Qardhawi, Y. 2002. *Islam Agama Ramah Lingkungan*. Jakarta: Pustaka Al-Kautsar.

Ramadhani, D. G., Sarjono, A. W., Setjoyoko, H., Fatimah, N., Nurhayati, N. D. 2012. Synthesis of Natural Ni/Zeolite Actived by Acid as catalyst for Synthesis Biodiesel From Ketapang Seeds Oil. *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia* 2 (1).

Rao, K., Subba, V., Rachel, A., Subrahmanyam, M., Boule, P. 2003. Immobilization of TiO_2 on Pumice Stone for The Photocatalytic Degradation of Dyes and Dye Industry Pollutans. *Appl. Catal* B: Environ.

Ratiu, C., dkk. 2008. Synthesis and Characterization of Zeolite Materials Functionalized with Undoped and N-Doped TiO_2 Nancrystal. Moldavian *Journal of The Physical Science.*

Rilda, Y., Dharma, A., Arief, S., Saleh, B. 2010. Efek Doping Ni (II) pada Aktivitas Fotokatalitik dari TiO_2 Untuk Inhibisi Bakteri Patogenik. *Makara Sains.* Volume 14, No. 1, 7-14.

Rofiatun, N. 2013. Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida dalam Lingkungan Basa Kuat Natrium Hidroksida. *Skripsi.* Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.

Sagita, F. E. 2018. Sintesis dan Karakterisasi TiO_2-Zeolit Variasi Komposisi dengan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Fakultas Sains dan Teknologi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

Sakti, R. B., Subagio, A., dan Sutanto, H. 2013. Sintesis Lapisan Tipis Nanokomposit TiO_2/CNT Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya untuk Fotodegradasi Zat Warna Azo Orange 3R. *Youngster Physics journal*. Vol 1(3).

Sakthivel S., Neppolian, B., Shankar, M. V., Arabindoo, B., Palanichamy, M. and Murugesan, M. 2003. Solar Photocatalytic Degradation of Azo Dye: Comparison of Photocatalytic Efficiency of ZnO and TiO_2, *Solar Energy Material and Solar Cells*, 77 : 65-82.

Setyawan, D. 2003. Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton. *Jurnal Ilmu Dasar* Vol. 4 No. 2. FMIPA

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

UNEJ, Jember.

Shankar, M. V., Ananadan S., Venktachalam N., Arabindo B., dan Murugesan, V. 2006. Fine Route an Efficient Removal of 2,4-dichlorophenolxyacetic Acid 2,4-D by Zeolite-Supported TiO_2. *Chemosphere.*

Shihab, M. Q. 2002. Tafsir Al-Mishbah: Pesan Kesan dan Keserasian Al-Qur'an (Vol. 11). *Buku*. Jakarta: Lentera Hati.

Sianita, D. dan Nurcahyati, I. S. 2003. Kajian Pengolahan Limbah Cair Industri Batik, Kombinasi Aerob Anaerob dan Penggunaan Koagulan Tawas. *Laporan Penelitian.* Semarang : Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.

Slamet, M., Ellyana., dan Bismo, S. 2008. Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO_2 Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol. *Jurnal Teknologi* Vol 1 (1).

Suparno, 2010. Degradasi Zat Warna Indigosol dengan Metode Oksidasi Katalitik Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi dan Ozonasi. *Tesis*. Jakarta: Universitas Indonesia.

Tian, J. 2009. Photocatalysis of TiO_2/ZnO Nanocomposite Film: Preparation and Characterization and Photodegradation Activity of Methyl Orange. *Surface and Coating Technology.*

Tjahjanto, R. T. dan Gunlazuardi. J. 2011. Preparasi Lapisan Tipis sebagai Fotokatalis: Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Makara. Jurnal Penelitian Universitas Indonesia,* Vol. 5, No. 2.

Trisunaryanti, W., Triwahyuni. E., dan Sudiyono. S. 2005. Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal teknoin.*

Utubira, Y. 2006. Preparation and Characterization of TiO_2-Zeolit and Its application to Degrade Textile Wastewater by Photocatalytic Method. *Indo Journal Chemistry* 6(3).

Wang, S. dan Yuelian, P. 2010. Natural Zeolite as Effective Adsorbent in Water and Wastewater Treatment. *Review Chemical Engeenering Journal*.

Weirich, T. E., Winterer, M., Seifried, S., Hahn, H., Fues, H. 2000. Rietveld Analysis of Electron Powder Diffraction Data from Nanocrystalline Anatase, TiO_2. *Ultramicroscopy.* Vol. 81(3-4).

Widihati, I. A. G., Diantariani., Ni Putu., dan Yuliana, F. N. 2011. Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al_2O_3. *Jurnal Kimia*, Vol. 5, No. 1. ISSN 1907-9850.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Widodo, S. 2010. Teknolongi Sol-Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas. *Seminar Rekayasa dan Proses.*

Wijaya, K. dan Fatimah, I. 2005. Sintesis TiO_2/zeolit sebagai fotokatalis pada pengolahan limbah cair industri tapioka secara adsorpsi-fotodegradasi. *Jurnal TEKNOIN* 10 (4).

Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., dan Kurniyasih, D. 2006. Utilisasi TiO_2-zeolite dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna *Congo Red. Jurnal TEKNOIN* 11(3), 199-209.

Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Tahir I., Rudatiningsih. 2006. Fotodegrdasi Zat Warna Alizarin S menggunakan TiO_2-Zeolit dan sinar UV. *Indo. J. Chem* 6 (1).

Yashinta, M. 2011. Analisis Struktur Kristalin Hematite yang Disubtitusi Ion Manganes dan Ion Titanium. *Skripsi.* FMIPA UNDIP Semarang.

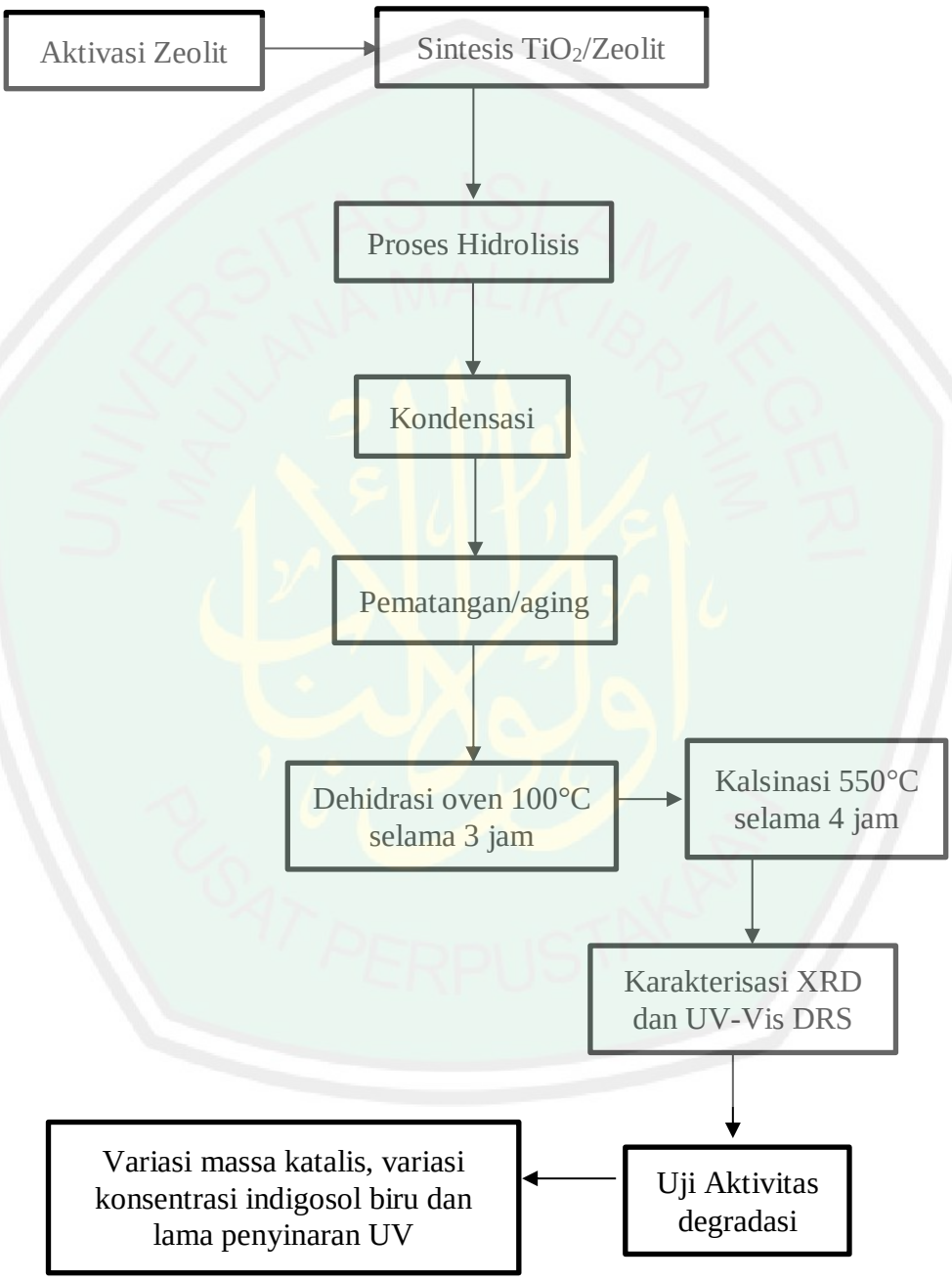
Zaleska, A. 2008. Doped-TiO_2: A Review, Recent Patents on Engineering. *Appl. Catal., B. Environ.*

Zhong, S., Zhang, F., Yuan, B., Zhao, P., Jia, L., Zhang, S. 2016. Synthesis of PVP-Bi_2WO_6 Photocatalyst and Degradation of Tetracycline Hydrocholride Under Visible Light. *Journal of Material Science*. Material in Electronics vol 27(3).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan penelitian



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 2. Diagram alir

1. Aktivasi Zeolit

Zeolit

- Diayak dengan penyaring berukuran 250 mesh
- Direndam dengan HCl 6 M tanpa pengaduk selama 4 jam
- Disaring dengan menggunakan kertas Whatman 42
- Dicuci dengan akuades sambil diaduk sampai pH netral
- Dikeringkan pada suhu 80^{o}C selama 12 jam
- Dikalsinasi pada suhu 550^{o}C selama 5 jam

Hasil

2. Sintesis TiO_2-zeolit dengan Metode Sol-Gel

Titanium (IV) isopropoksida

- TIP sebanyak 5,72 mL ditambahkan ke dalam 34,32 mL isopropanol
- Diaduk dengan *stirrer* selama 30 menit
- Ditambahkan ke dalam 5,71 mL CH_3COOH
- Diaduk dengan *stirrer* sampai menjadi gel

Gel

- Ditambahkan zeolit sebanyak 13,5 gram dalam 100 mL akuades
- Diaduk dengan *stirrer* selama 4 jam
- Didiamkan selama 24 jam
- Disaring
- Dikeringkan dengan 100^{o}C pada oven selama 3 jam
- Dikalsinasi pada suhu 550^{o}C selama 4 jam
- Dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen XRD dan UV-Vis DRS

Hasil

3. Uji aktivitas material hasil sintesis terhadap indigosol biru

3.1. Pembuatan larutan induk indigosol biru

Indigosol

- Ditimbang 250 mg indigosol biru dan 0,2 g $NaNO_2$
- Dilarutkan dengan HCl 0,1 M sebanyak 8 mL kemudian ditambahkan akuades ke dalam labu ukur 250 mL

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

- Ditandabataskan hingga tanda batas
- Dihomogenkan
- Disimpan dalam lemari es

Hasil

3.2. Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan induk indigosol biru 1000 mg/L

- Diukur panjang gelombang menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 400-700 nm

Hasil

3.3. Pembuatan larutan dan kurva standar indigosol biru

Larutan induk indigosol biru 1000 mg/L

- Dibuat larutan standar indigosol biru dengan konsentrasi 200, 400, 600, 800, 100 mg/L
- Dimasukkan ke dalam 5 buah labu ukur 50 mL dengan volume masing-masing 10; 20; 30; 40 dan 50 mL.
- Diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis

Hasil

3.4. Fotodegradasi indigosol biru menggunakan fotokatalis TiO_2-zeolit

3.4.1 Fotodegradasi indigosol biru dengan variasi massa fotokatalis TiO_2- zeolit alam 10:90%

Indigosol Biru 600 mg/L

- Diisi masing-masing 25 mL indigosol biru 600 mg/L ke dalam 5 buah Erlenmeyer 100 mL
- Ditambahkan variasi massa fotokatalis masing-masing 0; 10; 20; 40; dan 80 mg TiO_2-zeolit alam 10:90%
- Dimasukkan ke dalam UV reaktor selama 60 menit
- Diukur absorbansi indigosol biru menggunakan instrumen spektrotometer UV-Vis dengan panjang gelombang optimum

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.4.2. Fotodegradasi indigosol biru dengan variasi lama penyinaran

Indigosol Biru 600 mg/L

- Diisi masing-masing 25 mL indigosol biru 600 mg/L ke dalam 5 buah Erlenmeyer 100 mL
- Ditambahkan massa fotokatalis optimum TiO_2-zeolit alam.
- Dimasukkan ke dalam UV reaktor dengan lama penyinaran masing-masing 15; 30; 60; dan 120 menit.
- Diukur absorbansi indigosol biru menggunakan instrumen spektrotometer UV-Vis dengan panjang gelombang optimum

Hasil

3.4.3. Fotodegradasi indigosol biru dengan variasi konsentrasi

Indigosol Biru

- Diisi masing-masing 25 mL indigosol biru dengan variasi konsentrasi 200, 400, 600, 800 dan 1000 mg/L ke dalam 5 buah Erlenmeyer 100 mL
- Ditambahkan masing-masing massa optimum fotokatalis TiO_2-zeolit 10:90%
- Dimasukkan ke dalam UV reaktor dengan lama penyinaran optimum (menit)
- Diukur absorbansi indigosol biru menggunakan instrumen spektrotometer UV-Vis dengan panjang gelombang optimum

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 3 Perhitungan pembuatan reagen

1. Pembuatan larutan HCl 6 M

BJ HCl pekat = 1,267 g/mL

Konsentrasi = 37 % = $\frac{37\ g\ HCl}{100\ g\ larutan}$

BM HCl = 36,5 g/mol

n = 1 (jumlah mol ion H^+)

mol = $\frac{g\ HCl}{Mr\ HCl}$ = $\frac{37\ g}{36{,}5\ g/mol}$ = 1,014 mol

100 gram larutan = $\frac{100\ g}{1{,}267\ g/mL}$ = 78,9 mL = 0,0789 L

Molaritas = $\frac{mol}{L}$ = $\frac{1{,}014\ mol}{0{,}0789\ L}$ = 12,85 M

Normalitas = n x Molaritas

= 1 x 12,85 M = 12,85 N

$M_1 . V_1 = M_2 . V_2$

12,85 M . V_1 = 6M . 100 mL

V_1 = 46,7 mL

Adapun prosedur pembuatannya adalah diambil larutan HCl pekat 37% sebanyak 46,7 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 15 mL aquades. Selanjutnya ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

2. Perhitungan kadar TiO_2-zeolit

Diketahui:

Mr TIP : 284,22 g/mol

Mr TiO_2 : 79, 86 g/mol

Ar Ti : 47,9 g/mol

ρ TIP : 0,967 g/cm^3

Target sintesis : 1,55 gram

3. Menghitung berat prekursor TIP dan TiO_2 untuk sintesis TiO_2-zeolit

Volume TIP = $\frac{\text{massa TIP}}{\rho}$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Massa TIP = Volume TIP x ρ

= 5,72 mL x 0,967 g/cm^3

= 5,53 g

massa target TiO_2 $= \frac{\text{Ar Ti}}{\text{Mr TIP}} \times \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar Ti}} \times$ massa TIP

$= \frac{47,9}{284,22} \times \frac{79,86}{47,9} \times 5,53$ g

= 1,55 g

4. Mengitung % massa zeolit 90%

$90\% = 100\% \times \frac{\text{Wzeolit}}{\text{W Zeolit} + (\text{W } TiO_2)}$

$90\% = 100\% \times \frac{\text{Wzeolit}}{\text{Wzeolit} + (1,55\text{ g})}$

100 Wzeolit = 90 Wzeolit + 135

(100-90) Wzeolit = 135 g

10 Wzeolit = 135 g

Wzeolit $= \frac{135}{10}$

= 13,5 g

5. Rasio perbandingan TIP : CH_3COOH

Volume TIP : 5,72 mL

ρ TIP : 0,967 g/cm^3

Massa = ρ x volume

= 0,967 g/cm^3 x 5,72 mL

= 5,49 g

Mol = massa/mr

= 5,49 g / 284,22 g/mol

= 0,019 mol

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Mol CH_3COOH = mol TIP x 5,20
= 0,019 x 5,20
= 0,1 mol

Massa = mol x mr
= 0,1 mol x 60 g/mol
= 6 g

Volume CH_3COOH = massa / ρ
= 6 g / 1,05 g/cm^3
= 5,71 mL

6. Pembuatan larutan standar indigosol biru

- 200 mg/L

V1 × X1 = V2 × X2
V1 × 1000 mg/L = 50 mL × 200 mg/L
V1 = $\frac{50}{1000}$ x 200
= 10 mL

- 400 mg/L

V1 × X1 = V2 × X2
V1 × 1000 mg/L = 50 mL × 400 mg/L
V1 = $\frac{50}{1000}$ x 400
= 20 mL

- 600 mg/L

V1 × X1 = V2 × X2
V1 × 1000 mg/L = 50 mL × 600 mg/L
V1 = $\frac{50}{1000}$ x 600
= 30 mL

- 800 mg/L

V1 × X1 = V2 × X2
V1 × 1000 mg/L = 50 mL × 800 mg/L

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

V1 $= \frac{50}{1000}$ x 800

= 40 mL

- 1000 mg/L

  V1 × X1 = V2 × X2

  V1 × 1000 mg/L = 50 mL × 1000 mg/L

  V1 $= \frac{50}{1000}$ x 1000

  = 50 mL

7. Perhitungan penurunan Konsentrasi dan persen (%) degradasi setelah proses degradasi dengan variasi massa fotokatalis TiO_2-zeolit alam 10:90%.

No	Massa Katalis (mg)	Absorbansi			Rata-rata Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	%Degradasi (%)
		I	II	III			
1	0	0,243	0,239	0,242	0,241	492	18
2	10	0,198	0,195	0,199	0,197	404	32,7
3	**20**	**0,120**	**0,118**	**0,121**	**0,120**	**250**	**58,3**
4	40	0,142	0,146	0,143	0,144	298	51
5	80	0,202	0,206	0,203	0,204	418	30,3

y = 0,0005x + 0,005

% Degradasi $= \frac{C0 - C}{C0}$ x 100%

Dimana: C0 = konsentrasi awal indigosol biru

C = konsentrasi indigosol biru setelah degradasi

- 0 mg

  absorbansi rata-rata = 0,241

  y = 0,0005x + 0,005

  0,0005x = 0,241 + 0,005

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$x = \frac{0,246}{0,0005}$$

$$= 492 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 492}{600} \times 100\%$$

$$= 0,18 \times 100\%$$

$$= 18\ \%$$

- 10 mg

absorbansi rata-rata = 0,197

$$y = 0,0005x + 0,005$$

$$0,0005x = 0,197 + 0,005$$

$$x = \frac{0,202}{0,0005}$$

$$= 404 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 404}{600} \times 100\%$$

$$= 0,327 \times 100\%$$

$$= 32,7\ \%$$

- 20 mg

absorbansi rata-rata = 0,120

$$y = 0,0005x + 0,005$$

$$0,0005x = 0,120 + 0,005$$

$$x = \frac{0,125}{0,0005}$$

$$= 250 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 250}{600} \times 100\%$$

$$= 0,583 \times 100\%$$

$$= 58,3\ \%$$

- 40 mg

absorbansi rata-rata = 0,144

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$y = 0{,}0005x + 0{,}005$$
$$0{,}0005x = 0{,}144 + 0{,}005$$
$$x = \frac{0{,}149}{0{,}0005}$$
$$= 298 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 298}{600} \text{ x } 100\%$$
$$= 0{,}51 \text{ x } 100\%$$
$$= 51\ \%$$

- 80 mg

absorbansi rata-rata = 0,204

$$y = 0{,}0005x + 0{,}005$$
$$0{,}0005x = 0{,}204 + 0{,}005$$
$$x = \frac{0{,}209}{0{,}0005}$$
$$= 418 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 418}{600} \text{ x } 100\%$$
$$= 0{,}303 \text{ x } 100\%$$
$$= 30{,}3\ \%$$

8. Perhitungan penurunan Konsentrasi dan persen (%) degradasi setelah proses degradasi dengan variasi lama penyinaran.

No	Waktu Degradasi (menit)	Absorbansi			Rata-rata Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	%Degradasi (%)
		I	II	III			
1	15	0,202	0,196	0,198	0,199	408	32
2	**30**	**0,119**	**0,119**	**0,118**	**0,119**	**248**	**58,7**
3	60 (I)	0,155	0,157	0,156	0,156	322	46,3
4	60 (II)	0,120	0,118	0,121	0,120	250	58,3
5	120	0,216	0,222	0,217	0,218	446	25,7

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

y = 0,0005x + 0,005

% Degradasi = $\frac{C0 - C}{C0}$ x 100%

Dimana: C0 = konsentrasi awal indigosol biru

C = konsentrasi indigosol biru setelah degradasi

- 15 menit

  absorbansi rata-rata = 0,199

  y = 0,0005x + 0,005

  0,0005x = 0,199 + 0,005

  x = $\frac{0,204}{0,0005}$

  = 408 mg/L

  % Degradasi = $\frac{600 - 408}{600}$ x 100%

  = 0,32 x 100%

  = 32 %

- 30 menit

  absorbansi rata-rata = 0,119

  y = 0,0005x + 0,005

  0,0005x = 0,119 + 0,005

  x = $\frac{0,124}{0,0005}$

  = 248 mg/L

  % Degradasi = $\frac{600 - 248}{600}$ x 100%

  = 0,587 x 100%

  = 58,7 %

- 60 (I) menit

  absorbansi rata-rata = 0,169

  y = 0,0005x + 0,005

  0,0005x = 0,120 + 0,005

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$x = \frac{0,125}{0,0005}$$

$$= 250 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 250}{600} \times 100\%$$

$$= 0,583 \times 100\%$$

$$= 58,3\ \%$$

- 60 (II) menit

  absorbansi rata-rata = 0,156

  $y = 0,0005x + 0,005$

  $0,0005x = 0,156 + 0,005$

  $x = \frac{0,161}{0,0005}$

  $= 322$ mg/L

  $\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 322}{600} \times 100\%$

  $= 0,463 \times 100\%$

  $= 46,3\ \%$

- 120 menit

  absorbansi rata-rata = 0,218

  $y = 0,0005x + 0,005$

  $0,0005x = 0,218 + 0,005$

  $x = \frac{0,223}{0,0005}$

  $= 446$ mg/L

  $\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 446}{600} \times 100\%$

  $= 0,257 \times 100\%$

  $= 25,7\ \%$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

9. Perhitungan penurunan Konsentrasi dan persen (%) degradasi setelah proses degradasi dengan variasi konsentrasi indigosol biru 200, 400, 600, 800 dan 1000 mg/L.

No	Variasi konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	%Degradasi
		I	II	III			
1	200	0,087	0,087	0,084	0,089	188	6
2	400	0,165	0,166	0,170	0,167	344	14
3	**600**	**0,119**	**0,119**	**0,118**	**0,119**	**248**	**58,7**
4	800	0,296	0,299	0,291	0,295	600	25
5	1000	0,440	0,442	0,445	0,442	894	10,6

y = 0,0005x + 0,005

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C0 - C}{C0} \times 100\%$$

Dimana: C0 = konsentrasi awal indigosol biru

C = konsentrasi indigosol biru setelah degradasi

- 200 mg/L

  absorbansi rata-rata = 0,089

  y = 0,0005x + 0,005

  0,0005x = 0,089 + 0,005

  $x = \frac{0,094}{0,0005}$

  = 188 mg/L

  $\% \text{ Degradasi} = \frac{200 - 188}{200} \times 100\%$

  = 0,06 x 100%

  = 6 %

- 400 mg/L

  absorbansi rata-rata = 0,167

  y = 0,0005x + 0,005

  0,0005x = 0,167 + 0,005

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$x = \frac{0,172}{0,0005}$$

$$= 344 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{400 - 344}{400} \times 100\%$$

$$= 0,14 \times 100\%$$

$$= 14\ \%$$

- 600 mg/L

  absorbansi rata-rata = 0,122

  $y = 0,0005x + 0,005$

  $0,0005x = 0,119 + 0,005$

  $x = \frac{0,124}{0,0005}$

  $= 248$ mg/L

  $\% \text{ Degradasi} = \frac{600 - 248}{600} \times 100\%$

  $= 0,587 \times 100\%$

  $= 58,7\ \%$

- 800 mg/L

  absorbansi rata-rata = 0,295

  $y = 0,0005x + 0,005$

  $0,0005x = 0,295 + 0,005$

  $x = \frac{0,3}{0,0005}$

  $= 600$ mg/L

  $\% \text{ Degradasi} = \frac{800 - 600}{800} \times 100\%$

  $= 0,25 \times 100\%$

  $= 25\ \%$

- 1000 mg/L

  absorbansi rata-rata = 0,442

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$y = 0{,}0005x + 0{,}005$$

$$0{,}0005x = 0{,}442 + 0{,}005$$

$$x = \frac{0{,}447}{0{,}0005}$$

$$= 894 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{1000 - 894}{1000} \text{ x } 100\%$$

$$= 0{,}106 \text{ x } 100\%$$

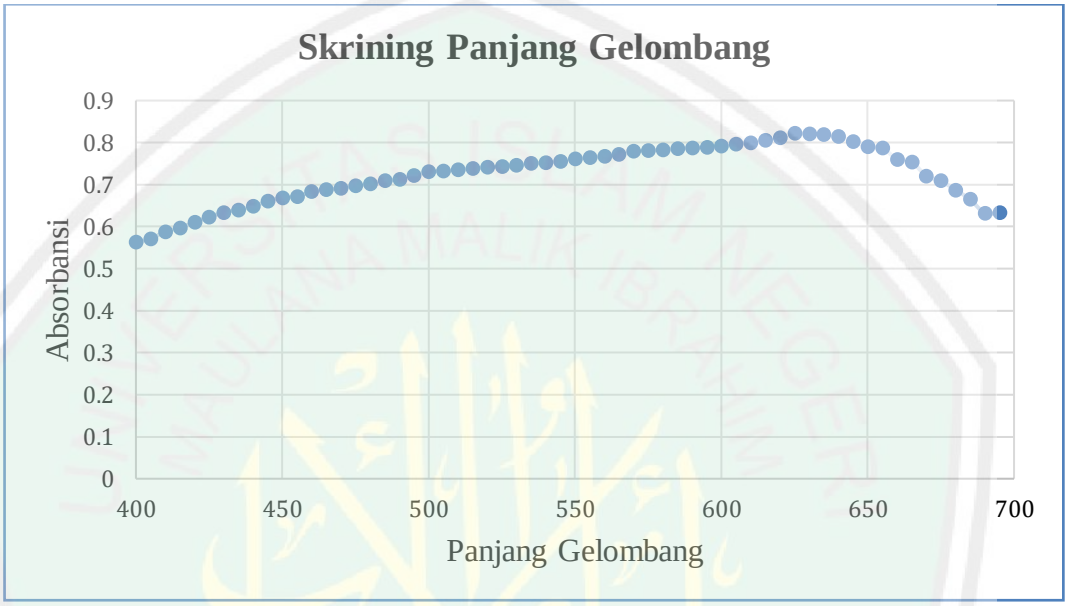
$$= 10{,}6\ \%$$

10. Lampiran *Screening* Panjang Gelombang Maksimum

No.	Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi	Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
1	400	0,563	550	0,762
2	405	0,571	555	0,765
3	410	0,588	560	0,768
4	415	0,597	565	0,772
5	420	0,611	570	0,779
6	425	0,623	575	0,781
7	430	0,634	580	0,783
8	435	0,64	585	0,786
9	440	0,648	590	0,787
10	445	0,661	595	0,789
11	450	0,668	600	0,792
12	455	0,672	605	0,797
13	460	0,683	610	0,799
14	465	0,688	615	0,805
15	470	0,692	620	0,811
16	475	0,697	625	0,823
17	480	0,702	630	0,821
18	485	0,709	635	0,82
19	490	0,713	640	0,815
20	495	0,722	645	0,802
21	500	0,731	650	0,791
22	505	0,732	655	0,788
23	510	0,735	660	0,76
24	515	0,738	665	0,754
25	520	0,741	670	0,721
26	525	0,743	675	0,709

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

27	530	0,746	680	0,687
28	535	0,75	685	0,665
29	540	0,752	690	0,632
30	545	0,756	695	0,633



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Date: 1/29/2020 Time: 7:37:26 PM File: 01-071-1167 User: dwi rahayu noviant

Name and formula

Reference code:	00-009-0466
Mineral name:	Albite, ordered
PDF index name:	Sodium Aluminum Silicate
Empirical formula:	$AlNaO_8Si_3$
Chemical formula:	$NaAlSi_3O_8$

Crystallographic parameters

Crystal system:	Anorthic
Space group:	C-1
a (Å):	8.1440
b (Å):	12.7870
c (Å):	7.1600
Alpha (°):	94.2600
Beta (°):	116.6000
Gamma (°):	87.6700
Calculated density (g/cm^3):	2.62
Measured density (g/cm^3):	2.61
Volume of cell (10^6 pm^3):	332.42
Z:	4.00
RIR:	2.10

Status, subfiles and quality

Status:	Diffraction data collected at non ambient temperature
Subfiles:	Inorganic Mineral Educational pattern Forensic
Quality:	Star (S)

Comments

Color:	Colorless, gray, white, bluish
General comments:	Low temperature structure. For variations in 2q with composition to 50% anorthite see Smith, *Mineral. Mag.*, **31** 47 (1956), also Smith, Yoder, *Am. Mineral.*, **41** 632 (1956).
Sample source:	Specimen from Amelia, Virginia, USA.
Analysis:	Composition (wt.%): albite 98.2, orthoclase 1.8.
Optical data:	A=1.525, B=1.529, Q=1.536, Sign=+, 2V=70°
Additional pattern:	To replace 1-739 and validated by calculated pattern 20-554.
Melting point:	1118°

References

Primary reference:	Smith., *Mineral. Mag.*, **31**, 47, (1956)
Optical data:	Winchell, H., *Elements of Optical Mineralogy*, **2**, 312, (1951)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Date: 1/29/2020 Time: 7:37:26 PM File: 01-071-1167 User: dwi rahayu noviant

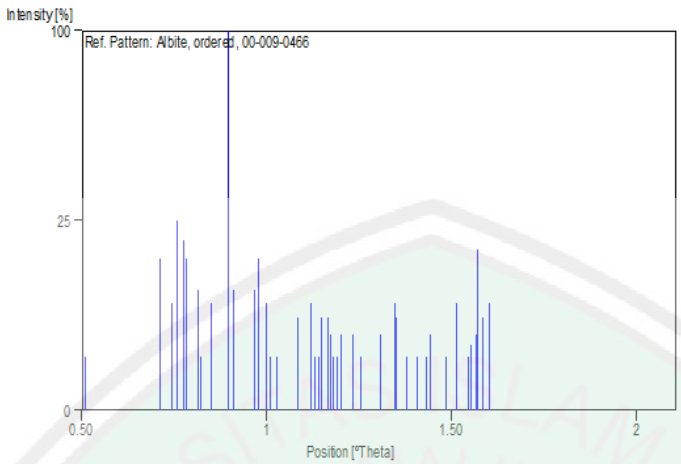
Peak list

No.	h	k	l	d [A]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	1	6.39000	0.897	20.0
2	-1	-1	1	5.94000	0.965	2.0
3	-1	1	1	5.59000	1.025	2.0
4	-2	0	1	4.03000	1.422	16.0
5	1	-1	1	3.85700	1.486	8.0
6	1	1	1	3.78000	1.516	25.0
7	1	3	0	3.68400	1.555	20.0
8	-1	-3	1	3.66300	1.564	16.0
9	-1	-1	2	3.50900	1.633	10.0
10	-2	-2	1	3.48400	1.645	2.0
11	-1	1	2	3.37500	1.698	8.0
12	0	0	2	3.19600	1.793	100.0
13	-2	2	0	3.15100	1.818	10.0
14	1	-3	1	2.96400	1.933	10.0
15	0	-2	2	2.93300	1.954	16.0
16	1	3	1	2.86600	1.999	8.0
17	-1	-3	2	2.84300	2.015	2.0
18	0	2	2	2.78700	2.056	2.0
19	-1	3	2	2.63900	2.171	6.0
20	-2	-4	1	2.56300	2.236	8.0
21	-3	-1	2	2.53800	2.258	2.0
22	1	-1	2	2.51100	2.282	2.0
23	2	-2	1	2.49600	2.296	6.0
24	2	2	1	2.46000	2.329	6.0
25	-2	4	1	2.44300	2.345	4.0
26	-1	-5	1	2.43100	2.357	2.0
27	2	4	0	2.40500	2.383	2.0
28	3	1	0	2.38800	2.399	4.0
29	-3	-3	1	2.32000	2.470	4.0
30	-1	1	3	2.27800	2.515	2.0
31	0	4	2	2.18900	2.618	4.0
32	0	6	0	2.12500	2.697	8.0
33	-1	-3	3	2.11900	2.704	6.0
34	2	-4	1	2.07600	2.760	2.0
35	2	4	1	2.03500	2.816	2.0
36	2	0	2	2.00000	2.865	2.0
37	0	6	1	1.98000	2.894	4.0
38	2	-2	2	1.92700	2.974	2.0
39	2	2	2	1.88900	3.033	8.0
40	-4	0	3	1.85100	3.096	2.0
41	-2	6	1	1.84400	3.108	3.0
42	-2	6	0	1.82900	3.133	4.0
43	0	-4	3	1.82400	3.142	18.0
44	1	1	3	1.80400	3.176	6.0
45	-2	0	4	1.78500	3.210	8.0

Stick Pattern

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Date: 1/29/2020 Time: 7:37:26 PM File: 01-071-1167 User: dwi rahayu noviant



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LEMBAR IDENTIFIKASI BAHAYA DAN PENILAIAN RESIKO
KEGIATAN PRAKTIKUM MAHASISWA

JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG	IDENTIFIKASI BAHAYA DAN PENILAIAN RESIKO	PENELITIAN Jumlah halaman : 1

JUDUL PENELITIAN : AKTIVITAS DEGRADASI ZAT WARNA INDIGOSOL BIRU MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2/ZEOLIT ALAM

No	Tahapan Kerja Penelitian	Potensi Bahaya	Upaya Pengendalian	Level		Tingkat Bahaya (R x P)
				Resiko ®	Peluang (P)	
1.	Aktivasi Zeolit	• Menghirup zeolit alam dapat menyebabkan batuk-batuk dan bersin • Iritasi pada kulit	• Menggunakan masker • Menggunakan sarung tangan	2	2	4
2.	Sintesis TiO_2/zeolit metode sol-gel	• Tumpah saat memasukkan TIP dan isopropanol ke dalam beaker dengan pipet ukur • TiO_2 jika paparan inhalasi dalam jumlah besar dapat menyebabkan mata, hidung, dan iritasi saluran pernapasan atau selaput lendir dan efek pengeringan sementara. Kontak yang berkepanjangan pada kulit sensitif dapat menyebabkan iritasi pada kulit dan mata.	• Berhati-hati dalam menggunakan memasukkan TIP dan isopropanol • Menggunakan sarung tangan • Tutup rapat di dalam tempat yang berventilasi baik. Kontak dengan kulit: cuci dengan air yang banyak dan lepaskan pakaian yang terkontaminasi. Kontak dengan mata: bilas dengan air yang banyak dengan kelopak mata terbuka lebar. Hubungi dokter mata. Terhirup: hirup udara segar, berikan napas buatan, berikan masker oksigen jika diperlukan, secepatnya hubungi dokter. Tertelan: berikan korban air minum yang banyak. Menggunakan APD yang lengkap.	2	2	4
3.	Dimasukkan ke dalam zeolit	• Menghirup zeolit alam dapat menyebabkan batuk-batuk dan bersin • Iritasi pada kulit	• Menggunakan masker • Menggunakan sarung tangan	2	2	4
4.	Diaduk dengan stirrer selama 4 jam	• Pengadukan yang terlalu cepat dapat menyebabkan larutan tumpah dan mengenai tubuh	• Hati-hati ketika mengatur kecepatan pengadukan dengan magnetik stirer	2	1	2
5.	Dikeringkan dalam oven pada suhu 100 ℃ selama 3 jam	• Memasukkan larutan dalam oven saat suhu tinggi	• Memakai sarung tangan ketika memasukkan endapan dalam oven • Hati-hati saat mengoperasikan oven	2	1	2

LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF M

6.	Bubuk yang peroleh dikalsinasi pada suhu 550℃	• Tangan dapat terbakar dalam tanur bersuhu tinggi	• Menggunakan alat bantu saat memasukkan bubuk dalam tanur	2	2	4
7.	Fotodegradasi indigosol biru dnegan variasi konsnerasi, variasi massa katalis dan lama penyinaran sinar UV	• Jika terkena sinar UV dapat menyebabkan kanker • Jika terhirup indigosol biru dapat menyebabkan iritasi mukosa, perasaan mengantuk dan pusing. Kontak dengan kulit dapat menyebabkan iritasi, kulit menjadi kasar dan merekah. Kontak dengan mata dapat menyebabkan iritasi mata, resiko kornea berkabut. Setelah tertelan dapat menyebabkan mual dan muntah	• Jauhkan dari sumber nyala • Terhirup indigosol biru: hirup udara segar, berikan napas buatan, berikan masker oksigen jika mungkin, segera hubungi dokter. Kontak dengan kulit: cuci dengan air yang cukup, lepaskan pakaian yang terkontaminasi. Kontak dengan mata: bilas dengan air yang banyak dengan kelopak mata terbuka lebar, hubungi dokter mata. Tertelan: perhatikan jika korban muntah. Resiko terjadi aspirasi. Jaga agar jalan udara tetap bebas, segera hubungi dokter • Menggunakan APD yang lengkap	2	2	4

KETERANGAN

RESIKO - merupakan suatu nilai yang ditetapkan untuk menentukan suatu tingkatan dampak/akibat berdasarkan keparahan yang disebabkan oleh kecelakaan kerja

Level-1	:	Tidak ada cedera, kerugian biaya rendah, kerusakan peralatan ringan
Level-2	:	Cedera ringan (hanya membutuhkan P3K), peralatan rusak ringan
Level-3	:	Menyebabkan cidera yang memerlukan perawatan medis ke rumah sakit, peralatan rusak sedang
Level-4	:	Menyebabkan cidera yang menyebabkan cacatnya anggota tubuh permanen, peralatan rusak berat
Level-5	:	Menyebabkan korban jiwa (kematian), peralatan rusak berat

PELUANG - merupakan suatu nilai yang ditetapkan untuk menentukan tingkat frekuensi terhadap kejadian kecelakaan kerja

Level-1	:	Hampir tidak pernah terjadi
Level-2	:	Frekuensi kejadian jarang terjadi waktu tahunan
Level-3	:	Frekuensi kejadian sedang dalam waktu bulanan
Level-4	:	Hampir 100 % terjadi kejadian tersebut
Level-5	:	100 % kejadian pasti terjadi

TINGKAT BAHAYA - merupakan hasil perkalian dari Resiko (R) dan Peluang (P) sebagai tetapan tingkat bahaya dari suatu pekerjaan yang dilakukan

SKOR :	1-4	Rendah	Masih dapat ditoleransi
	5-10	Sedang	Dikendalikan sampai batas toleransi
	11-25	Tinggi	Pemantauan intensif dan pengendalian

UNIVERSITY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG LIBRARY

	disusun oleh :	telah diperiksa oleh :	telah disetujui oleh : Ketua Jurusan
Tanggal	22 Oktober 2020	22 Oktober 2020	22 Oktober 2020
Tanda Tangan			
Nama	Husnul Fatimah	Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc	Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIM/NIP	15630058	NIDT. 19900906 20180201 2 239	NIP. 19790620 200604 2 002

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
PUSAT PERPUSTAKAAN
LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF