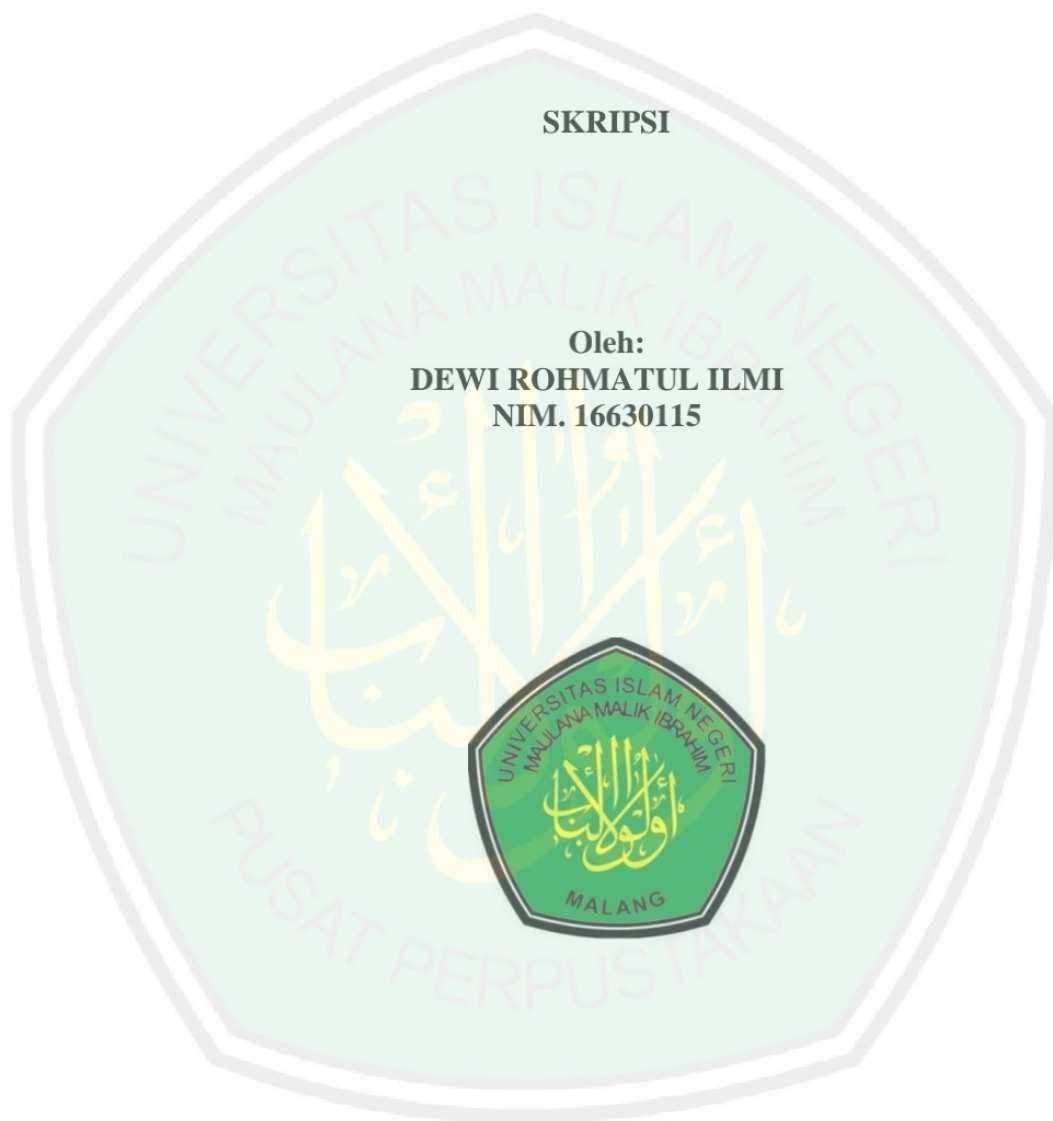


**FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS $\text{TiO}_2\text{-N}$ /ZEOLIT YANG DISINTESIS DENGAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
DEWI ROHMATUL ILMI
NIM. 16630115



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

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS TiO_2 -N/ZEOLIT YANG DISINTESIS DENGAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
DEWI ROHMATUL ILMI
NIM. 16630115

Diajukan Kepada :
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

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

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS TiO_2 -N/ZEOLIT YANG DISINTESIS DENGAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

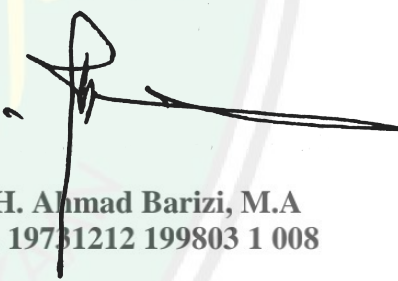
Oleh:
DEWI ROHMATUL ILMI
NIM. 16630115

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 21 Desember 2020

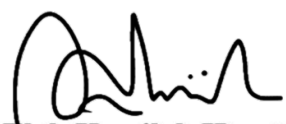
Pembimbing I


Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIDT. 19900906 20180201 2 239

Pembimbing II


Dr. H. Ahmad Barizi, M.A
NIP. 19731212 199803 1 008

Mengetahui,
Ketua Jurusan


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

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS $\text{TiO}_2\text{-N/ZEOLIT}$ YANG DISINTESIS DENGAN
METODE SONIKASI**

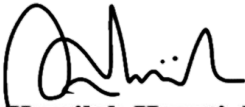
SKRIPSI

Oleh:
DEWI ROHMATUL ILMI
NIM. 16630115

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 21 Desember 2020

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M. Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Penguji	: Vina Nurul Istighfarini, M.Si LB. 63025	(.....)
Sekretaris Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(.....)
Anggota Penguji	: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A NIP. 19731212 199803 1 008	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Nama : Dewi Rohmatul Ilmi
NIM : 16630115
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : “Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/Z}$ Zeolit Yang Disintesis Dengan Metode Sonikasi”

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 kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini merupakan hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 30 Desember 2020
Yang membuat pernyataan,



Dewi Rohmatul Ilmi
NIM. 16630115

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk berpikir, berkarya, dan berjuang hingga mempersembahkan hasil karya ini kepada mereka yang telah menjadikan penulis sebagai salah satu insan yang mereka dicintai.

Pertama, penulis persembahkan karya ini kepada bapak tercinta, Alm. Bapak Pardi, lelaki pertama yang penulis temui dalam hidup penulis. Akan tetapi Sang Maha Pencipta telah menuliskan rencana indah-Nya, menjadikan beliau terlebih dahulu berada disisi-Nya. Beliaulah yang telah mengajarkan kepada penulis bahwa seorang insan harus bisa menjadi pribadi yang kuat setiap saat dan mandiri dalam menghadapi segala tantangan. Bapak, Dewi kangen!

Kedua, penulis persembahkan kepada ibu tercinta, Ibu Asrikah. Doa beliaulah yang selalu mengiringi langkah penulis hingga penulis dapat berdiri sampai detik ini. Dengan ribuan untaian doa yang terucap dalam setiap sujudnya agar putrinya dapat terus melangkah tanpa mengenal rasa putus asa. Beliaulah yang telah mengajarkan arti kesabaran. Karena sabar merupakan sebuah percaya, percaya bahwa sesuatu sedang berubah menuju ke arah yang lebih baik dengan diiringi oleh doa.

Ketiga, kepada kakak perempuan satu-satunya, Zulfa Aziza Andriani yang tidak pernah lelah membimbing, mendukung, memberikan kritik, saran, dan masukan serta selalu menemani penulis dalam situasi dan kondisi apapun.

Ian Novandy Syahputra, pria lain yang dihadirkan dalam kehidupan penulis oleh Sang Maha Pemberi yang mengajarkan kesabaran dalam jarak dan perbedaan zona waktu. Memang tidak ada salahnya untuk memiliki dan membeli apa saja akan tetapi, lebih baik memiliki hati untuk memastikan bahwa kita tidak kehilangan hal-hal yang tidak dapat dinilai dengan materi.

Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya my beloved supervisor yang sangat luar biasa dalam memberikan bimbingan, arahan, dan nasehat selama penyelesaian tugas akhir ini.

Teman seperjuangan kimia Tita, Alma, Zulia, Amalia Firda, Teguh, Gurid, Indra, Afif, Andri, Ayuma, Rika, Fatih, kimia angkatan 2016, tim riset kimia anorganik 2020 lainnya, serta teman-teman Badan Pengurus Wilayah IV Ikatan Himpunan Mahasiswa Kimia Indonesia yang telah memberikan positive vibes, mengajarkan kerjasama dalam tim, serta memberikan ilmu yang belum didapatkan di bangku perkuliahan.

Terimakasih untuk setiap tawa yang tak ternilai, setiap tangis yang terhapus, setiap jatuh dan bangun, setiap peluang ditengah putus asa, setiap doa dan dukungan, segala macam pembelajaran, serta siapapun yang percaya bahwa kehidupan bukanlah kompetisi adu cepat.

Thank you my amazing support system. I don't know who I'd be without you!!!

MOTTO

Semua yang ada di dunia fisik terbuat dari atom. Atom terbuat dari energi. Dan energi terbuat dari kesadaran di mana membunyikan dan mempertahankan denting suara hati agar tetap senada dengan yang dialami merupakan hal yang sangat penting untuk meraih limpahan kebahagiaan dalam hidup. Kuncinya adalah ketetapan hati untuk sengaja bertanggung jawab atas getaran pikiran dan perasaan kita sendiri. Bukan saja atas vibrasi yang mendatangkan kemudahan, tetapi juga bertanggung jawab atas getaran hati yang tanpa disadari ikut andil atas hadirnya kesulitan dalam hidup.

Nasib bukanlah suatu kebetulan, melainkan pilihan.
Bukan suatu yang kita tunggu kedatangannya, melainkan kita jemput pencapaiannya.

~ William Jennings Bryan ~

Urip iku urup nanging aja lali yen urip iku
"memayu hayuning bawana"

KATA PENGANTAR



Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah Swt. Yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang, atas limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/Z}$ Zeolit yang Disintesis dengan Metode Sonikasi”**. Semoga apa yang penulis usahakan dapat bermanfaat bagi kita semua. Sholawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Agung, penuntun umatnya hingga akhir zaman yang senantiasa berlandaskan Al-qur'an dan As-sunnah yaitu Nabi Muhammad Saw. Selanjutnya penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu menyelesaikan skripsi ini, khususnya kepada:

1. Prof. Dr. H. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing utama dalam penyusunan dan penyelesaian tugas akhir ini. Terimakasih yang sebesar-besarnya untuk setiap bimbingan, waktu, dan kesabaran yang telah diberikan kepada penulis.
5. Dr. H. Ahmad Barizi, M.A selaku pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, nasehat, dan masukan kepada penulis.

6. Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si selaku dosen pembimbing akademik. Terimakasih untuk setiap bimbingan, motivasi, dan segala masukan selama menjalani perkuliahan.
7. Eny Yulianti, M.Si dan Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku dosen penguji skripsi yang telah memberikan banyak masukan dan wawasan.
8. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, segenap laboran, dan admin jurusan kimia yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
9. Orang tua serta keluarga besar penulis yang selalu memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil.
10. Teman-teman Jurusan Kimia, Badan Pengurus Wilayah IV IKAHIMKI, serta semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan skripsi ini.

Dengan menyadari atas terbatasnya ilmu yang penyusun miliki dengan kata-kata yang hanya terdiri dari susunan alfabet sederhana memiliki daya pengaruh yang baik dan bisa berdampak negatif jika tidak dirangkai secara bijaksana. Penulis menyadari bahwa skripsi ini tentu jauh dari kesempurnaan, untuk itu dengan senang hati penulis mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penulisan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif bagi kita semua, Aamiin.

Malang, 30 Desember 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
ABSTRAK	xvi
ABSTRACT	xvii
ملخص البحث.....	xviii
 BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan	7
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat Penelitian	8
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Material Semikonduktor	9
2.1.1 Material Semikonduktor TiO ₂	10
2.1.2 Struktur Kristal TiO ₂	10
2.2 Fotokatalis TiO ₂	12
2.3 Zeolit Alam sebagai Material Penyangga Semikonduktor TiO ₂	14
2.4 Nitrogen sebagai Dopan Semikonduktor TiO ₂	16
2.5 Metil Jingga.....	18
2.6 Sintesis TiO ₂ -N/zeolit	
2.6.1 Komposit TiO ₂ -N.....	20
2.6.2 Impregnasi TiO ₂ -N dalam Zeolit	22
2.6.3 UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (UV-Vis DRS)	23
2.6.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	26
2.6.5 <i>Forier Transform Infra Red</i> (FTIR)	29
2.7 Anjuran Menjaga Lingkungan dalam Islam	
2.7.1 Ekologi dalam Islam	31
2.7.2 Air sebagai Sumber Kehidupan	33
2.7.3 Cahaya dalam Islam.....	33
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	36
3.2 Alat dan Bahan	

	x
3.2.1 Alat.....	36
3.2.2 Bahan	36
3.3 Tahap Penelitian.....	37
3.4 Prosedur Kerja	
3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit.....	37
3.4.2 Sintesis TiO ₂ -N	38
3.4.3 Impregnasi TiO ₂ -N/zeolit	38
3.4.4 Karakterisasi Energi Celah Pita, Struktur Kristal, dan Gugus Fungsi Pada Pada Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit	
3.4.4.1 Analisis Daerah Serapan dan Energi Celah Pita dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS	38
3.4.4.2 Identifikasi Kristalinitas Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit dengan Teknik Difraksi Sinar X	39
3.4.4.3 Identifikasi Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit dengan Menggunakan FTIR .	39
3.4.5 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit pada Degradasi Metil Jingga	
3.4.5.1 Pembuatan Larutan Induk Metil Jingga 100 ppm.....	39
3.4.5.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga	40
3.4.5.3 Pembuatan Kurva Standar Metil Jingga	40
3.4.5.4 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Waktu Penyinaran	40
3.4.5.5 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Massa Fotokatalis.....	41
3.4.5.6 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Konsentrasi Metil Jingga	41
3.5 Analisis Data	42
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis TiO ₂ -N/zeolit	
4.1.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam.....	43
4.1.2 Sintesis TiO ₂ -N	45
4.1.3 Pengembangan TiO ₂ -N dalam Zeolit Alam.....	46
4.2 Karakterisasi Material Hasil Sintesis TiO ₂ -N/zeolit	
4.2.1 Analisis Daerah Serapan dan Energi Celah Pita Material TiO ₂ -N/zeolit Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS.....	47
4.2.2 Analisis Struktur Material TiO ₂ -N/zeolit Menggunakan Metode Difraksi Sinar X.....	48
4.2.3 Analisis Gugus Fungsi Material TiO ₂ -N/zeolit Menggunakan FTIR.....	51
4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit Terhadap Metil Jingga	
4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga	53
4.3.2 Pembuatan Kurva Baku Metil Jingga	54
4.3.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit Terhadap Degradasi Metil Jingga Variasi Waktu Penyinaran	55
4.3.4 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit Terhadap Degradasi Metil Jingga Variasi Massa Fotokatalis dengan Waktu Penyinaran Optimum.....	59
4.3.5 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit Terhadap Degradasi Metil Jingga Variasi Konsentrasi Metil Jingga dengan Waktu Penyinaran dan Massa Fotokatalis Optimum.....	61
4.4 Integrasi Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	64

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	69
5.2 Saran.....	69

DAFTAR PUSTAKA.....	70
----------------------------	-----------

LAMPIRAN.....	77
----------------------	-----------



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Energi celah pita dan persen degradasi TiO ₂ /zeolit.....	25
Tabel 2.2	Pengaruh suhu kalsinasi terhadap fasa dan energi celah pita TiO ₂	28



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Diagram tingkat energi berbagai tipe semikonduktor.....	10
Gambar 2.2	Struktur TiO_2 fasa (a) rutil, (b) anatase, dan (c) brookite.....	11
Gambar 2.3	Skema proses fotokatalisis TiO_2	12
Gambar 2.4	Tetrahedral alumina dan silika pada struktur zeolit.....	14
Gambar 2.5	Pengaruh adsorben sebagai material penyangga	15
Gambar 2.6	Perbedaan spektra (a) TiO_2 dan (b) $\text{TiO}_2\text{-N}$	17
Gambar 2.7	Substitusi atom oksigen oleh atom nitrogen dalam TiO_2	17
Gambar 2.8	Perbandingan pita valensi dan pita konduksi TiO_2 tanpa dopan dan TiO_2 dopan N	18
Gambar 2.9	Struktur metil jingga	19
Gambar 2.10	Mekanisme efek kavitas akustik.....	21
Gambar 2.11	Karakterisasi UV-Vis DRS nanopartikel TiO_2	24
Gambar 2.12	Energi celah pita pada hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ dari prekursor TiCl_4 dan urea ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$).....	24
Gambar 2.13	Energi celah pita TiO_2 yang diimbaskan dalam zeolit ZY-5, ZY-60, dan mordenit.....	25
Gambar 2.14	Difraktogram TiO_2 P25, $\text{TiO}_2\text{-N}$, dan TiO_2 sintesis (anatase dan brookite)	27
Gambar 2.15	Difraktogram zeolit (merah) dan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ (biru)	28
Gambar 2.16	Spektrum IR (a) Zeolit; (b) TiO_2 ; dan (c) $\text{TiO}_2\text{-zeolit}$	30
Gambar 2.17	Spektrum IR TiO_2 (warna hitam) dan terdoping (warna merah).....	30
Gambar 2.18	Spektrum IR $\text{TiO}_2\text{-N}/\text{zeolit}$	31
Gambar 4.1	Reaksi zeolit alam yang teraktivasi oleh HCl	44
Gambar 4.2	Sampel (a) Zeolit alam sebelum teraktivasi dan (b) setelah teraktivasi.....	44
Gambar 4.3	Dugaan reaksi yang terjadi antara TiO_2 dan $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$	45
Gambar 4.4	Sampel (a) TiO_2 anatase; (b) $\text{TiO}_2\text{-N}$; (c) zeolit; dan (d) $\text{TiO}_2\text{-N}/\text{zeolit}$	46
Gambar 4.5	Plot hubungan antara %Reflektansi dengan panjang gelombang (nm).....	47
Gambar 4.6	Hubungan antara $(F(R)h\nu)^{1/2}$ dengan energi (eV).....	48
Gambar 4.7	Hasil difraktogram (a) Standar zeolit mordenit; (b) Standar TiO_2 anatase; dan (c) $\text{TiO}_2\text{-N}/\text{zeolit}$	50
Gambar 4.8	Hasil perbesaran difraktogram (a) Standar TiO_2 dan (b) $\text{TiO}_2\text{-N}/\text{zeolit}$	51
Gambar 4.9	Hasil spektra IR (a) zeolit mordenit (b) $\text{TiO}_2\text{-N}/\text{zeolit}$	52
Gambar 4.10	Panjang gelombang maksimum metil jingga.....	54
Gambar 4.11	Kurva baku metil jingga	55
Gambar 4.12	Hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}/\text{zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga dengan variasi waktu penyinaran	57
Gambar 4.13	Tahapan reaksi degradasi senyawa azo metil jingga	58
Gambar 4.14	Hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}/\text{zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga variasi massa fotokatalis.....	59

Gambar 4.15	Hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga variasi konsentrasi metil jingga.....	61
Gambar L.4.1	Nilai Energi Celah Pita TiO_2 Anatas Menggunakan Persamaan Kubelka-Munk.....	87
Gambar L.4.2	Nilai Energi Celah Pita $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Menggunakan Persamaan Kubelka-Munk.....	88
Gambar L.5.1	Difraktogram $\text{TiO}_2\text{-N/Zeolit}$	89
Gambar L.6.1	Spektra FTIR Zeolit Alam	90
Gambar L.6.2	Spektra FTIR $\text{TiO}_2\text{-N/Zeolit}$	91
Gambar L.7.1	Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga	92
Gambar L.7.2	Penentuan Kurva Baku Metil Jingga	93
Gambar L.9.1	Preparasi dan Aktivasi Zeolit Menggunakan HCl 6 M.....	99
Gambar L.9.2	Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$	99
Gambar L.9.3	Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N}$ dalam Zeolit Alam.....	100
Gambar L.9.4	Pembuatan Kurva Baku Metil Jingga	100
Gambar L.9.5	Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Variasi Waktu Penyinaran	100
Gambar L.9.6	Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Variasi Massa Fotokatalis	101
Gambar L.9.7	Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Variasi Konsentrasi Metil Jingga	101

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian	76
Lampiran 2	Diagram Alir.....	77
Lampiran 3	Pembuatan Larutan.....	83
Lampiran 4	Penentuan Energi Celah Pita Menggunakan Persamaan Kubelka-Munk.....	87
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi XRD	89
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi FTIR	90
Lampiran 7	Panjang Gelombang Maksimum dan Kurva Baku Metil Jingga.....	92
Lampiran 8	Perhitungan Uji Aktivitas TiO ₂ -N/zeolit terhadap Metil Jingga.....	94
Lampiran 9	Dokumentasi Penelitian.....	99



ABSTRAK

Ilmi, D. R. 2020. **Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ /Zeolit yang Disintesis dengan Metode Sonikasi**. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc, Pembimbing II: Drs. H. Ahmad Barizi, M.A

Kata kunci: Titanium dioksida, nitrogen, zeolit alam, sonikasi, metil jingga.

Limbah cair industri tekstil merupakan limbah yang mengandung zat warna yang disebabkan karena adanya proses pewarnaan menggunakan bahan kimia. Salah satu metode teknologi penanggulangan limbah pada industri tekstil adalah fotodegradasi menggunakan fotokatalis dari semikonduktor dengan bantuan sinar UV. TiO_2 merupakan material semikonduktor yang sering digunakan dalam fotokatalis karena memiliki stabilitas termal yang tinggi dan mempunyai aktivitas fotokatalitik yang baik. Namun TiO_2 memiliki laju rekombinasi yang cepat dengan energi celah pita yang besar ($E_g = 3,20$ eV) sehingga hanya dapat bekerja pada sinar UV. Salah satu upaya untuk mengatasi masalah tersebut adalah dengan mendoping TiO_2 dengan nitrogen serta diimpregnasikan ke dalam zeolit alam. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji sifat fotokatalis material $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit yang disintesis dengan metode sonikasi dan dikarakterisasi menggunakan UV-Vis DRS, XRD, dan FTIR. Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit berhasil disintesis dengan rekatan TiO_2 dan urea dengan perbandingan komposisi 90:10. Data UV-Vis DRS menunjukkan bahwa TiO_2 murni dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit masing-masing memiliki energi celah pita sebesar 3,05 dan 2,70 eV. Hasil XRD menunjukkan fasa tunggal $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit dan tidak ditemukan fasa pengotor. Hasil FTIR menunjukkan puncak vibrasi ulur Ti-O-Ti dan kisi TiO_2 teridentifikasi pada bilangan gelombang 667 cm^{-1} dan 1385 cm^{-1} , puncak Ti-N pada bilangan gelombang 1455 cm^{-1} , sedangkan puncak zeolit alam mordenit pada bilangan gelombang 445, 1056, 1649, dan 3435 cm^{-1} . Hasil uji aktivitas dengan bantuan sinar UV menunjukkan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit optimum pada waktu penyinaran selama 100 menit dengan massa fotokatalis sebanyak 50 mg dan konsentrasi metil jingga 10 ppm dengan persen degradasi sebesar 29,47%.

ABSTRACT

Ilmi, D. R. 2020. **Photodegradation Methyl Orange using $\text{TiO}_2\text{-N/Z}$ zeolite Photocatalyst Synthesized by Sonication Method**. Thesis. Departemen of Chemistry, Science and Technology Faculty, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Supervisor II: Drs. H. Ahmad Barizi, M.A

Keywords: Titanium dioxide, nitrogen, natural zeolite, sonication, methyl orange.

Textile industry wastewater is waste that contains dye caused by chemical dyeing process. One of technological methodes to prevent waste from textile industry is photodegradation using photocatalyst from semiconductor with help of UV rays. TiO_2 is semiconductor material which is often used in photocatalyst because it has high thermal stability and has good photocatalytic activity. But TiO_2 has fast recombinant rate with large bandgap energy ($E_g=3,20$ eV) so it can only work in UV rays. One of the efforts to overcome this problem is by doping TiO_2 with nitrogen and impregnating it into natural zeolites. The aim of the research is to examine the properties of photocatalyst material $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ which is synthesized with sonication methode and characterized with UV-Vis DRS, XRD, and FTIR. Photocatalyst $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ successfully synthesized with TiO_2 dan urea with a composition ratio is 90:10. The UV-Vis DRS data showed that each pure TiO_2 and $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ had bandgap energy was 3,05 and 2,70 eV. The XRD result showed single phase and no impurity was found. The FTIR results showed that the Ti-O-Ti stretching vibration peaks and the TiO_2 lattice were identified at wave numbers 667 cm^{-1} and 1385 cm^{-1} , the Ti-N peaks at wave numbers 1455 cm^{-1} , while the mordenite natural zeolite peaks at wave numbers 445, 1056, 1649, and 3435 cm^{-1} . The result of activity test with help of UV rays showed photocatalyst $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ was optimum at 100 minutes irradiation time with 50 mg photocatalyst mass and 10 ppm concentration of methyl orange with percent degradation was 29.47%.

ملخص البحث

علمي، ديوي رحمة. ٢٠٢٠. التحلل الضوئي من مادة لون الميثيل البرتقالي (Methyl Orange) استخدام التحفيز الضوئي TiO_2-N أو توليف الزيوليت من خلال طريقة السونيكاسي. البحث العلمي. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: لولوعتول حميدة عليا الماجستير ؛ المشرف الثاني: د. الحاج أحمد بريزي الماجستير

الكلمات الرئيسية: بي أكسيد التيتانيوم، النيتروجين، الزيوليت الطبيعي، السونيكاسي، الميثيل البرتقالي
النفا ت السائلة من مصنع النسيج هي النفا ت التي تحتوي على المواد الملونة الناتجة من عملية التلوين استخدام المواد الكيميائية. وإحدى طريقة التقنية في إدارة النفا ت في صناعة النسيج هو التحلل الضوئي استخدام التحفيز الضوئي من أشباه الموصلات بمساعدة الأشعة فوق البنفسجية (UV). إن مادة بي أكسيد التيتانيوم (TiO_2) هي مادة أشباه الموصلات التي تستخدم غالبا في التحفيز الضوئي لأن لديها استقرار حراري عال ولديها أيضا نشاط التحفيز الضوئي الجيد. ولكن مادة بي أكسيد التيتانيوم (TiO_2) معدل إعادة التركيب السريع بطاقة فجوة النطاق الكبيرة (على سبيل المثال = ٣.٢٠ إلكترون فولت) التي يمكنها العمل في ضوء الأشعة فوق البنفسجية. إحدى الجهود المبذولة للتغلب على هذه المشكلة هي إضافة مادة TiO_2 لنيتروجين وتشريبها في الزيوليت الطبيعي. يهدف هذا البحث إلى دراسة فحص الخصائص التحفيزية الضوئية لمادة TiO_2-N أو توليف الزيوليت من خلال طريقة السونيكاسي وتتميز استخدام التحليل الطيفي للانعكاس المنتشر لأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV-Vis DRS)، و حيود الأشعة السينية (XRD)، و تحويل فورييه للطيف لأشعة تحت الحمراء (FTIR). تم تصنيع التحفيز الضوئي TiO_2-N / توليف الزيوليت برابطة TiO_2 و برابطة اليور بنسبة التكوين ٩٠:١٠. وتظهر من بيا ت التحليل الطيفي للانعكاس المنتشر لأشعة فوق البنفسجية حيث أن TiO_2 الخالص و TiO_2-N / الزيوليت يحتوي على طاقة فجوة ٣.٠٥ و ٢.٧٠ إلكترون فولت. وظهرت أن نتائج حيود الأشعة السينية في مرحلة واحدة من TiO_2-N / زيوليت ولم يجد في مرحلة قذرة. وظهرت أن نتائج تحويل فورييه للطيف لأشعة تحت الحمراء تدل على حد اهتزازات التمدد $Ti-O-Ti$ و مادة شعرية TiO_2 التي تم تحقيقها في رقم الموج ٦٦٧ سم^{-١} و ١٣٨٥ سم^{-١}، وحد $Ti-N$ في رقم الموج ١٤٥٥ سم^{-١}، أما حد الزيوليت الطبيعي الموردنيات في رقم الموج ٤٤٥، ١٠٥٦، ١٦٤٩، ٣٤٣٥ سم^{-١}. وظهرت أن نتائج اختبار النشاط بمساعدة ضوء الأشعة فوق البنفسجية حيث أن المحفز الضوئي TiO_2-N / الزيوليت الأمثل أثناء وقت التعرض هو ١٠٠ دقيقة بكتلة محفزة ضوئية ٥٠ مجم وتركيز الميثيل البرتقالي من ١٠ ترميز جزء في المليون بنسبة التحلل ٤٧ ٢٩٪.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah merupakan bahan buangan yang keberadaannya tidak dikehendaki karena dapat mengganggu lingkungan. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 101 Tahun 2014 pasal 1 ayat (2) tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun menyebutkan bahwa limbah adalah sisa suatu usaha atau kegiatan. Dengan demikian jika dalam suatu limbah ditemukan senyawa yang dapat mengakibatkan pencemaran, maka diperlukan suatu pengolahan khusus untuk mengurangi potensi kerusakan lingkungan (Arief, 2016). Salah satu industri yang merupakan kontributor dalam pencemaran lingkungan adalah industri tekstil.

Limbah yang dihasilkan industri tekstil umumnya berupa limbah zat warna yang disebabkan karena adanya proses pewarnaan menggunakan pewarna sintesis. Menurut Couto (2009), pewarna sintetis digunakan dalam proses pewarnaan karena harganya yang relatif murah, mudah digunakan, serta mempunyai stabilitas yang tinggi terhadap cahaya. Banyaknya molekul zat warna limbah tekstil yang dibuang ke dalam perairan akan menghalangi sinar matahari untuk masuk ke dalam perairan, sehingga dapat menghambat proses fotosintesis pada tanaman air dan menyebabkan kematian makhluk hidup dalam lingkungan.

Metil jingga merupakan zat warna asam atau yang banyak digunakan oleh industri tekstil sebagai pewarna dasar kulit, kain katun, dan tannin. Metil jingga mempunyai ukuran molekul $1,58 \times 0,65 \times 0,26$ nm yang mengandung gugus azo (Teng *et al.*, 2012). Limbah zat warna hasil aktivitas industri tekstil seperti metil jingga umumnya berupa senyawa organik *nonbiodegradable* yang menyebabkan

pencemaran lingkungan perairan. Sehingga jika terlalu lama berada di lingkungan akan sulit diuraikan dan menjadi sumber penyakit karena bersifat karsinogenik dan mutagenik.

Krisis lingkungan merupakan isu hangat yang diperbincangkan oleh berbagai kalangan. Masrokhin (2014) menyebutkan bahwa hubungan islam dengan konsep ekologi islam menurut Sayyed Hossein Nasr disebabkan karena adanya budaya modernitas yang cenderung meninggalkan dimensi spiritualitasnya. Salah satu penyebab kerusakan alam dan lingkungan saat ini adalah semakin canggihnya teknologi yang menjadikan manusia mudah mengeksploitasi dan mengeksplorasi alam hingga melampaui batas tanpa memperhatikan aspek keberlanjutan lingkungan (Nurhayati, 2018). Islam mengajarkan untuk peduli terhadap lingkungan bahkan memerintahkan manusia untuk memelihara alam semesta. Banyak ayat Allah yang memberikan peringatan kepada manusia tentang kerusakan lingkungan, yaitu salah satunya Surat al A'raf ayat 56 berikut:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِنَ الْمُحْسِنِينَ
﴿الأعراف: ٥٦﴾

Artinya: “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdo'alah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik.” (Q.S. al A'raf 7:56).

Krisis ekologi di muka bumi semakin mendesak topik diskusi dalam bidang sains dan agama, salah satunya yaitu pencemaran air. Permasalahan tersebut dapat diselesaikan dengan mengubah cara pandang dan perilaku manusia terhadap lingkungan dan sumber daya air. Arti kata “*muhsinin*” dalam ayat diatas

adalah orang-orang yang berbuat baik. Dalam konsep ekologi dapat ditafsirkan sebagai orang-orang yang dapat menjalankan tindakan konservasi sumber daya air sebab tindakan tersebut merupakan tugas manusia sebagai wakil Allah SWT. Salah satu alternatif konservasi sumber daya air yang dapat dilakukan untuk mengurangi permasalahan air adalah mengolah limbah zat warna dari industri tekstil dengan cara menurunkan konsentrasinya sebelum masuk dalam lingkungan masyarakat secara efektif dan efisien (Juwita, 2011).

Teknologi penanggulangan limbah industri tekstil telah banyak dilakukan, misalnya secara kimia menggunakan koagulan dan secara fisika dengan sedimentasi maupun adsorpsi. Terdapat pula secara biologi yang telah diterapkan akan tetapi, tidak didapatkan hasil yang maksimal karena zat warna tahan terhadap degradasi biologi. Dengan demikian perlu dikembangkan suatu metode baru yang mudah diterapkan dengan harga yang relatif murah, salah satu yaitu fotodegradasi menggunakan fotokatalis dengan bantuan sinar UV.

Fotodegradasi merupakan proses penguraian senyawa menggunakan fotokatalis dengan bantuan foton untuk mengaktifkan katalis. Fotokatalis adalah bahan yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh foton. Prinsip dari fotodegradasi adalah jika suatu logam semikonduktor dikenai foton maka akan terjadi loncatan elektron dari pita valensi menuju pita konduksi dan menyebabkan terbentuknya *hole* (lubang elektron) yang dapat berinteraksi dengan pelarut (air) membentuk radikal $\bullet\text{OH}$ (Maldotti *et al.*, 2000). Menurut Wijaya *et al.* (2006), fotodegradasi dapat menguraikan zat warna organik, logam berat, maupun desinfeksi bakteri menjadi bentuk yang lebih sederhana serta aman bagi lingkungan.

Umumnya bahan yang dapat digunakan sebagai fotokatalis adalah bahan semikonduktor seperti TiO_2 , WO_3 , dan SnO_3 . TiO_2 merupakan material semikonduktor yang sering digunakan dalam fotokatalis karena memiliki stabilitas termal yang tinggi, mempunyai laju rekombinasi yang cepat, serta mempunyai aktivitas fotokatalis yang baik. Mano *et al.* (2014) menyebutkan bahwa TiO_2 fasa anatas yang memiliki energi celah pita sebesar 3,20 eV merupakan material semikonduktor paling baik sebagai fotokatalis UV. Hal ini dikarenakan pada struktur anatas memiliki aktivitas fotokatalis lebih tinggi dibandingkan rutil dan brookit.

Aktivitas fotokatalis dapat ditingkatkan dengan mengembangkan fotokatalis dalam mineral alam seperti zeolit. Pengembangan dilakukan pada zeolit karena mempunyai pori yang besar dengan luas permukaan relatif tinggi dan dapat menyerap zat organik maupun anorganik. Zeolit terdiri atas gugus alumina dan silika oksida dalam bentuk tetrahedral yang saling dihubungkan dengan atom oksigen. Menurut Selishchev dan Kozlov (2014), TiO_2 yang diembankan dalam zeolit dapat meningkatkan luas permukaan TiO_2 dari 208 menjadi $396 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ serta volume pori meningkat dari 0,15 menjadi $0,68 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$. Guesh *et al.* (2015) juga telah mengembangkan TiO_2 ke dalam zeolit mordenit untuk mendegradasi metil jingga. Dari penelitian tersebut diperoleh luas permukaan TiO_2 meningkat dari 96 menjadi $304 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ dengan persen degradasi meningkat dari 42,98% menjadi 98,05%. Dengan demikian luas permukaan yang cukup luas dari zeolit dapat digunakan sebagai adsorben untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis.

Modifikasi fotokatalis TiO_2 dapat ditambahkan dopan dari logam maupun nonlogam. Modifikasi dengan menggunakan dopan logam akan menghasilkan

limbah baru berupa logam berat. Untuk menghindari hal tersebut, maka digunakan dopan dari nonlogam seperti N, C, S, P, dan F. Dopan N merupakan dopan paling efektif karena dapat menggantikan posisi atom O pada kisi TiO_2 sehingga dapat memperkecil energi celah pita TiO_2 (Riyani dkk., 2012). Berdasarkan penelitian Permatasari dkk. (2015), dopan N pada TiO_2 dapat meningkatkan ukuran partikel dan mengalami penurunan energi celah pita sebesar 0,02 eV. Lestari dkk. (2015) memaparkan bahwa TiO_2 -N/zeolit dapat menyerap dan menguraikan surfaktan LAS sebanyak 94,30%. Hal ini menunjukkan bahwa fotokatalis TiO_2 -N dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi zat warna.

Waktu penyinaran pada proses fotodegradasi merupakan lamanya interaksi antara fotokatalis dengan foton dalam menghasilkan $\bullet\text{OH}$ serta dengan senyawa target. Degradasi suatu zat warna akan meningkat seiring dengan bertambahnya lama penyinaran (Lestari dkk., 2015). Peningkatan persen degradasi dapat ditingkatkan dengan menambahkan jumlah fotokatalis dalam larutan zat warna. Dalam fotokatalis heterogen, semakin banyak jumlah fotokatalis maka jumlah sisi aktif akan meningkat sehingga energi foton yang terserap oleh fotokatalis semakin banyak (Hadi dan Wahab, 2015). Selain itu konsentrasi senyawa target yang digunakan juga dapat mempengaruhi proses fotodegradasi. Semakin besar konsentrasi senyawa target, maka semakin banyak jumlah molekulnya. Sehingga akan menyebabkan kompetisi antar molekul pada senyawa target untuk teradsorpsi oleh katalis semakin besar (Nikazar *et al.*, 2007).

Beberapa metode yang dapat digunakan untuk sintesis material fotokatalis TiO_2 -N/zeolit adalah metode sonikasi, hidrotermal, sol-gel, dan impregnasi. Salah satu metode yang sering digunakan adalah metode sonikasi sebab metode sintesis

material yang menggunakan gelombang suara (ultrasonik) sebagai sumber energi dapat mendorong perubahan sifat fisika dan kimia dalam medium cairan. Metode sonikasi dapat mempercepat proses pelarutan suatu materi dengan prinsip pemecahan reaksi intermolekuler sehingga terbentuk suatu partikel yang berukuran nano (Akgedik *et al.*, 2016). Menurut Awati dkk. (2003), sintesis TiO_2 dengan menggunakan metode sonikasi dapat menciptakan stabilitas termal yang lebih tinggi, distribusi atau dispersi nanopartikel yang lebih seragam, memiliki luas permukaan serta kemurnian fasa yang tinggi.

Berdasarkan uraian tersebut, dalam meningkatkan efisiensi fotokatalis perlu dilakukan *doping* menggunakan nitrogen untuk memperkecil energi celah pita TiO_2 yang diimbangkan dalam zeolit alam. Dengan demikian dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ menggunakan metode sonikasi dengan karakterisasi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita, karakterisasi struktur dipelajari menggunakan XRD, serta karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam material hasil sintesis. Selanjutnya dilakukan uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap degradasi zat warna metil jingga dengan variasi waktu penyinaran sinar UV, massa fotokatalis, dan konsentrasi metil jingga.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana energi celah pita, struktur kristal, dan gugus fungsi dari material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ yang disintesis menggunakan metode sonikasi berdasarkan hasil analisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS, XRD, dan FTIR?

2. Berapa waktu penyinaran optimum yang dapat digunakan untuk mendegradasi metil jingga dengan menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$?
3. Berapa masa optimum $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ yang dapat digunakan untuk mendegradasi metil jingga?
4. Berapa konsentrasi optimum metil jingga pada proses degradasi dengan menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui energi celah pita, struktur kristal, dan gugus fungsi dari material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ yang disintesis menggunakan metode sonikasi berdasarkan hasil analisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS, XRD, dan FTIR.
2. Untuk mengetahui waktu penyinaran optimum yang dapat digunakan untuk mendegradasi metil jingga dengan menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$.
3. Untuk mengetahui masa optimum $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ yang dapat digunakan untuk mendegradasi metil jingga.
4. Untuk mengetahui konsentrasi optimum metil jingga pada proses degradasi dengan menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Material $\text{TiO}_2\text{-N}$ disintesis dengan menggunakan metode sonikasi.
2. Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ menggunakan metode impregnasi.
3. Variasi waktu penyinaran yang digunakan adalah 40, 60, 80, 100, dan 120 menit.

4. Variasi massa fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ yang digunakan adalah 20, 30, 40, 50, dan 60 mg.
5. Variasi konsentrasi metil jingga yang digunakan adalah 1, 5, 10, 15, dan 20 mg/L.
6. Karakterisasi energi celah pita dipelajari dengan Spektrofotometer UV-Vis DRS.
7. Karakterisasi struktur dipelajari menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD).
8. Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam material $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ hasil sintesis.
9. Pengukuran konsentrasi metil jingga dilakukan dengan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi kepada masyarakat tentang karakteristik material fotokatalis TiO_2 dengan dopan nitrogen yang diimbaskan pada zeolit alam yang meliputi energi celah pita, struktur kristal, dan gugus fungsi yang terdapat dalam material hasil sintesis yang disintesis menggunakan metode sonikasi. Penelitian ini dilakukan untuk membantu pengembangan ilmu dan teknologi pada degradasi polutan zat warna metil jingga untuk mengurangi limbah cair industri tekstil.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

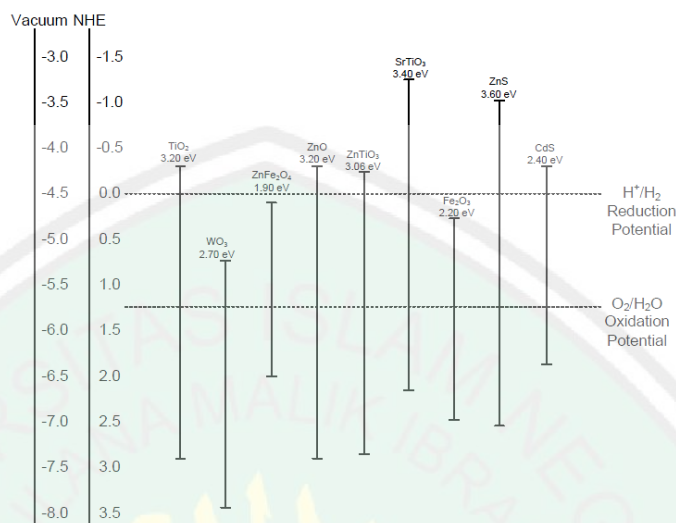
2.1 Material Semikonduktor

Semikonduktor mempunyai konduktivitas listrik di antara isolator dan konduktor dengan resistivitas 10^{-2} hingga $10^7 \Omega\text{m}$. Pada semikonduktor terdapat pita konduksi yaitu pita dengan energi tertinggi dan pita valensi atau pita dengan energi terendah yang terisi oleh elektron. Letak pita konduksi dan pita valensi yang tidak saling tumpang tindih disebabkan karena adanya suatu celah yang disebut dengan energi celah pita (*band gap*). Lebar celah pita sebanding dengan energi celah pita yang digunakan oleh semikonduktor untuk melakukan eksitasi (Schmidt, 2007).

Semikonduktor dengan celah pita yang cukup lebar tidak dapat mengalami eksitasi kecuali mendapatkan energi seperti foton. Elektron pada pita valensi yang mengalami eksitasi menuju pita konduksi akan membentuk lubang (*hole*) dan sebagai pembawa muatan negatif, sedangkan *hole* pada pita valensi sebagai pembawa muatan positif di mana keduanya akan berpartisipasi sebagai penghantar arus. Semikonduktor seperti TiO_2 , ZnO , ZrO , CeO_2 , CdS , dan ZnS merupakan jenis fotokatalis heterogen yang biasanya digunakan sebagai fotokatalis (Schmidt, 2007).

Hashimoto dkk. (2012) melaporkan bahwa banyak penelitian sebelumnya yang telah menggunakan bahan katalis dari material semikonduktor. Beberapa penelitian membuktikan bahwa TiO_2 dalam larutan tersuspensi merupakan katalis yang efektif dan efisien sebagai fotokatalis. Menurut Joshi dan Shrivastava (2010), TiO_2 merupakan katalis paling unggul di antara yang lain karena TiO_2

mempunyai energi celah pita yang relatif besar, yaitu 3,20 eV. Adapun diagram tingkat energi celah pita berbagai semikonduktor ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Diagram tingkat energi berbagai tipe semikonduktor (Schmidt, 2007)

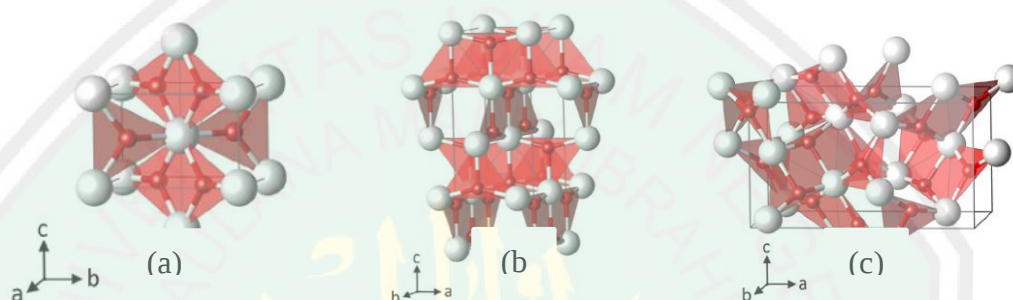
2.1.1 Material Semikonduktor TiO₂

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan salah satu semikonduktor yang memiliki luas permukaan yang besar, stabilitas kimia yang tinggi, serta memiliki aktivitas fotokatalis pada sinar UV. TiO₂ memiliki energi celah pita yang sesuai untuk proses fotokatalis (3,20 eV), sehingga elektron akan mudah melakukan eksitasi ketika diinduksi dengan cahaya ultraviolet. Orbital molekul titania berasal dari ikatan kulit 3d pada atom Ti dan kulit 2p pada atom O (Dastan dan Chaure, 2014).

2.1.2 Struktur Kristal TiO₂

TiO₂ secara mikroskopis memiliki bentuk berupa amorf dan kristal. Kristal TiO₂ mempunyai tiga jenis struktur polimorf yaitu rutil, anatas, dan brokit. Rutil merupakan bentuk kristal paling stabil di antara yang lain, sehingga lebih mudah

ditemukan dalam bentuk murninya. Pada fase anatase, proses eksitasi elektron mudah terjadi sehingga anatase merupakan fase kristal paling reaktif terhadap cahaya, sedangkan brookit merupakan jenis kristal paling sulit dimurnikan dari mineralnya (Landmann *et al.*, 2012). Jenis kristal titania dapat ditampilkan pada Gambar 2.2.

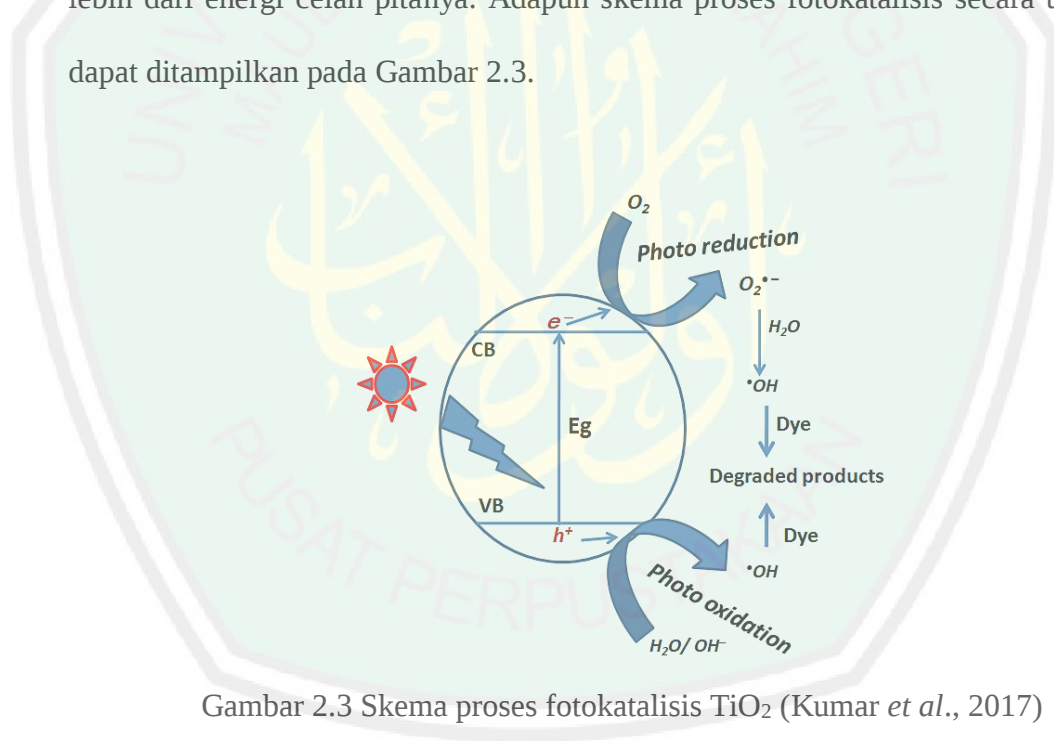


Gambar 2.2 Struktur TiO_2 fasa (a) rutil; (b) anatase; dan (c) brookit (Landmann *et al.*, 2012)

Anatase dan rutil merupakan struktur yang kerap digunakan dalam proses fotokatalis. Ditinjau dari segi kereaktifannya, struktur kristal anatase dapat menunjukkan aktivitas yang lebih baik daripada yang lain karena anatase memiliki luas permukaan yang lebih besar sehingga sisi aktif (*defect sites*) per unit lebih besar (Sasti, 2011). Menurut Hashimoto dkk. (2005), serbuk TiO_2 dalam bentuk kristal anatase mempunyai potensial reduksi pada pita konduksi sebesar -1,00 V dan potensial oksidasi pada pita oksidasi sebesar +3,00 V dengan ukuran partikel lebih kecil dari pada rutil. Menurut Linsebigler *et al.* (1995), struktur anatase dapat teramati dengan suhu pemanasan TiO_2 mulai dari 120°C hingga 500°C dengan membentuk struktur anatase titanium (IV) tetragonal. Hal tersebut diperkuat oleh Lisi (2002) bahwa TiO_2 anatase dapat muncul jika dikalsinasi pada rentang suhu pemanasan antara 400 hingga 650°C.

2.2 Fotokatalis TiO₂

Fotodegradasi merupakan proses penguraian senyawa organik menjadi senyawa yang lebih ramah bagi lingkungan dengan bantuan foton. Prinsip fotodegradasi menggunakan prinsip fotokatalisis yaitu suatu proses fotokimia yang dibantu oleh katalis terintegrasi agar terjadi reaksi transformasi kimia yang berlangsung pada permukaan bahan katalis semikonduktor dengan bantuan cahaya dari foton dengan energi tertentu (Aliah dan Karnila, 2015). TiO₂ merupakan material semikonduktor paling banyak digunakan sebagai fotokatalis. TiO₂ dapat berfungsi sebagai katalis apabila disinari oleh energi dari foton yang setara atau lebih dari energi celah pitanya. Adapun skema proses fotokatalisis secara umum dapat ditampilkan pada Gambar 2.3.

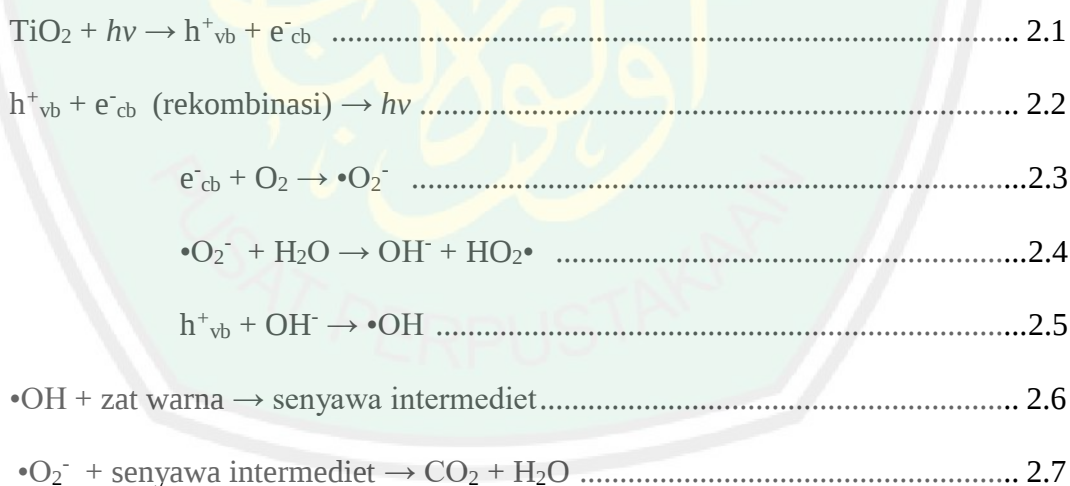


Gambar 2.3 Skema proses fotokatalisis TiO₂ (Kumar *et al.*, 2017)

Menurut Hoffman *et al.* (1995), mekanisme proses fotokatalis dimulai dengan pemberian foton ($h\nu$) pada semikonduktor TiO₂ dengan energi yang sesuai atau lebih besar dari energi celah pitanya sehingga akan terjadi penyerapan foton. Elektron selanjutnya mengalami eksitasi menuju pita konduksi dengan

meninggalkan lubang positif atau *hole* (h^+) pada pita valensi. Sebagian pasangan elektron dan *hole* akan berekombinasi dengan melepas panas atau bermigrasi pada keadaan awal baik di permukaan maupun di dalam partikel yang bereaksi dengan senyawa teradsorpsi dengan melepaskan energi foton. Sebagian dari pasangan *electron-hole* lainnya dapat bertahan hingga sampai ke permukaan semikonduktor yang menginisiasi reaksi reduksi-oksidasi. Elektron selanjutnya bereaksi dengan molekul O_2 pada permukaan TiO_2 untuk membentuk anion radikal superoksida ($\bullet O_2^-$). Anion tersebut akan bereaksi dengan molekul air (H_2O) yang terabsorpsi untuk menghasilkan ion hidroksida (OH^-) dan bereaksi dengan *hole* membentuk $\bullet OH$ yang merupakan agen pengoksidasi yang sangat reaktif dalam mendegradasi senyawa organik menjadi CO_2 dan H_2O .

Mekanisme proses fotokatalitik semikonduktor TiO_2 pada degradasi zat warna dapat dijelaskan sebagai berikut:

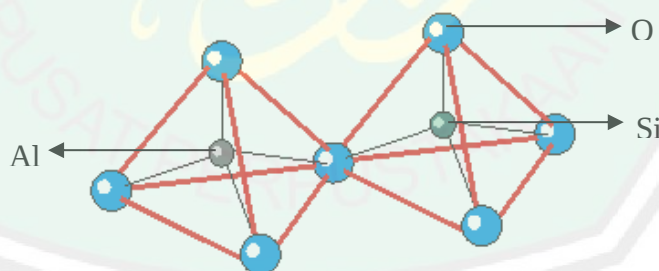


Dekade terakhir banyak upaya yang dilakukan untuk memaksimalkan kinerja TiO_2 untuk mendegradasi zat warna *nonbiodegradable*. Upaya tersebut dilakukan dengan cara mendistribusikan TiO_2 ke dalam *material supporting* seperti mineral alam zeolit. Guesh dkk. (2016) telah melakukan perbandingan

TiO₂ dengan TiO₂ terimpregnasi dalam zeolit Y dengan suhu kalsinasi 550°C selama 6 jam untuk mendegradasi metil jingga. Adapun dari hasil penelitian tersebut didapatkan laju degradasi metil jingga meningkat 34% jika TiO₂ diimpregnasikan pada zeolit Y. Sehingga mineral alam seperti zeolit dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi degradasi zat warna.

2.3 Zeolit Alam sebagai Material Penyangga Semikonduktor TiO₂

Zeolit dibedakan menjadi dua yaitu alam dan sintesis. Zeolit mempunyai rumus kimia $M_8(\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96})_{24}\text{H}_2\text{O}$ dengan M adalah kation penyeimbang. Menurut Wang dan Peng (2010), zeolit terbentuk dari jaringan silika alumina tetrahedral dengan struktur yang relatif teratur dan terdapat rongga di dalamnya yang terisi oleh logam alkali atau alkali tanah sebagai penyeimbang muatan. Rongga-rongga tersebut merupakan suatu sistem saluran yang dapat diisi oleh molekul air. Sehingga menjadikan zeolit mempunyai daya adsorpsi yang tinggi. Adapun struktur tetrahedral pada zeolit dapat ditampilkan pada Gambar 2.4.

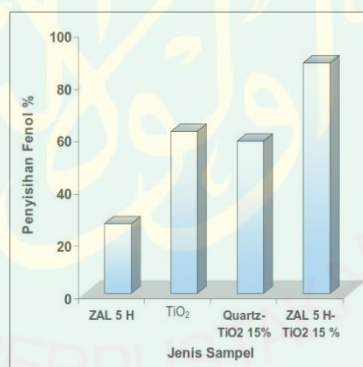


Gambar 2.4 Tetrahedral alumina dan silika pada struktur zeolit (Las, 2004)

Aktivitas zeolit sebagai adsorben dapat ditingkatkan dengan melakukan aktivasi. Aktivasi zeolit dilakukan melalui pengasaman dengan menambahkan HCl atau H₂SO₄ untuk menghilangkan pengotor anorganik. Menurut Ertan dan Ozkan (2005), pengasaman atau proses dealuminasi pada zeolit menyebabkan

terjadinya pertukaran kation dengan H^+ . Melalui proses pengasaman maka rasio Si/Al dari zeolit alam dapat ditingkatkan agar kandungan alumina dalam zeolit lebih maksimal sehingga zeolit menjadi lebih stabil pada temperatur tinggi.

Zeolit adalah material yang paling banyak digunakan sebagai pengemban pada proses fotokatalis. Hal ini disebabkan karena zeolit mampu menyerap zat organik maupun anorganik. Shankar dkk. (2006) memaparkan bahwa zeolit dapat memperkecil agregasi TiO_2 sehingga mengakibatkan kapasitas adsorpsi semakin besar. Slamet dkk. (2008) telah melakukan penelitian pengaruh penggunaan adsorben zeolit sebagai penyangga dalam mendegradasi fenol dengan diagram dapat disajikan pada Gambar 2.5. Hasil penelitian menunjukkan bahwa modifikasi zeolit alam Lampung pada TiO_2 dapat meysisihkan fenol sebesar 88,2% pada konsentrasi AFT (Adsorben Fotokatalis Terintegrasi).



Gambar 2.5 Pengaruh adsorben zeolit sebagai penyangga (Slamet dkk., 2008)

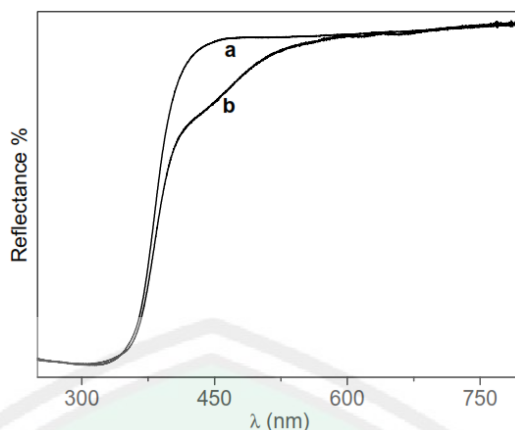
Modifikasi fotokatalis TiO_2 dapat menggunakan pengantar atau dopan dari logam maupun nonlogam untuk meningkatkan efisiensi fotokatalis. Penggunaan dopan logam dapat menimbulkan limbah logam berat sehingga strategi untuk menurunkan energi celah pita TiO_2 dapat menggunakan dopan nonlogam. Berbagai studi telah dilakukan dengan menambahkan dopan seperti C, N, B, dan

S akan tetapi, untuk menurunkan energi celah pita pada semikonduktor TiO_2 dopan nitrogen lebih efektif dan efisien dibandingkan yang lain. Hal ini dikarenakan jari-jari ionik N tidak jauh berbeda dengan atom O. Orbital $2p$ pada atom N yang dekat dengan orbital $2p$ pada atom O menyebabkan nitrogen mampu membentuk level energi baru di atas pita valensi. Sehingga panjang gelombang TiO_2 dapat bergeser ke daerah yang lebih besar atau daerah sinar tampak (Rane *et al.*, 2006).

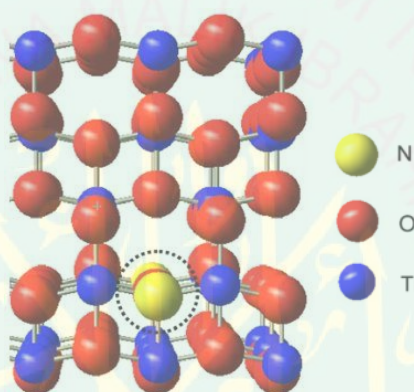
2.4 Nitrogen sebagai Dopan Semikonduktor TiO_2

Doping merupakan proses memasukkan atom lain untuk memaksimalkan kinerja, meningkatkan konduktivitas, dan menurunkan energi celah pita. Adanya dopan pada semikonduktor dapat mengurangi rekombinasi muatan *photohole* atau *photoelectron*. Dalam proses pendopingan nitrogen, urea dapat digunakan sebagai sumber nitrogen karena kandungan nitrogen dalam urea cukup tinggi yaitu 46%. Penggunaan urea sebagai sumber dopan nitrogen diharapkan elektron dalam urea dapat bergerak dari satu atom ke atom yang lain secara leluasa sehingga dapat mengurangi energi celah pita dari TiO_2 secara signifikan (Karim dkk., 2016).

Gambar 2.6 merupakan hasil spektra UV-Vis DRS dari TiO_2 tanpa doping (a) dan TiO_2 terdoping nitrogen (b). TiO_2 terdoping nitrogen mengalami pergeseran panjang gelombang menuju ke daerah sinar tampak serta elektron yang diinduksi akan ditransfer dari *solid surface* menuju *electron surface* (adsorbat) seperti molekul oksigen (Valentine *et al.*, 2007). Visualisasi substitusi atom O oleh atom N pada kisi TiO_2 dapat ditampilkan pada Gambar 2.7.



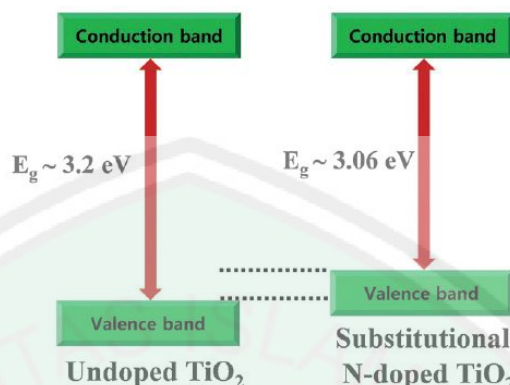
Gambar 2.6 Spektra (a) TiO₂ dan (b) TiO₂-N (Valentine *et al.*, 2007)



Gambar 2.7 Penggantian atau substitusi atom O oleh atom N pada kisi TiO₂ (Asahi dan Morikawa, 2007)

Menurut Valentin *et al.* (2007), masuknya atom N dalam kisi TiO₂ dapat mempengaruhi celah pita energi TiO₂ karena adanya pencampuran orbital antara atom N dan O. Sehingga dengan masuknya atom N ke dalam kisi TiO₂ dapat meningkatkan absorpsi sinar dan aktivitas fotokatalis untuk cahaya tampak serta dapat menyempitkan energi celah pita TiO₂ seperti yang disajikan pada Gambar 2.8. Menurut Ansari *et al.* (2016), ketika dopan nitrogen ditambahkan ke dalam kisi TiO₂, maka elektron pada pita konduksi akan beregenerasi pada permukaan katalis yang digunakan oksigen untuk mendegradasi senyawa organik dalam air dengan menghasilkan spesies oksidatif seperti anion radikal superoksida dan

radikal hidroksil. Kedua spesies tersebut merupakan radikal yang sangat reaktif untuk mendegradasi polutan organik dalam air.



Gambar 2.8 Perbandingan pita valensi dan pita konduksi TiO_2 tanpa dopan dan TiO_2 dopan N (Ansari *et al.*, 2016)

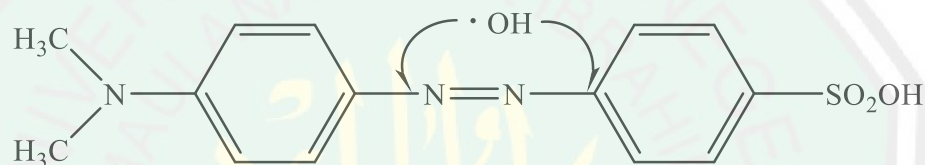
Cheng *et al.* (2011) menyebutkan bahwa nanopartikel TiO_2 terdoping N memiliki energi celah pita sebesar 1,95 eV dengan energi celah pita TiO_2 tanpa doping 3,10 eV. TiO_2 -N juga mengalami peningkatan persentase degradasi dalam mendegradasi fenol yaitu sebesar 69,3%, sedangkan tanpa doping hanya 24%. Menurut Gurkan *et al.* (2012), sintesis TiO_2 -N dari TiO_2 P-25 degusa dengan urea sebagai sumber nitrogen dengan kadar urea masing-masing 0,10; 0,25; dan 0,50 (b/b) memiliki energi celah pita berturut-turut 2,90; 2,88; dan 2,79 eV. Lestari dkk. (2015) juga melaporkan fotokatalis TiO_2 -N/zeolit dalam proses degradasi dapat digunakan hingga empat kali pemakaian dengan persen degradasi diatas 50%.

2.5 Metil Jingga

Metil jingga merupakan salah satu zat warna azo yang paling banyak digunakan dalam proses pewarnaan. Metil jingga mempunyai rumus kimia $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ dengan massa molekul relatif 327,33 gram/mol, serta panjang

gelombang maksimum 465 nm. Gugus azo yang dimiliki metil jingga menjadikannya sebagai zat warna sintesis paling reaktif dalam proses pencelupan tekstil (Widjajanti dkk., 2011).

Metil jingga dibuat dari asam sulfaniat dan N, N-dimethylaniline. Senyawa azo dapat berupa senyawa aromatik atau alifatik yang stabil dengan warna yang menyala. Senyawa azo bersifat toksik, karsinogenik, dan mutagenik yang dapat menyebabkan sumber penyakit jika terlalu lama di lingkungan perairan (Amalina dkk., 2016). Struktur metil jingga dapat ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Struktur metil jingga (Getoff, 1995)

Chen *et al.* (2011) memaparkan bahwa nanopartikel ZnO yang disintesis menggunakan metode presipitasi pada suhu 550°C selama 120 menit mampu mendegradasi metil jingga dengan variasi konsentrasi metil jingga 5 hingga 50 mg/L. Berdasarkan penelitian tersebut, fotokatalis ZnO yang disinari oleh sinar UV mempunyai aktivitas degradasi optimum pada konsentrasi 50 mg/L. Hadi dan Wahab (2015) telah melakukan degradasi metil jingga menggunakan fotokatalis TiO₂-N dengan variasi konsentrasi metil jingga dari 5 hingga 30 ppm. Berdasarkan penelitian tersebut, aktivitas degradasi metil jingga optimum terdapat pada konsentrasi 10 ppm dengan persen degradasi sebesar 98%. Selain itu Kansal *et al.* (2006) juga telah melakukan degradasi metil jingga menggunakan ZnO dengan variasi waktu penyinaran 0, 30, 60, dan 90 menit serta variasi katalis 0,25; 0,50; 0,7; 1,00; 1,25; 1,50; 1,5; dan 2,00 g/L. Hasil penelitian membuktikan

bahwa waktu penyinaran optimum terdapat pada menit ke 90 serta konsentrasi optimum ZnO adalah 1 g/L.

Menurut Huang *et al.* (2007), TiO₂ yang didopan oleh Pt dan diimbangkan pada zeolit menggunakan metode sol-gel dapat mendegradasi metil jingga sebanyak 86,20% dengan massa optimum Pt sebesar 1,5 wt%. A'yun (2019) juga telah melakukan sintesis TiO₂ yang dilapiskan pada plat kaca dengan menggunakan metode SODIS (*Solar Desinfection Water*) untuk mendegradasi metil jingga dengan variasi konsentrasi metil jingga 1; 2,5; 5; 10; dan 25 ppm. Adapun hasil degradasi optimum terdapat pada konsentrasi 25 ppm dengan persen degradasi sebanyak 88,39%.

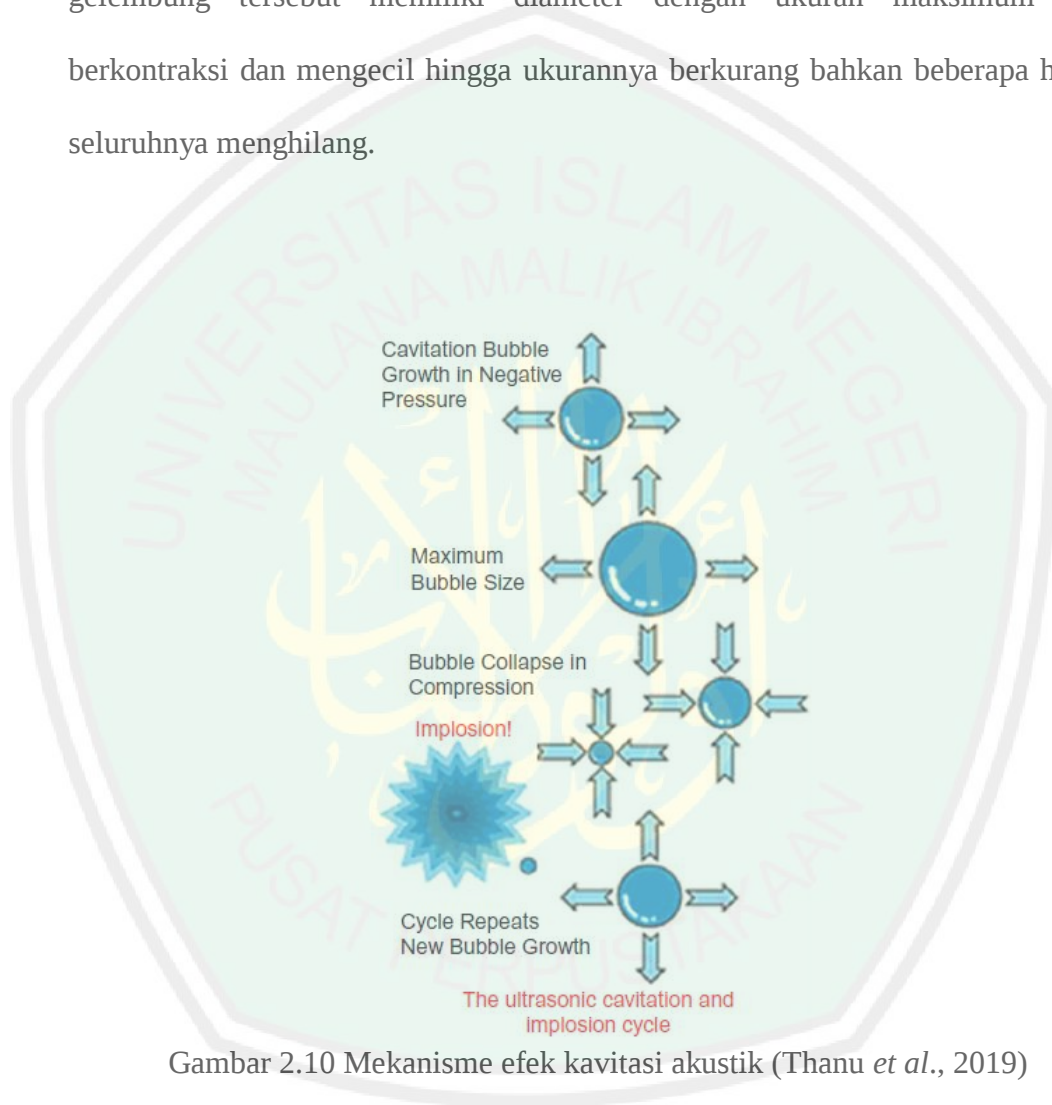
2.6 Sintesis TiO₂-N/zeolit

2.6.1 Komposit TiO₂-N

Terdapat berbagai macam metode yang dapat digunakan untuk mensintesis fotokatalis, salah satunya adalah sonikasi. Amalina dkk. (2016) menyebutkan bahwa pada metode sonikasi terdapat pemecahan agregat hidroksida logam yang menyebabkan larutan tampak lebih homogen dengan membentuk suspensi berwarna akibat adanya radiasi gelombang ultrasonik. Sehingga terjadi difusi atom antara kedua molekul yang selanjutnya mengalami reaksi kondensasi dan melepaskan H₂O menjadi TiO₂-N. Prinsip metode sonikasi adalah dengan memanfaatkan efek kavitasi akustik.

Menurut Thanu *et al.* (2019), mekanisme kavitasi akustik dapat diilustrasikan pada Gambar 2.10. Ketika energi gelombang ultrasonik yang diberikan dalam medium cair cukup besar, maka regangan gelombang dapat memecah ikatan molekul antar larutan dan gas-gas yang terlarut dalam larutan

akan terperangkap karena putusnya ikatan molekul ketika timbul rapatan kembali. Akibatnya timbul gelembung-gelembung gas yang terperangkap (efek kavitasi). Selama proses kavitasi berlangsung, terjadilah *bubble collapse* (ketidakstabilan gelembung) yaitu pecahnya gelembung akibat adanya suara. Gelembung-gelembung tersebut memiliki diameter dengan ukuran maksimum yang berkontraksi dan mengecil hingga ukurannya berkurang bahkan beberapa hingga seluruhnya menghilang.



Gambar 2.10 Mekanisme efek kavitasi akustik (Thanu *et al.*, 2019)

Timuda dkk. (2010) melaporkan bahwa sintesis TiO_2 menggunakan prekursor TiCl_4 dengan variasi waktu sonikasi 0,5; 1; 2; dan 4 jam dapat memberikan ukuran partikel sebesar 20,96; 18,65; 16,78; dan 20,96 nm. Mandzy (2005) melaporkan bahwa TiO_2 anatase, rutil, dan degussa dapat teraglomerasi dari

ukuran 1530, 1500, dan 1020 nm menjadi 300, 250, dan 230 nm ketika diberikan gelombang ultrasonik berfrekuensi 24 kHz. Dengan demikian sintesis menggunakan metode sonikasi dapat diperoleh ukuran partikel yang lebih kecil dengan morfologi mesopori yang berukuran nanometer.

2.6.2 Impregnasi TiO_2 -N dalam Zeolit

Upaya memaksimalkan kinerja zeolit sebagai katalis adalah dengan melakukan modifikasi terhadap zeolit dengan logam aktif. Impregnasi dengan mengembangkan suatu absorben dalam logam aktif dapat menambah stabilitas termal, memperpanjang penggunaan katalis, dan meningkatkan dispersi logam karena semakin luasnya permukaan absorben. Prinsip impregnasi adalah memasukkan katalis logam secara paksa kedalam rongga-rongga pengemban dengan cara merendam pengemban ke dalam prekursor logam aktif yang disertai dengan pengadukan (Wang *et al.*, 2009).

Impregnasi dapat dibedakan menjadi dua macam yaitu basah dan kering. Perbedaanannya adalah terletak pada perbandingan volume prekursor dengan volume penyangga yang digunakan. Pada impregnasi basah, volume larutan prekursor fasa aktif lebih dari volume pori penyangga (sekitar 1,5 kali), sedangkan impregnasi kering volume larutan prekursor fasa aktif kurang dari volume penyangga (1-1,2 kali). Impregnasi kering merupakan metode yang biasanya digunakan dalam sintesis katalis. Pada impregnasi basah lebih membutuhkan waktu yang cukup lama karena volume pelarut yang digunakan lebih banyak (Jong, 2009).

Barthe *et al.* (2009) telah melakukan penelitian endapan rhodium pada partikel silika berpori menggunakan impregnasi kering untuk mengontrol muatan

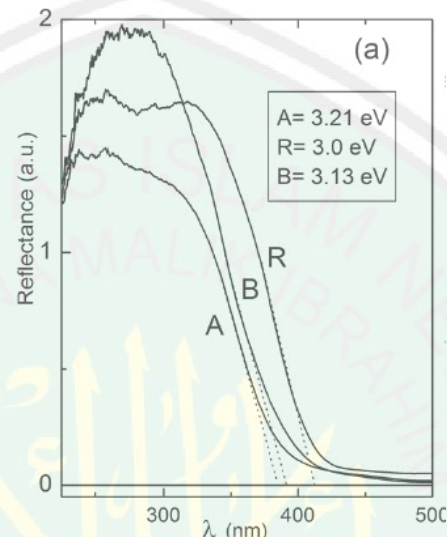
logam dengan muatan dalam partikel pendukung. Lestari dkk. (2015) menggunakan impregnasi kering untuk mensintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit dengan massa $\text{TiO}_2\text{-N}$ sebanyak 1,8 gram dan zeolit sebanyak 3 gram. Wildan dan Mutiara (2019) melaporkan bahwa sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit dapat menggunakan impregnasi kering dengan variasi massa $\text{TiO}_2\text{-N}$ (125, 150, dan 175 mg) dalam 5 gram zeolit. Berdasarkan penelitian tersebut, didapatkan massa $\text{TiO}_2\text{-N}$ optimum pada 175 mg.

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

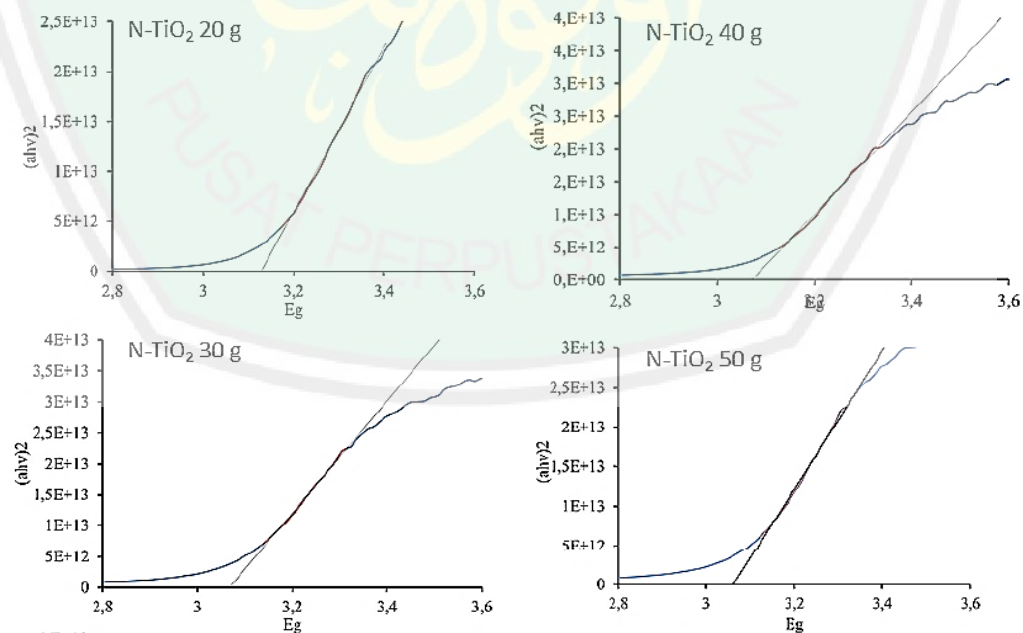
Spektrofotometer UV-Vis DRS merupakan alat untuk menentukan energi celah pita dari semikonduktor dengan berdasarkan teori Kubelka-Munk. Suatu lapisan material dengan ketebalan tertentu yang diradiasikan dengan sejumlah energi foton, maka material tersebut akan menyerap atau menghamburkan foton. Alat yang digunakan untuk mengukur besarnya absorbansi adalah Spektrofotometer UV-Vis dengan rentang panjang gelombang dari 200 nm sampai 800 nm.

Riyani dkk. (2012) telah melakukan studi penggunaan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ dengan hasil penelitian energi celah pita TiO_2 , $\text{TiO}_2\text{-N}$ (95:5), dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ (90:10) berturut-turut sebesar 3,05; 3,04; dan 3,02 eV dengan panjang gelombang sebesar 372,00; 372,58; dan 380,32 nm. Coronado *et al.* (2008) juga telah melakukan sintesis nanopartikel TiO_2 rutil, anatas, dan brukit dari serbuk titania. Adapun hasil karakterisasi UV-Vis DRS dapat ditampilkan pada Gambar 2.11 dengan energi celah pita rutil, anatas, dan brukit adalah 3,0; 3,21; dan 3,12 eV. Karim dkk. (2016) telah melakukan sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ dari prekursor TiCl_4 dan $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ sebagai sumber nitrogen menggunakan metode sol-gel dengan variasi konsentrasi $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 20, 30, 40, dan 50 g. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan

UV-Vis DRS, energi celah pita pada masing-masing konsentrasi adalah 3,12; 3,09; 3,08; dan 3,08 eV dengan energi celah pita TiO_2 tanpa doping sebesar 3,28 eV. Adapun hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS dapat ditampilkan pada Gambar 2.12.



Gambar 2.11 Karakterisasi UV-Vis DRS nanopartikel TiO_2 (Coronado, 2008)



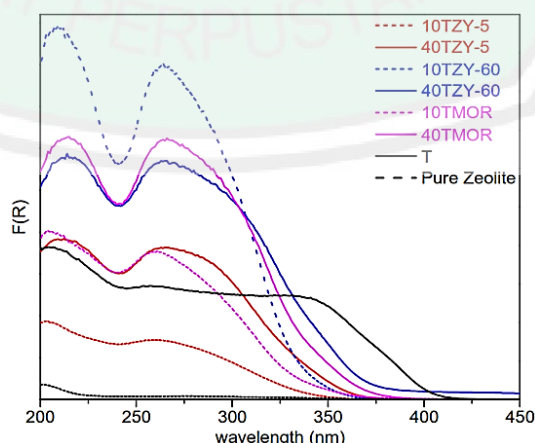
Gambar 2.12 Energi celah pita pada hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ dari prekursor TiCl_4 dan $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ (Karim dkk., 2016)

Guesh *et al.* (2015) telah melakukan degradasi zat warna metil jingga menggunakan fotokatalis TiO_2 /zeolit. TiO_2 diimbangkan ke dalam zeolit ZY-5, ZY-60, dan mordenit dengan variasi massa TiO_2 sebesar 10% dan 40%. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS pada Tabel 2.1 dan spektra pada Gambar 2.13, dikatakan bahwa semakin besar jumlah TiO_2 yang diimbangkan dalam zeolit, maka akan memberikan panjang gelombang yang semakin besar. Semakin besar panjang gelombang maka semakin kecil energi celah pita yang dibutuhkan oleh elektron untuk melakukan eksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Dengan demikian aktivitas yang diberikan untuk mendegradasi metil jingga semakin besar.

Tabel 2.1 Energi celah pita dan persen degradasi TiO_2 /zeolit

Sampel	Panjang gelombang (nm)	% degradasi
T	412	42,98
Zeolit	240	0
10T + ZY5	360	1,5
40T + ZY5	395	4,83
10T + ZY60	375	61,18
40T + ZY60	395	87,18
10T + MOR	355	31,24
40T + MOR	395	98,05

Sumber: Guesh *et al.* (2015)



Gambar 2.13 Energi celah pita TiO_2 yang diimbangkan dalam zeolit ZY-5, ZY-60, dan mordenit (Guesh *et al.*, 2015)

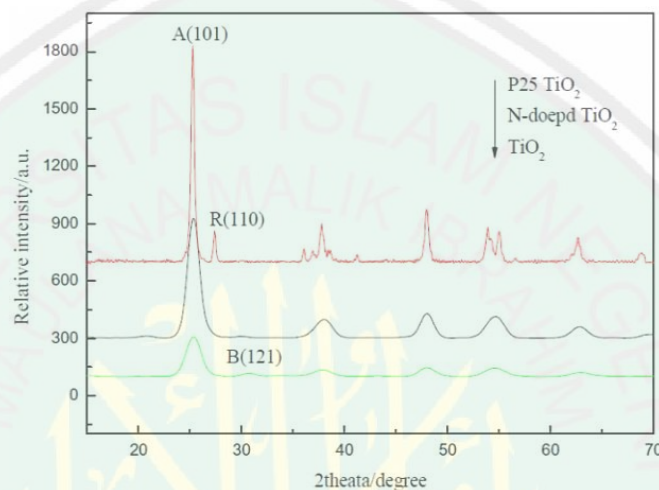
2.6.4 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar X adalah metode yang digunakan untuk menentukan ukuran, struktur, dan orientasi kristal dari suatu padatan. Sinar X merupakan foton dengan panjang gelombang antara 0,05-2,50 nm. Ketika berkas sinar X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan dihamburkan. Berkas sinar X secara destruktif disebut sebagai berkas difraksi yang selanjutnya dideteksi oleh XRD. Difraksi cahaya oleh kisi atau kristal dapat terjadi apabila memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu 1 Å (Sasti, 2011). Fungsi difraksi sinar X adalah untuk menentukan geometri atau bentuk senyawa, struktur kristal, ukuran kristal (ukuran butir), dan berorientasi pada polikristal atau sampel bubuk padatan bahan seperti keramik, komposit, dan polimer.

Utubira dkk. (2006) telah melakukan sintesis TiO₂/zeolit menggunakan metode *inklusi* larutan oligokation Ti dalam pori-pori zeolit. Hasil analisis XRD melaporkan bahwa terdapat refleksi pada sudut 2θ (°) 13,50; 19,71; 25,70; 27,80; dan 28,08 yang merupakan refleksi dari mineral mordenit, sudut 2θ (°) 9,85 dan 22,34 merupakan mineral klinoptilolit. Selain itu terdapat sudut 2θ 26,68° yang merupakan refleksi dari mineral kuarsa, sedangkan refleksi dari TiO₂ tidak terlihat secara jelas di daerah sudut 2θ (°) 20-25. Hal ini dimungkinkan karena adanya tumpang tindih antara refleksi TiO₂ dengan zeolit. Namun pada difraktogram terlihat puncak-puncak sudut 2θ (°) 35,78; 48,54; dan 56,91 yang dimungkinkan refleksi dari TiO₂ anatase.

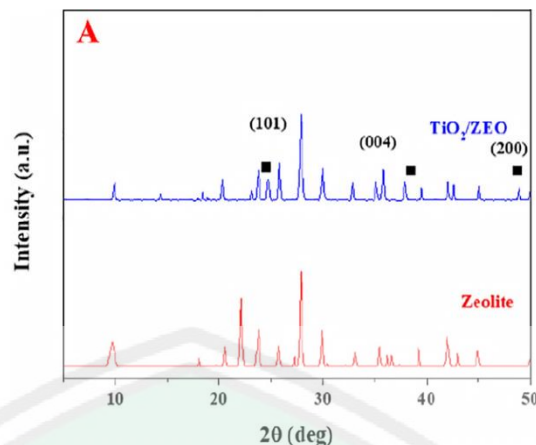
Cheng *et al.* (2011) telah melakukan sintesis TiO₂ dari C₄H₁₀OTi dan TiO₂-N dengan menambahkan NH₃ sebagai sumber nitrogen. Gambar 2.14

merupakan difraktogram hasil karakterisasi difraksi sinar X dari TiO₂ P25, TiO₂-N, dan TiO₂ sintesis (anatas dan brokit). Berdasarkan gambar tersebut, intensitas TiO₂-N pada sudut 2θ 25° lebih rendah daripada TiO₂ P25 (murni). Penurunan intensitas tersebut dikarenakan adanya atom O pada kisi TiO₂ yang telah tersubstitusi oleh atom N sehingga akan mengurangi intensitas TiO₂ fasa anatas.



Gambar 2.14 Difraktogram TiO₂ P25, TiO₂-N, dan TiO₂ sintesis (anatas dan brokit) (Cheng, 2011)

Liu *et al.* (2018) telah mengembangkan TiO₂ ke dalam zeolit dengan menggunakan suhu kalsinasi 450°C. Adapun hasil karakterisasi material menggunakan XRD dapat ditampilkan pada Gambar 2.15. Berdasarkan gambar tersebut, ditemukan difraksi TiO₂ anatas pada sudut 2θ (°) 25,5; 37,9; dan 48,2. Hal tersebut didukung oleh Perez *et al.* (2012) yaitu dengan menggunakan suhu kalsinasi TiO₂/zeolit mulai dari 400-500° akan didapatkan TiO₂ fasa anatas sebesar 100% akan tetapi, jika suhu kalsinasi di atas 500°C maka kemurnian TiO₂ anatas akan berkurang karena adanya campuran rutil dalam TiO₂. Tabel pengaruh suhu kalsinasi dengan kemurnian TiO₂ anatas dapat ditampilkan pada Tabel 2.2.



Gambar 2.15 Difraktogram zeolit (merah) dan TiO₂/zeolit (biru) (Liu *et al.*, 2018)

Tabel 2.2 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap fasa dan energi celah pita TiO₂

Suhu kalsinasi (°C)	Kemurnian anatase (%)	Energi celah pita (eV)
400	100	3,24
450	100	3,22
500	100	3,20
550	91,75	3,13
600	42,51	3,02

Sumber: Perez *et al.* (2012)

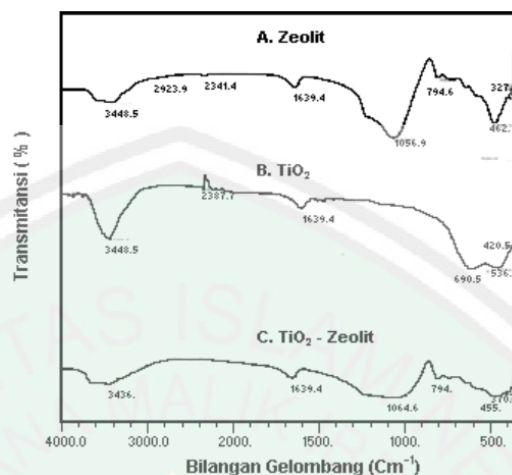
Listanti dkk. (2018) menjelaskan bahwa sintesis TiO₂ dengan metode sol-gel yang dikarakterikasi menggunakan XRD diperoleh difraktogram pada posisi sudut 2θ (°) 25,2; 38,1; 47,1; 54,8; dan 62,8. Viana *et al.* (2010) telah melakukan sintesis TiO₂ dari (Ti(OCH(CH₃)₂)₄) menggunakan metode presipitasi dengan suhu pemanasan antara 200 sampai 1100°C. Berdasarkan hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa suhu 300-500°C merupakan nanokristalin fasa anatase dan suhu 570-800°C terjadi transisi dari fasa anatase ke rutil. Hastuti (2011) telah melakukan sintesis TiO₂ dalam sel surya pewarna. Adapun hasil difraktogram yang diperoleh menunjukkan bahwa TiO₂ memiliki kristalinitas yang tinggi dengan puncak pada sudut 2θ (°) 25, 36, 37, 38, 48, 53, 55, 52, 68, 70, 74, dan 75 di mana puuncak-puncak tersebut bersesuaian dengan puncak fasa anatase.

2.6.5 *Forier Transform Infra Red (FTIR)*

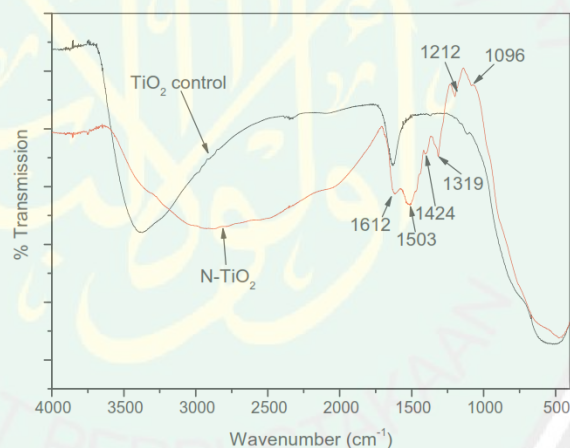
Forier Transform Infra Red (FTIR) merupakan teknik analisis kimia yang berdasarkan penyerapan sinar IR oleh molekul senyawa yang digunakan untuk menentukan struktur melalui gugus fungsional suatu molekul dengan melihat plot spektrum IR yang telah terdeteksi. Spektrum ini menyatakan jumlah IR yang diteruskan melalui cuplikan sebagai bilangan gelombang. Prinsip kerja FTIR adalah sinar IR dilewatkan melalui celah untuk mengontrol jumlah energi yang akan diteruskan menuju sampel. Kemudian sebagian sinar IR akan diserap oleh sampel dan sebagian yang lain akan ditransmisikan. Sehingga sinar IR dapat difokuskan pada detektor yang akan mengubah berkas sinar menjadi sinar listrik yang akan direkam oleh rekorder (Khopkar, 1990).

Utubira dkk. (2006) telah melakukan karakterisasi $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dengan menggunakan FTIR seperti pada Gambar 2.16. Hasil karakterisasi menunjukkan terdapat serapan pada bilangan gelombang 1056 dan 794 cm^{-1} menunjukkan regangan dari O-Si-O atau O-Al-O. Serapan vibrasi tekuk dari Al-O dan Si-O ditunjukkan pada bilangan gelombang 462 cm^{-1} . Selain itu terdapat serapan pada bilangan gelombang 794 dan 455 cm^{-1} yang merupakan serapan dari Si-O-Ti. Nolan *et al.* (2012) telah melakukan sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ yang dikarakterisasi menggunakan FTIR seperti pada Gambar 2.17. Berdasarkan gambar tersebut serapan bilangan gelombang $1000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi dari Ti-O *stretching*. Pada hasil karakterisasi TiO_2 terdoping, terdapat serapan pada bilangan gelombang 1612 dan 1503 cm^{-1} yang merupakan vibrasi dari NH_2 , serta $1700\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya ikatan $\text{TiO}_2\text{-N}$. Yang *et al.* (2010) juga memaparkan bahwa pada bilangan gelombang $\sim 700\text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas yang

kuat merupakan hasil vibrasi dari Ti-O *stretching* dan Ti-O-Ti. Pada bilangan gelombang 1474, 1250, dan 1080 cm^{-1} adalah vibrasi dari ikatan tunggal Ti-N.



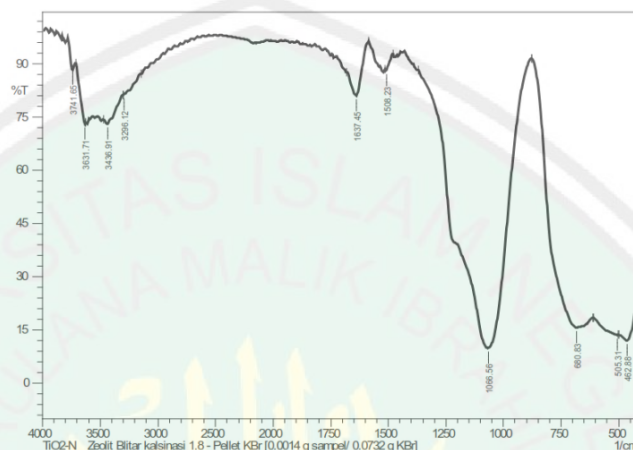
Gambar 2.16 Spektrum IR (a) Zeolit; (b) TiO_2 ; dan (c) TiO_2 -zeolit (Utubira dkk., 2006)



Gambar 2.17 Spektrum IR TiO_2 (warna hitam) dan TiO_2 terdoping (warna merah) (Nolan *et al.*, 2012)

Alfina dkk. (2015) telah melakukan sintesis TiO_2 -N yang diimbangkan dalam zeolit alam dengan karakterisasi menggunakan FTIR. Hasil karakterisasi menunjukkan terdapat serapan pada bilangan gelombang 3631,71-3436,91 cm^{-1} dan 1637,45 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur regangan O-H dan vibrasi tekuk O-H. Bilangan gelombang 1066,56 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi regangan

asimetris dari O-Si-O dan O-Al-O. Bilangan gelombang 505,31-680,83 cm^{-1} merupakan karakteristik dari vibrasi ikatan tunggal Ti-N intertisi, sedangkan pada bilangan gelombang 462,88 cm^{-1} merupakan vibrasi bonding Si-O. Hasil karakterisasi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dapat ditampilkan pada Gambar 2.18.



Gambar 2.18 Spektrum IR $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ (Alfina dkk., 2015)

2.7 Anjuran Menjaga Lingkungan dalam Islam

2.7.1 Ekologi dalam Islam

Ekologi merupakan hubungan timbal balik antara makhluk hidup dengan lingkungannya. Seorang ahli ilmu biologi dari Yunani bernama Haeckel mengemukakan bahwa ekologi berasal dari kata *oikos* yang berarti rumah dan *logos* yang berarti ilmu. Hal tersebut diperjelas oleh Soemarwoto (1987) bahwa ekologi merupakan sebuah ilmu yang mempelajari interaksi antara makhluk hidup dengan lingkungannya.

Allah telah menciptakan alam dengan sangat kompleks dan luas cakupannya sehingga Allah mempersilahkan umat manusia untuk mengeksplorasi dan memberdayakan hasil alam. Artinya manusia diberi kebebasan baik mengelola atau mengambil selagi manusia tidak menimbulkan kerusakan. Akan tetapi dunia global saat ini sedang dihadapkan oleh persoalan serius yang

menentukan kelangsungan hidup manusia dan alam semesta yaitu kerusakan lingkungan. Kerusakan lingkungan saat ini bersifat multidimensi atau kerusakan yang tidak hanya berpusat pada lingkungan saja, melainkan pada moral dan akhlak manusia (Watsiqotul dkk., 2018).

Kerusakan lingkungan merupakan salah satu ancaman berbahaya bagi kelangsungan hidup manusia. Perusakan lingkungan adalah tindakan yang menimbulkan perubahan secara langsung maupun tidak langsung terhadap sifat fisik atau hayati lingkungan sehingga kualitas lingkungan menurun dan menyebabkan lingkungan tidak dapat berfungsi sesuai kegunaannya. Rusaknya lingkungan berdampak pada kehidupan manusia yang berpotensi timbulnya bencana, yaitu salah satunya pencemaran lingkungan (Abdurrahman, 1986). Hal tersebut telah dijelaskan dalam al-Qur'an Surat Yunus ayat 14 yang berbunyi:

ثُمَّ جَعَلْنَاكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ مِنْ بَعْدِهِمْ لِنَنْظُرَ كَيْفَ تَعْمَلُونَ ﴿يونس: ١٤﴾

Artinya: “Kemudian Kami jadikan kamu pengganti-penganti (mereka) di muka bumi sesudah mereka, supaya Kami memperhatikan bagaimana kamu berbuat.”

Seyyed Hossein Nasr seorang filsuf Islam menjelaskan bahwa krisis yang dialami manusia terjadi karena manusia modern memandang lingkungan sebagai tatanan realitas yang berdiri sendiri dan terpisah dari lingkungan. Berdasarkan ayat diatas, untuk mengatasi krisis lingkungan yang telah menjadi permasalahan global maka Nasr mengajak manusia untuk menengok kembali ajaran tradisi timur, yaitu Islam. Islam yang dimaksudkan dalam pengertian profetik sekaligus sebagai tradisi peradaban sebagaimana yang diajarkan oleh Nabi Muhammad SAW termasuk tauhid, etika, dan kosmologi (Masrokhin, 2014).

2.7.2 Air sebagai Sumber Kehidupan

Bumi telah di desain dengan sempurna yang terbentuk dari gas hidrogen, amoniak, dan uap air. Menurut pandangan islam, air merupakan unsur utama yang diciptakan terlebih dahulu oleh Allah sebelum kehidupan. Sehingga air merupakan kebutuhan pokok esensial bagi makhluk hidup. Sitologi (ilmu tentang susunan dan fungsi sel) menyatakan bahwa air merupakan komponen terpenting dalam pembentukan sel (Imamudin, 2012). Sirkulasi air dalam kehidupan merupakan pembuktian dari firman Allah Surat al-Anbiyaa ayat 30 berikut:

أَوَلَمْ يَرِ الَّذِينَ كَفَرُوا أَنَّ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ كَلْتَا رَتْقًا فَفَتَقْنَاهُمَا وَجَعَلْنَا مِنَ الْمَاءِ كُلَّ شَيْءٍ حَيٍّ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ ﴿الأنبياء: ٣٠﴾

Artinya: “Dan apakah orang-orang kafir tidak mengetahui bahwasanya langit dan bumi itu keduanya dahulu adalah suatu yang padu, kemudian Kami pisahkan antara keduanya. Dan dari air Kami jadikan segala sesuatu yang hidup. Maka mengapakah mereka tiada juga beriman?”

Manusia diperkenankan untuk memanfaatkan air dalam mempertahankan hidupnya akan tetapi, tidak boleh berlebihan (*israf*), *dzalim*, dan berbuat kerusakan (*fasad*). Air dengan volume, kualitas, lokasi, dan saat tertentu sangat dibutuhkan oleh makhluk hidup, tetapi disaat tertentu air dapat berubah menjadi ancaman yang berbahaya. Air yang telah tercemar oleh bahan berbahaya dan beracun dapat dianggap sebagai bencana yang dapat merubah dan menghancurkan peradaban manusia dan makhluk hidup lainnya (Mawardi, 2014).

2.7.3 Cahaya dalam Islam

Allah telah menciptakan langit dan bumi, serta menjadikan matahari memancarkan sinar dan bulan mengirimkan cahaya. Cahaya merupakan anugerah

yang dilimpahkan Allah Swt. pada alam semesta serta memegang peranan peting dalam kehidupan manusia. Tanpa cahaya manusia tidak dapat melihat benda disekitarnya (Mulyono, 2007). Allah merupakan sumber cahaya di langit dan di bumi. Menurut (Shihab, 2006), matahari dijadikan sebagai pelita karena sinar yang terpancar bersumber dari dirinya sendiri, sedangkan bulan disebut dengan nur (cahaya) karena bulan tidak dapat memancarkan cahayanya sendiri. Hal tersebut dideskripsikan dalam al-Qur'an Surat Yunus ayat 5 yang berbunyi:

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسُ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْحِسَابَ مَا خَلَقَ إِلَّا لِحَقٍّ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ ﴿يونس: ٥﴾

Artinya: “Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya dan ditetapkan-Nya manzilah-manilah (tempat-tempat) bagi perjalanan bulan itu, supaya kamu mengetahui bilangan tahun dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan yang demikian itu melainkan dengan hak. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) bagi orang-orang yang mengetahui”.

Cahaya memiliki peran yang besar dalam alam semesta. Planck dan Einstein menganggap cahaya terdiri atas partikel-partikel kecil atau foton. Dalam tafsir Quraish Shihab dijelaskan bahwa matahari adalah benda langit yang menyala dan memancarkan sinar yang merupakan sumber kekuatan bumi (panas). Pada proses fotodegradasi, diperlukan energi dari cahaya baik sinar UV maupun matahari. Cahaya dapat menghasilkan panas (foton) yang dapat mengaktifkan permukaan katalis semikonduktor, sehingga akan dihasilkan •OH yang selanjutnya akan mendegradasi polutan organik dan zat warna (Wijaya dkk., 2006). Hal tersebut diperkuat oleh Kopecky (1992) bahwa panjang gelombang berpengaruh terhadap besarnya energi yang dihasilkan, cahaya UV mempunyai kemampuan untuk mengurangi polutan di dalam air. Kehadiran manusia di muka

bumi adalah untuk memenuhi amanah Allah SWT. *Khalifah fi al-Ard* mengartikan bahwa manusia sebagai wakil Allah di planet bumi seharusnya menjadi titik tolak awal dalam mengelola sekaligus memelihara alam sekitar (Abdillah, 2014).

Dalam Al-Qur'an terdapat petunjuk bahwa amanah dari Allah SWT meliputi kewajiban dan tanggung jawab sesama manusia serta terhadap alam sekitarnya (Manan, 2015). Dengan demikian kewajiban manusia terhadap alam dalam bentuk pengabdianya kepada Allah SWT adalah dengan melakukan pemeliharaan terhadap alam (termasuk pemeliharaan kehidupan diri (*hifdzun nafs*) untuk menjaga keberlangsungan kehidupan (Nurhayati, 2018).

Salah satu bentuk ikhtiar dalam menanggulangi kerusakan lingkungan ialah dengan modifikasi fotokatalis semikonduktor dengan menambahkan material dopan untuk memaksimalkan proses degradasi polutan organik seperti limbah zat warna. Modifikasi tersebut dilakukan dengan cara men-*doping* pada material semikonduktor TiO_2 fasa anatas dengan nitrogen yang diembankan pada mineral alam seperti zeolit untuk menghasilkan material responsif terhadap sinar tampak dengan menggunakan metode sonikasi. Hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ akan diaplikasikan untuk mendegradasi polutan organik seperti zat warna metil jingga dengan bantuan sinar ultraviolet (UV). Usaha penanggulangan limbah zat warna dengan fotokatalis TiO_2 ini diharapkan dapat bermanfaat bagi lingkungan karena menjaga lingkungan merupakan kewajiban bagi seluruh umat manusia. Dengan demikian dapat menjadikan kita sebagai umat yang dicintai oleh Rasulullah SAW dan hamba yang dirahmati oleh Allah Swt.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus – September 2020 di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Analisis Spektrofotometer UV-Vis, UV-Vis DRS, dan FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Adapun analisis XRD dilakukan di Laboratorium PT. Glabs Indonesia Utama Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah ayakan mikron ukuran 200 mesh, neraca analitik, erlenmeyer 250 mL, *beaker glass* 100 mL, pH meter, *magnetic stirrer*, *hot plate*, spatula, pengaduk, corong gelas, kertas saring, aluminium foil, pipet tetes, pipet ukur 25 mL, desikator, oven, tanur *furnace*, UV reaktor, lampu UV (sankyo 352 nm 10 watt), Spektrofotometer UV-Vis, *ultrasonic cleaning bath* (Branson *Ultrasonic* model B3510-MT), *X-Ray Diffraction* (XRD, Philip E'xpert Pro), FTIR VARIAN tipe Cary 50, dan Spektrofotometer UV-Vis DRS Evolution 220 UV-Visible.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah zeolit alam, TiO_2 (Degussa P-25), akuades, akua DM (demineralisasi), HCl 6 M, urea p.a, etanol 96%, dan metil jingga.

3.3 Tahap Penelitian

Tahapan-tahapan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam.
2. Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ menggunakan metode sonikasi.
3. Impregnasi $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit.
4. Karakterisasi energi celah pita menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS, karakterisasi struktur kristal menggunakan XRD, dan karakterisasi gugus fungsi menggunakan FTIR.
5. Uji aktivitas fotokatalis terhadap degradasi metil jingga dengan variasi waktu penyinaran 40, 60, 80, 100, dan 120 menit.
6. Uji aktivitas fotokatalis terhadap degradasi metil jingga dengan variasi massa fotokatalis 20, 30, 40, 50, dan 60 mg.
7. Uji aktivitas fotokatalis terhadap degradasi metil jingga dengan variasi konsentrasi metil jingga 1, 5, 10, 15, dan 20 mg/L.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit

Zeolit alam ditumbuk dan diayak dengan ukuran 200 *mesh*. Sebanyak 100 gram zeolit hasil ayakan dicuci dengan 250 mL akuades dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Larutan disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada temperatur 100°C. Sebanyak 50 g zeolit hasil preparasi dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 200 mL HCl 6 M. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam. Zeolit dibiarkan mengendap terlebih dahulu kemudian dilakukan penyaringan dan dicuci menggunakan akuades hingga pH

netral. Residu zeolit dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada temperatur 80°C. Zeolit selanjutnya dikalsinasi menggunakan tanur pada temperatur 500°C selama 5 jam.

3.4.2 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$

Sintesis TiO_2 dengan dopan N dibuat dengan perbandingan komposisi TiO_2 : urea (90%;10%). TiO_2 (Degussa P-25) ditimbang sebanyak 4,552 g dan urea 0,360 g kemudian disuspensikan dalam 10 mL aqua DM. Suspensi selanjutnya disonikasi selama 30 menit. Suspensi dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C selama 2 jam dan dikalsinasi menggunakan tanur pada temperatur 500°C selama 2 jam.

3.4.3 Impregnasi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

Impregnasi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dilakukan dengan mencampurkan $\text{TiO}_2\text{-N}$ sebanyak 1,8 g, 3 g zeolit, dan 10 mL etanol 96% yang dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL. Campuran kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 100 rpm selama 5 jam. Suspensi selanjutnya dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada temperatur 110°C dan dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam.

3.4.4 Karakterisasi Energi Celah Pita, Struktur Kristal, dan Gugus Fungsi Pada Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

3.4.4.1 Analisis Daerah Serapan dan Energi Celah Pita dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui daerah serapan sinar dan energi celah pita dari $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada

sample holder kemudian diukur persentase reflektansinya pada panjang gelombang 200-800 nm.

3.4.4.2 Identifikasi Kristalinitas Fotokatalis TiO₂-N/zeolit dengan Teknik Difraksi Sinar X

Material TiO₂-N/zeolit dikarakterisasi dengan seperangkat alat XRD untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk. Instrumen XRD menggunakan radiasi monokromator Cu ($\lambda=1,5405 \text{ \AA}$) dengan 2θ 5-90°. Mula-mula sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus, kemudian ditempatkan pada preparat. Sampel selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar X. Hasil difraktogram yang diperoleh dibandingkan dengan standar untuk TiO₂ anatas.

3.4.4.3 Identifikasi Fotokatalis TiO₂-N/zeolit dengan Menggunakan FTIR

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam TiO₂-N/zeolit hasil sintesis. Mula-mula sampel dihaluskan menggunakan mortar agate dengan dicampurkan padatan KBr hingga menjadi serbuk halus. Sampel selanjutnya ditempatkan pada preparat dan ditekan dengan alat *pressing* untuk membentuk pelet. Sampel ditempatkan *sample holder* dan dianalisis menggunakan FTIR.

3.4.5 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO₂-N/zeolit pada Degradasi Metil Jingga

3.4.5.1 Pembuatan Larutan Induk Metil Jingga 100 ppm

Serbuk metil jingga murni sebanyak 10 mg dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL. Selanjutnya larutan dikocok hingga homogen dan diperoleh larutan induk metil jingga 100 ppm.

3.4.5.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga

Larutan induk metil jingga 100 ppm dipipet 1 mL dan dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL. Selanjutnya larutan dikocok hingga homogen dan diperoleh larutan metil jingga 1 ppm. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada rentang panjang gelombang UV-Vis mulai 400-800 nm. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan melihat absorbansi terbesar yang diserap metil jingga. Data panjang gelombang maksimum selanjutnya digunakan untuk membentuk kurva standar.

3.4.5.3 Pembuatan Kurva Standar Metil Jingga

Larutan metil jingga dibuat dengan variasi konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm. Mula-mula larutan induk metil jingga 100 ppm dipipet sebanyak 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 mL kemudian dimasukkan dalam 6 buah labu ukur 100 mL. Masing-masing larutan selanjutnya dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL dan dikocok hingga homogen.. Larutan yang telah dibuat diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimumnya. Hasil pembuatan kurva standar yang telah dilakukan diperoleh hubungan antara absorbansi (A) dengan konsentrasi (C) serta persamaan regresi liniernya.

3.4.6 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Waktu Penyinaran

Sebanyak 5 buah *beaker glass* 100 mL ditambahkan 25 mL larutan metil jingga 10 mg/L kemudian ditambahkan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ sebanyak 50 mg pada masing-masing *beaker glass*. Selanjutnya seluruh *beaker glass* dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari sinar UV. Larutan hasil degradasi selanjutnya

disentrifugasi selama 10 menit. Pengukuran absorbansi metil jingga menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dilakukan terhadap *beaker glass* pertama dengan waktu penyinaran 40 menit dan pengukuran pada *beaker glass* selanjutnya dengan waktu penyinaran 60, 80, 100, dan 120 menit. Proses fotodegradasi dilakukan secara triplo.

3.4.7 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Massa Fotokatalis

Sebanyak 5 buah *beaker glass* 100 mL ditambahkan 25 mL larutan metil jingga 10 mg/L dan masing-masing *beaker glass* ditambahkan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ sebanyak 20, 30, 40, 50, dan 60 mg. Selanjutnya seluruh *beaker glass* dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari sinar UV dengan waktu penyinaran optimum. Larutan hasil degradasi selanjutnya disentrifugasi selama 10 menit. Pengukuran absorbansi metil jingga dilakukan terhadap seluruh *beaker glass* menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Proses fotodegradasi dilakukan secara triplo.

3.4.8 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Konsentrasi Metil Jingga

Sebanyak 5 buah *beaker glass* 100 mL ditambahkan larutan metil jingga 25 mL dengan konsentrasi larutan metil jingga 1, 5, 10, 15, dan 20 mg/L. Masing-masing *beaker glass* ditambahkan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan massa optimum. Seluruh *beaker glass* selanjutnya dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari sinar UV dengan waktu penyinaran optimum. Larutan hasil degradasi selanjutnya disentrifugasi selama 10 menit. Pengukuran absorbansi metil jingga dilakukan terhadap seluruh *beaker glass* menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

pada panjang gelombang maksimum. Proses fotodegradasi dilakukan secara triplo.

3.5 Analisis Data

Analisis data yang pertama adalah pada hasil karakterisasi daerah serapan sinar dan energi celah pita yang diperoleh dari Spektrofotometer UV-Vis DRS dengan persamaan *Kubelka-Munk* seperti yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s} \dots\dots\dots(3.1)$$

Dengan $F(R)$ = faktor *Kubelka-Munk*, K adalah koefisien absorpsi molar, S adalah koefisien *scattering*, R adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar. Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara antara $(F(R).hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu y) dan energi foton (hv) (sebagai sumbu x). Energi foton (hv) dapat dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $hv = hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan *Planck*. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x (hv = energi celah pita) ketika $y=0$.

Analisis data yang kedua adalah dilakukan analisis hasil pengukuran absorbansi metil jingga yang diperoleh dari Spektrofotometer UV-Vis dengan dimasukkan dalam persamaan regresi ($y = ax + b$) dari kurva standar untuk mengetahui konsentrasi akhir larutan metil jingga setelah proses degradasi. Variabel “ y ” adalah nilai absorbansi, sedangkan variabel “ x ” merupakan nilai konsentrasi dari metil jingga.

BAB IV

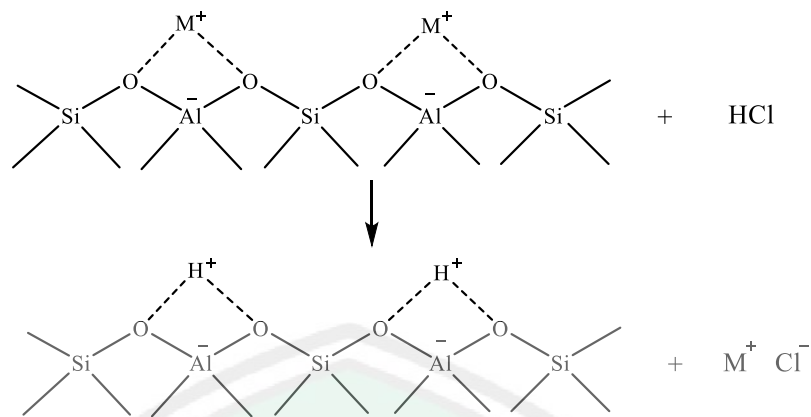
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis TiO₂-N/zeolit

4.1.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

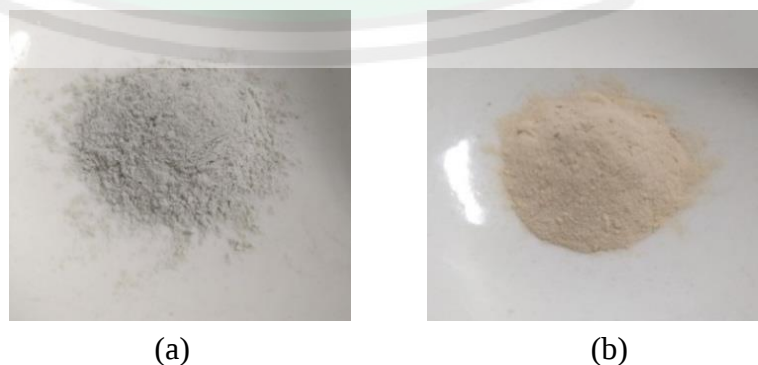
Zeolit alam dikenal sebagai adsorben yang efektif dalam pengolahan limbah cair karena dapat mengalami pertukaran kation adsorpsi dan sebagai katalisator. Sebelum zeolit alam dimodifikasi, maka dilakukan preparasi untuk mengurangi pengotor sehingga dapat meningkatkan kinerja zeolit. Preparasi zeolit alam dilakukan dengan penggerusan untuk meningkatkan luas permukaan dan diayak dengan ukuran 200 *mesh* agar diperoleh ukuran yang lebih seragam. Perendaman zeolit alam menggunakan akuades bertujuan untuk menghilangkan debu dan meminimalisasi komponen-komponen pengotor yang dapat larut dalam akuades. Zeolit alam selanjutnya disaring dan dikeringkan ke dalam oven untuk menghilangkan molekul air yang terperangkap secara bebas pada zeolit alam.

Aktivasi kimia zeolit alam dapat dilakukan dengan perendaman zeolit ke dalam HCl 6 M untuk melarutkan kation pengotor pada permukaan zeolit seperti Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, K⁺, dan Fe. Zeolit selanjutnya dicuci hingga pH filtrat netral untuk membantu sisa anion Cl⁻ agar dapat terlarut dalam akuades, sehingga diperoleh permukaan zeolit alam yang lebih berpori dan situs aktif yang lebih banyak. Berdasarkan Gambar 4.1, HCl dapat menjadikan sebagian besar pengotor dapat larut dan digantikan oleh ion H⁺. Dengan demikian kation penyeimbang dalam zeolit alam yang telah diaktivasi menjadi lebih seragam, yaitu berupa ion H⁺ (H-zeolit). Setelah didapatkan pH filtrat netral, zeolit alam dioven untuk menguapkan molekul air yang terperangkap dalam pori-pori.



Gambar 4.1 Reaksi zeolit alam yang teraktivasi oleh HCl (Banon dan Suharto, 2008)

Aktivasi fisika zeolit alam yang telah teraktivasi kimia dilakukan dengan cara kalsinasi menggunakan suhu 500°C selama 5 jam. Kalsinasi pada zeolit alam bertujuan untuk menguapkan pengotor organik tanpa merusak struktur zeolit alam, sehingga luas permukaan pori akan meningkat. Adapun zeolit alam setelah dikalsinasi mengalami perubahan warna dari hijau keabu-abuan menjadi coklat muda serta terlihat lebih kering seperti pada Gambar 4.2. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa organik yang terdapat pada zeolit alam telah teruapkan. Selain itu perubahan warna pada zeolit alam disebabkan karena adanya kenaikan bilangan oksidasi pada Fe yaitu dari +2 (hijau) menjadi +3 (kuning) (Meechoowas *et al*, 2015).

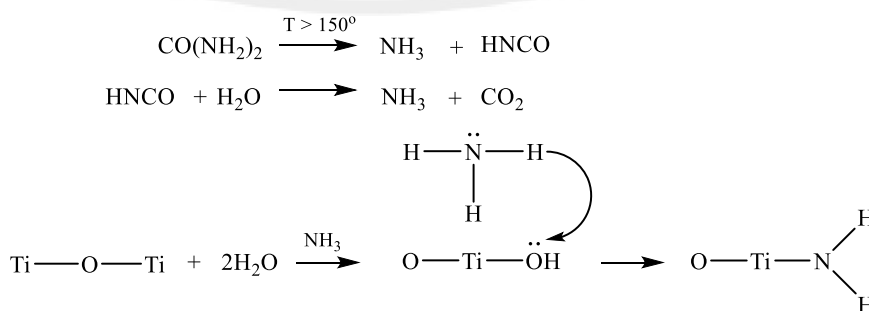


Gambar 4.2 Sampel (a) Zeolit alam sebelum teraktivasi dan (b) setelah teraktivasi

4.1.2 Sintesis TiO₂-N

Sintesis material fotokatalis TiO₂-N dilakukan dengan metode sonikasi menggunakan urea CO(NH₂)₂ sebagai sumber doping nitrogen. Sintesis TiO₂-N dimulai dengan menimbang reaktan TiO₂ (Degussa P-25) dan CO(NH₂)₂ p.a dengan perbandingan 90:10%. Metode sonikasi dilakukan dengan pemberian gelombang ultrasonik sebesar 40 kHz pada campuran dengan medium cair berupa akuademineralisasi. Metode sonikasi digunakan karena dengan memanfaatkan efek kavitasi akustik akan terjadi *bubble collapse* (ketidakstabilan gelembung) yaitu pecahnya gelembung akibat adanya suara. Gelembung dengan diameter ukuran yang maksimum kemudian berkontraksi dan mengecil. Sehingga volume gelembung berkurang bahkan beberapa menghilang. Dengan demikian akan membantu perubahan fisika dan kimia pada saat proses hidrolisis.

Akuademineralisasi digunakan sebagai medium cair agar jumlah medium cair tidak cepat habis karena adanya proses penguapan serta dalam akuademineralisasi tidak mengandung mineral atau ion-ion logam, sehingga tingkat kemurnian material hasil sintesis lebih tinggi. Kalsinasi selama 2 jam dilakukan agar ion-ion reaktan dapat berdifusi dalam pembentukan produk serta untuk mendekomposisi urea menjadi nitrogen. Dugaan reaksi yang terjadi pada TiO₂ dan CO(NH₂)₂ dapat ditampilkan pada gambar 4.3 berikut:



Gambar 4.3 Dugaan reaksi antara TiO₂ dan CO(NH₂)₂ (Cheng *et al.*, 2012)

4.1.3 Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N}$ dalam Zeolit Alam

Modifikasi katalis merupakan salah satu cara untuk meningkatkan kinerja zeolit alam sebagai adsorben. Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N}$ pada zeolit alam dilakukan dengan merendam reaktan $\text{TiO}_2\text{-N}$ dan zeolit alam ke dalam etanol p.a yang disertai dengan pengadukan. Pelarut etanol p.a digunakan karena sebagai perantara supaya $\text{TiO}_2\text{-N}$ dapat masuk ke dalam pori-pori zeolit. Selain itu etanol dapat menyerap pengotor polar seperti air yang terdapat dalam zeolit maupun TiO_2 (Abdurrahman dkk., 2009). Adanya pengadukan bertujuan agar kontak antara $\text{TiO}_2\text{-N}$ dengan zeolit alam lebih maksimal. Dengan demikian $\text{TiO}_2\text{-N}$ dapat tersisipkan ke dalam kerangka zeolit alam.

Proses kalsinasi pada tahap akhir dilakukan untuk menghilangkan molekul organik, menstabilkan struktur zeolit alam, serta membentuk kristalin $\text{TiO}_2\text{-N}$. Gambar 4.4 merupakan visualisasi material TiO_2 , $\text{TiO}_2\text{-N}$, zeolit, dan $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. Dapat teramati bahwa material TiO_2 murni memiliki warna putih dan pada material $\text{TiO}_2\text{-N}$ yang telah disintesis menggunakan metode sonikasi tidak mengalami perubahan warna (tetap putih). Adapun warna dari zeolit alam yang telah teraktivasi oleh HCl 6 M adalah coklat muda, sehingga warna dari zeolit alam akan mempengaruhi warna material hasil sintesis. Dengan demikian warna material hasil sintesis menjadi lebih gelap daripada sebelum terembankan.

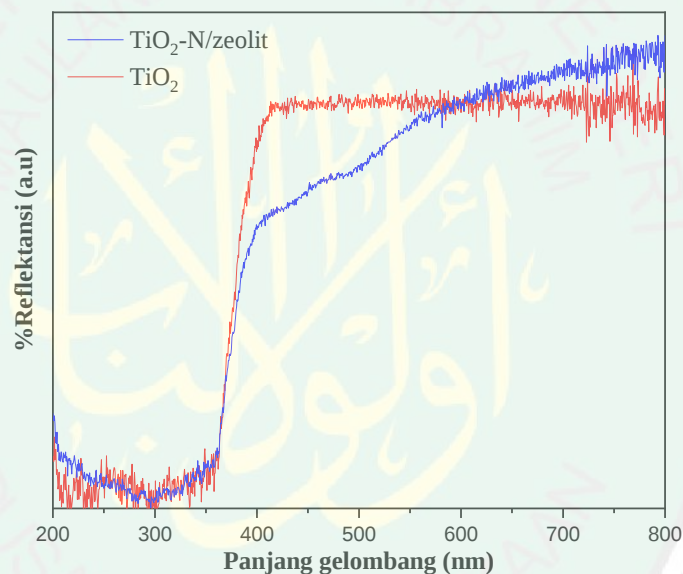


Gambar 4.4 Sampel (a) TiO_2 anatas; (b) $\text{TiO}_2\text{-N}$; (c) zeolit; dan (d) $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

4.2 Karakterisasi Material Hasil Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

4.2.1 Analisis Daerah Serapan dan Energi Celah Pita Material $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui daerah serapan sinar serta untuk menentukan energi celah pita dari material hasil sintesis. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200-800 nm yang selanjutnya data pengukuran reflektansi diplotkan seperti pada Gambar 4.5. Berdasarkan spektra tersebut, dapat diketahui bahwa material hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ memiliki %reflektansi yang lebih rendah daripada TiO_2 .

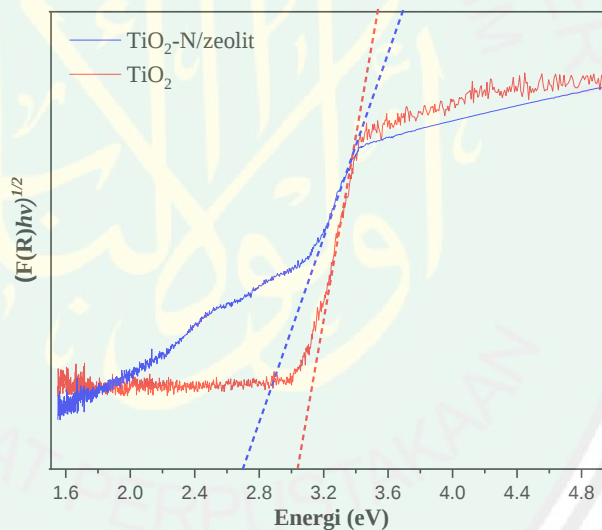


Gambar 4.5 Plot hubungan antara %Reflektansi dengan panjang gelombang (nm)

Gambar 4.6 merupakan spektra yang menunjukkan hubungan antara $(F(R)h\nu)^{1/2}$ dengan energi celah pita. Berdasarkan gambar tersebut, energi celah pita yang dimiliki oleh material hasil sintesis lebih kecil jika dibandingkan dengan TiO_2 murni. Adapun energi celah pita yang dimiliki oleh TiO_2 murni adalah 3,05 eV, sedangkan energi celah pita pada material hasil sintesis yaitu 2,70 eV. Hasil

penurunan energi celah pita tersebut sesuai dengan yang diharapkan di mana dopan N dapat memperkecil energi celah pita dari TiO_2 .

Adanya dopan N dalam matriks TiO_2 dapat menyebabkan terjadinya pergeseran merah, yaitu pergeseran panjang gelombang menuju ke arah yang lebih besar. Sehingga menjadikan energi celah pita bergeser menuju ke arah yang lebih kecil (Yang *et al.*, 2010). Berkurangnya energi celah pita tersebut diduga akibat terbentuknya tingkat energi baru di atas pita valensi karena adanya pencampuran orbital $2p$ antara atom oksigen dan nitrogen (Ansari *et al.*, 2016). Dengan demikian berkurangnya energi celah pita diharapkan dapat memiliki aktivitas fotokatalis pada daerah sinar tampak yang lebih efektif.



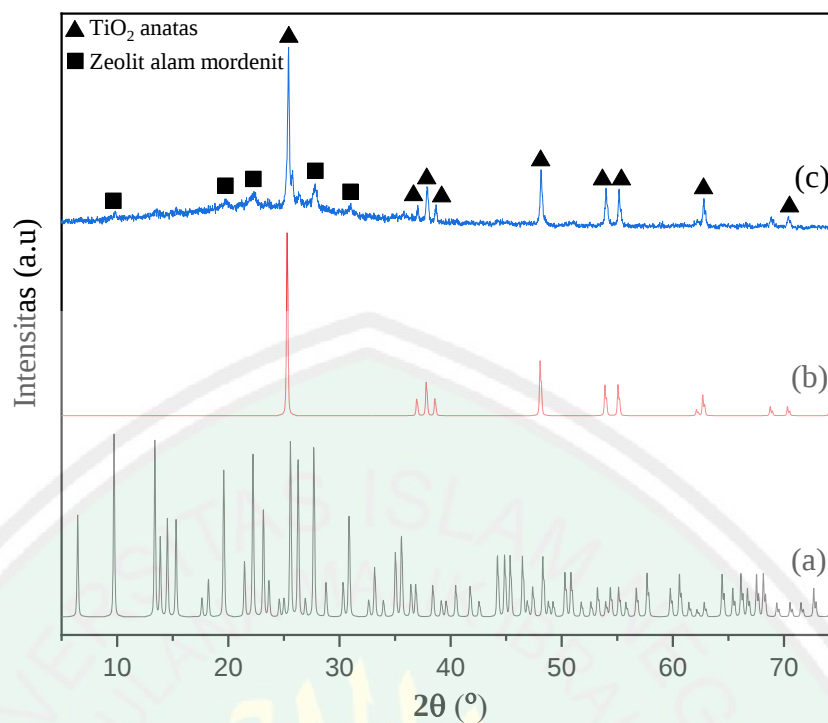
Gambar 4.6 Hubungan antara $(F(R)hv)^{1/2}$ dengan energi (eV)

4.2.2 Analisis Struktur Material TiO_2 -N/zeolit Menggunakan Metode Difraksi Sinar X

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui karakter struktur dari pola difraksi sinar-X pada material hasil sintesis. Pengukuran XRD dilakukan dengan sumber radiasi monokromator $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$). Hasil

karakterisasi material menggunakan XRD dapat ditampilkan pada Gambar 4.7. Berdasarkan hasil difraktogram yang diperoleh, material hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ memiliki karakteristik puncak khas sudut 2θ ($^\circ$) 9,84; 19,71; 22,32; 25,738; dan 26,343. Nilai 2θ tersebut bersesuaian dengan difraktogram standar zeolit mordenit dari JCPDS (6-239), yaitu terdapat puncak pada sudut 2θ ($^\circ$) 9,7116; 19,5807; 22,1439; 25,5767; dan 26,2677. Dengan demikian dapat dipastikan bahwa zeolit alam tersebut memiliki jenis mordenit.

Pada Gambar 4.7, material hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ memberikan puncak khas dengan intensitas tertinggi pada sudut 2θ 25,394°. Sudut tersebut memiliki kesesuaian dengan data standar TiO_2 anatase JCPDS (21-1272), yaitu terdapat puncak dengan intensitas tertinggi pada sudut 2θ 25,2812°. Selain itu terdapat puncak-puncak pada sudut 2θ ($^\circ$) 37,04; 37,873; 55,171; dan 70,39 yang bersesuaian dengan data standar sudut 2θ ($^\circ$) 36,9469; 37,8012; 55,0616; dan 70,3107. Puncak-puncak tersebut juga bersesuaian dengan hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Phromma *et al.* (2020), dimana TiO_2 anatase memiliki puncak pada 2θ ($^\circ$) 25,3; 36,9; 37,8; 55,1; dan 70,3. Dengan demikian telah diketahui pola difraksi material hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ menunjukkan material yang terbentuk memiliki satu fasa yaitu fasa anatase.



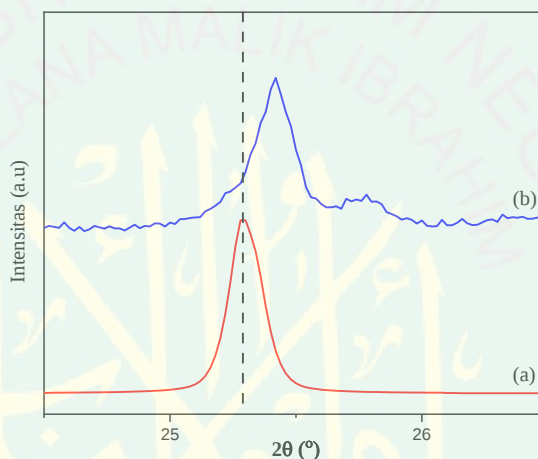
Gambar 4.7 Hasil difraktogram (a) Zeolit mordenit JCPDS (6-239); (b) TiO_2 anatase JCPDS (21-1272); dan (c) TiO_2 -N/zeolit

Berdasarkan data difraktogram yang diperoleh, tidak ditemukan adanya puncak difraksi baru pada material hasil sintesis. Adanya dopan N dalam kisi TiO_2 dapat diidentifikasi dengan mengamati pergeseran puncak pada difraktogram material hasil sintesis. Gurkan *et al.* (2012) memaparkan bahwa adanya dopan N yang telah tersubstitusi pada kisi TiO_2 tidak membentuk puncak difraksi baru, tetapi hanya mengalami pelebaran dan pergeseran puncak ke arah sudut 2θ yang lebih tinggi.

Berdasarkan Gambar 4.8, difraktogram TiO_2 -N/zeolit mengalami pergeseran puncak ke arah sudut 2θ yang lebih tinggi. Hal tersebut menunjukkan bahwa kisi TiO_2 mengalami distorsi karena adanya keberadaan dopan N, sehingga menyebabkan cacat kristal pada kisi TiO_2 . Dopan N yang memiliki bilangan oksidasi -3 (N^{3-}) dengan jari-jari anion sebesar $1,64 \text{ \AA}$ sedikit lebih besar jika

dibandingkan dengan jari-jari O^{2-} pada kisi TiO_2 yaitu 1,40 Å. Proses substitusi ion O^{2-} oleh N^{3-} menyebabkan terjadinya penurunan jarak antar bidang (*d interplanar*), sehingga dapat berdampak pada pergeseran puncak ke arah sudut 2θ yang lebih tinggi (Gurkan *et al.*, 2012). Dengan demikian sesuai dengan Hukum Bragg di mana hubungan jarak antar bidang dengan sudut 2θ adalah berbanding terbalik seperti yang ditunjukkan pada persamaan 4.1.

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \dots\dots\dots(4.1)$$



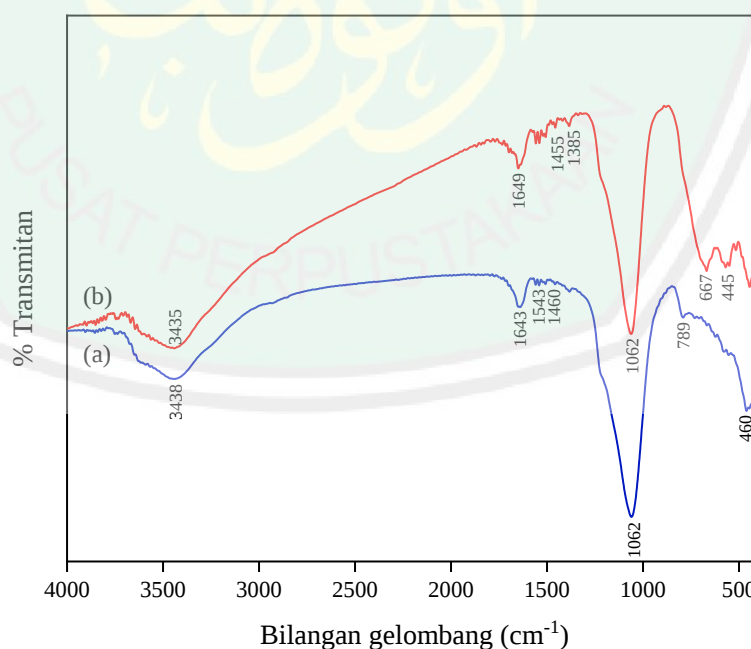
Gambar 4.8 Hasil perbesaran difraktogram (a) Standar TiO_2 dan (b) TiO_2 -N/zeolit

4.2.3 Analisis Gugus Fungsi Material TiO_2 -N/zeolit Menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) bertujuan untuk mengetahui karakter khas gugus fungsi yang dimiliki oleh material hasil sintesis. Hasil analisis infra merah dari zeolit alam teraktivasi dan material hasil sintesis TiO_2 -N/zeolit dapat disajikan pada Gambar 4.9. Pada spektra tersebut terdapat puncak pada bilangan gelombang 460, 798, dan 1059 cm^{-1} yang merupakan karakter khas dari zeolit alam mordenit. Puncak pada bilangan gelombang 460 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk asimetris dari O-Al-O dan O-Si-O. Bilangan gelombang 798 cm^{-1} adalah vibrasi ulur simetris

eksternal O-T-O (T:Si/Al), dan 1059 cm^{-1} adalah vibrasi ulur asimetris O-T-O (T:Si/Al). Selain itu terdapat puncak lebar pada bilangan gelombang 3438 cm^{-1} di mana puncak tersebut merupakan puncak dari grup silanol, yaitu Si-O-H dan Si-OH-Al (Klunk *et al.*, 2020).

Pada bilangan gelombang 1543 dan 1460 cm^{-1} terdapat puncak dengan intensitas rendah yang menunjukkan sisi asam Bronsted dan asam Lewis. Puncak dengan intensitas rendah pada bilangan gelombang 1543 cm^{-1} tersebut dapat mengindikasikan bahwa rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang semakin besar. Munculnya pita adsorpsi pada bilangan gelombang tersebut disebabkan karena adanya aktivasi pada zeolit alam menggunakan HCl 6 M yang mengakibatkan terjadinya transfer proton dari tempat asam Bronsted. Selanjutnya pada saat kalsinasi (pemanasan) molekul air akan menghilang dan situs asam Bronsted akan teradsorpsi menjadi situs asam Lewis (Laymand *et al.*, 2003).



Gambar 4.9 Hasil spektra IR (a) zeolit mordenit (b) $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

Pada spektra $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terlihat bahwa puncak-puncak dari zeolit alam mordenit masih dapat teramati dengan jelas pada bilangan gelombang 445, 1056, 1649, dan 3435 cm^{-1} . Terdapat puncak pada bilangan gelombang 667 dan 1385 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur Ti-O-Ti dan vibrasi kisi TiO_2 . Adapun interaksi yang terjadi antara $\text{TiO}_2\text{-N}$ dengan zeolit alam dapat berupa interaksi intramolekul (terbentuk ikatan baru) atau interaksi intermolekul (tidak terbentuk ikatan baru). Terbentuknya interaksi intramolekul apabila terdapat puncak baru pada bilangan gelombang 950 yang merupakan vibrasi ulur dari Ti-O-Si , sedangkan pada material hasil sintesis tidak ditemukan puncak pada bilangan gelombang tersebut. Sehingga dapat dikatakan bahwa interaksi yang terbentuk pada TiO_2 dengan zeolit alam merupakan interaksi intermolekul (Alwash *et al.*, 2012).

Selanjutnya pada material hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terbentuk puncak baru pada bilangan gelombang 1455 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ikatan tunggal dari Ti-N . Hal tersebut sesuai dengan penelitian Xu *et al.* (2008) di mana atom O pada TiO_2 dapat tersubstitusi oleh atom N apabila ditemukan puncak pada bilangan gelombang 1450 cm^{-1} . Dengan demikian dapat dipastikan bahwa atom N telah tersubstitusi dalam kisi TiO_2 .

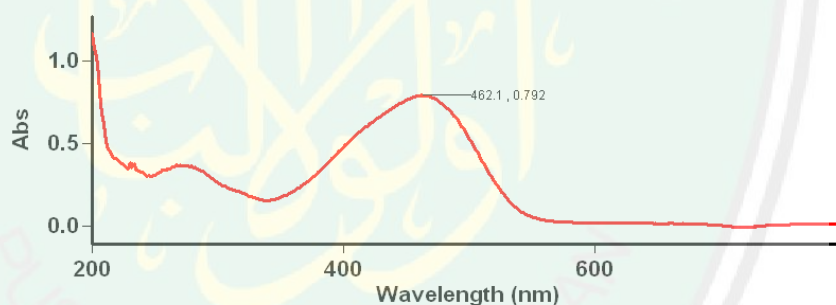
4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Terhadap Metil Jingga

4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga

Panjang gelombang maksimum merupakan langkah utama yang harus ditentukan sebelum melakukan perhitungan kadar sampel. Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan untuk mengetahui berapa panjang gelombang pada sampel yang dapat terserap secara optimum. Pelarut yang digunakan untuk menentukan panjang gelombang maksimum pada penelitian ini adalah akuades.

Selain sebagai pelarut, akuades juga berfungsi sebagai blanko untuk mengkalibrasi instrumen Spektrofotometer UV-Vis agar dapat meminimalisir kesalahan saat pemakaian alat. Adapun hasil pengukuran panjang gelombang terbaca secara optimum seperti pada Gambar 4.9.

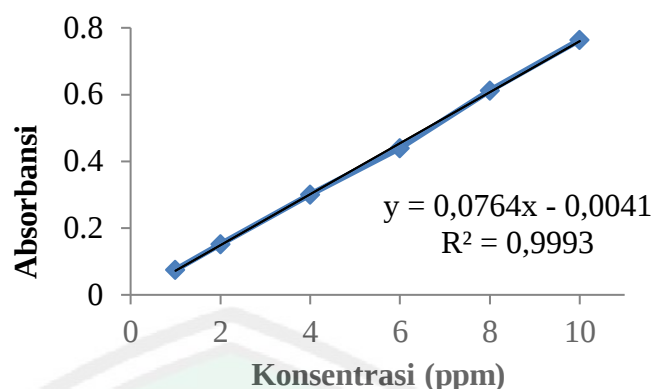
Berdasarkan Gambar 4.10, diperoleh panjang gelombang maksimum metil jingga berada pada daerah sinar tampak yaitu 462 nm. Hasil pengukuran tersebut sesuai dengan penelitian Ahmadpour *et al.* (2015) dimana puncak absorbansi metil jingga terserap secara optimum pada panjang gelombang 462 nm. Dengan demikian pada panjang gelombang 462 nm diharapkan memberikan kepekaan sampel yang mengandung metil jingga secara maksimal dan bentuk kurva absorbansi yang linier.



Gambar 4.10 Panjang gelombang maksimum metil jingga

4.3.2 Pembuatan Kurva Baku Metil Jingga

Kurva baku dapat dibuat dari enam variasi konsentrasi metil jingga antara lain 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Masing-masing konsentrasi diukur pada panjang gelombang 462 nm untuk mengetahui nilai absorbansinya. Hasil pengukuran absorbansi selanjutnya diplotkan dalam sebuah grafik hubungan antara konsentrasi dan absorbansi. Adapun hasil pembuatan kurva baku metil jingga dapat ditampilkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Kurva baku metil jingga

Gambar 4.11 menunjukkan bahwa hubungan antara absorbansi dan konsentrasi adalah berbanding lurus. Adapun nilai regresi linier yaitu $y = 0,0764x - 0,0041$ dengan nilai korelasi (R^2) = 0,9993. Artinya taraf kepercayaan atau koefisien regresi menunjukkan linieritas sebesar 0,9993. Dengan demikian hasil pembuatan kurva baku dapat dikatakan linier dan sesuai dengan hukum Lambert Beer dimana nilai R^2 mendekati 1. Persamaan linier dari kurva baku yang telah didapat selanjutnya digunakan untuk menentukan konsentrasi metil jingga sebelum maupun sesudah terdegradasi.

4.3.3 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Terhadap Degradasi Metil Jingga dengan Variasi Waktu Penyinaran

Pada penelitian ini digunakan variasi waktu penyinaran untuk mengetahui lamanya waktu penyinaran optimum yang mampu mendegradasi metil jingga. Peran lampu UV dalam proses fotodegradasi yaitu untuk mengaktifkan kinerja dari fotokatalis. Lama waktu penyinaran menggambarkan lamanya interaksi antara fotokatalis dengan foton ($h\nu$) serta dengan media target. Semakin lama waktu penyinaran maka semakin lama pula kontak antara fotokatalis dengan

foton. Dengan demikian diharapkan jumlah $\bullet\text{OH}$ yang terbentuk pada permukaan fotokatalis akan semakin banyak.

Uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap zat warna metil jingga dilakukan pada suhu kamar dengan bantuan sinar UV sebagai sumber cahaya. Penentuan waktu penyinaran optimum dilakukan dengan menambahkan 50 mg $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ pada setiap larutan dengan variasi waktu penyinaran 40, 60, 80, 100, dan 120 menit yang disertai dengan pengadukan. Tujuan adanya pengadukan adalah agar semua bagian fotokatalis dapat terkena oleh sinar UV secara merata. Dengan demikian *hole* yang terbentuk diharapkan semakin banyak dan interaksi antara fotokatalis dengan senyawa target lebih maksimal.

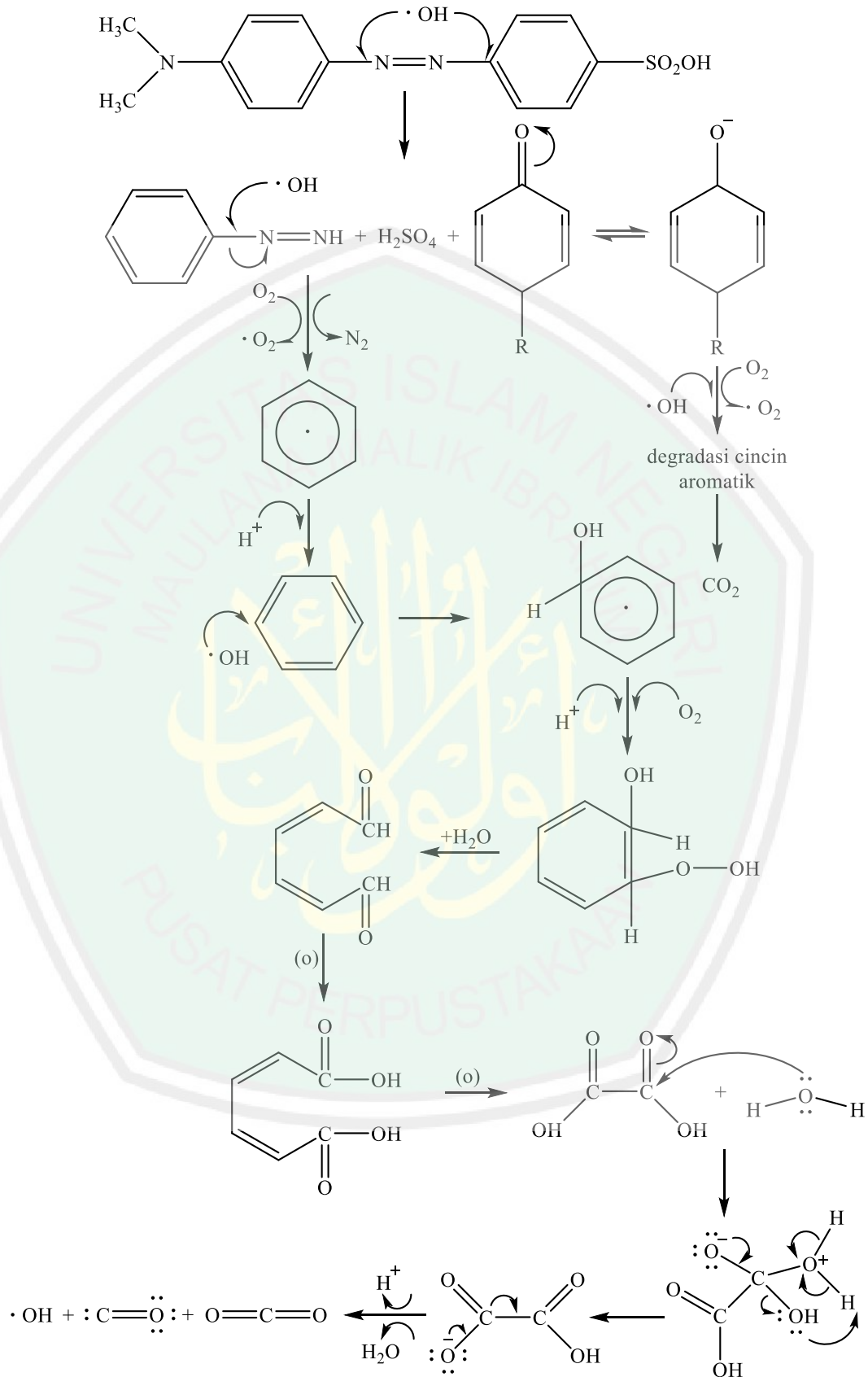
Katalis dan larutan hasil degradasi selanjutnya dipisahkan dengan menggunakan sentrifugasi. Menurut Pijarn *et al.* (2013), proses pemisahan larutan tidak dilakukan menggunakan filtrasi (penyaringan) karena filtrasi tidak dapat memisahkan antara filtrat dan residu secara maksimal. Hal ini disebabkan karena filtrat masih mengandung partikel-partikel halus akibat dari material hasil sintesis yang bersifat nanopartikel. Sehingga ukuran pori katalis lebih kecil daripada kertas saring dan menyebabkan hasil absorbansi yang semakin tinggi. Sedangkan pada sentrifugasi dengan adanya gaya sentrifugal maka supernatan dan pelet akan terpisah secara sempurna berdasarkan perbedaan masa jenis. Grafik hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ variasi waktu penyinaran terhadap metil jingga dapat disajikan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga dengan variasi waktu penyinaran

Berdasarkan grafik di atas, dapat diketahui bahwa pada waktu penyinaran menit ke 40, 60, 80, 100, dan 120 masing-masing memberikan persen degradasi (%) 12,05; 16,43; 21,33; 29,47; dan 20,66. Keadaan optimum degradasi metil jingga diperoleh pada saat waktu penyinaran selama 100 menit di mana memiliki persen degradasi sebesar 29,47%. Sedangkan pada menit ke 120 persentase degradasi mengalami penurunan menjadi 20,66%.

Menurut Aziztyana *et al.* (2019), penurunan persen degradasi pada saat melebihi waktu optimumnya dapat disebabkan karena terjadinya ketidakstabilan pada multilayer akibat adanya tolakan antarmolekul ada permukaan yang diserap. Hal tersebut menyebabkan lapisan adsorpsi (ion atau molekul) yang telah berikatan dengan gugus aktif pada adsorben terlepas kembali ke dalam larutan (desorpsi). Dengan demikian konsentrasi larutan akan kembali meningkat dan persentase degradasi menurun. Waktu penyinaran optimum yang diperoleh selanjutnya digunakan sebagai acuan dalam proses uji aktivitas variasi massa fotokatalis dan konsentrasi metil jingga. Adapun mekanisme reaksi degradasi terhadap senyawa azo metil jingga dapat ditampilkan pada Gambar 4.13.

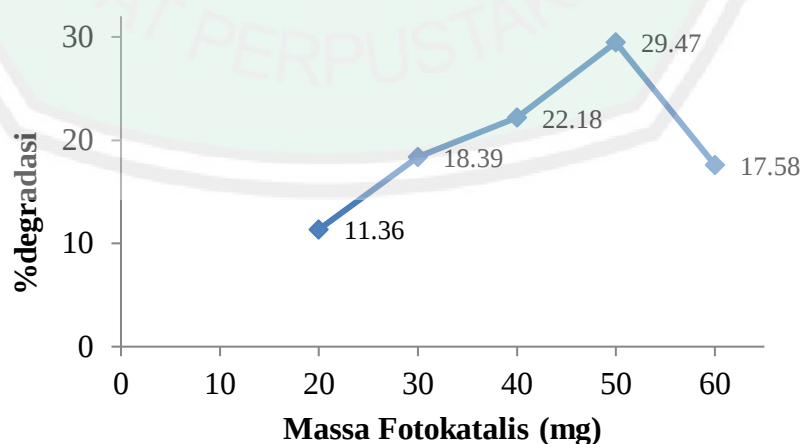


Gambar 4.13 Tahapan reaksi degradasi senyawa azo metil jingga (Getoff, 1995)

4.3.4 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Terhadap Degradasi Metil Jingga Variasi Massa Fotokatalis dengan Waktu Penyinaran Optimum

Pada penelitian ini digunakan variasi massa fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ untuk mengetahui banyaknya massa fotokatalis optimum yang mampu mendegradasi metil jingga. Adapun salah satu karakteristik dari fotokatalis heterogen adalah jika semakin banyak jumlah fotokatalis yang ditambahkan dalam media target, maka jumlah sisi aktif fotokatalis yang terdapat dalam media target akan semakin meningkat. Hal tersebut dapat menyebabkan semakin banyaknya fotokatalis yang menyerap energi foton. Dengan demikian persentase degradasi akan meningkat karena $\bullet\text{OH}$ yang terbentuk semakin banyak.

Penentuan massa fotokatalis optimum dilakukan terhadap larutan metil jingga 10 ppm dengan variasi massa fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ sebanyak 20, 30, 40, 50, dan 60 mg. Proses fotodegradasi dengan disinari lampu UV selama 100 menit dan disertai pengadukan. Grafik hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga variasi massa fotokatalis dengan waktu penyinaran optimum dapat ditampilkan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga variasi massa fotokatalis

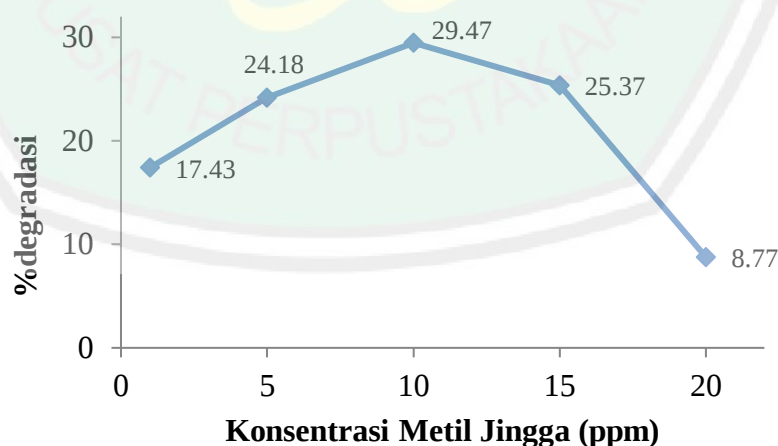
Berdasarkan grafik di atas, dapat diketahui bahwa pada penambahan massa fotokatalis sebanyak 20, 30, 40, 50, dan 60 mg masing-masing memberikan persen degradasi (%) 11,36; 18,39; 22,18; 29,47; dan 17,58. Keadaan optimum degradasi metil jingga diperoleh pada saat penambahan massa fotokatalis sebanyak 50 mg di mana memiliki persen degradasi sebesar 29,47%. Sedangkan pada penambahan fotokatalis sebanyak 60 mg persentase degradasi metil jingga mengalami penurunan yang cukup tajam. Adapun hasil penelitian yang diperoleh sesuai dengan penelitian Hadi dan Wahab (2015) yang telah melakukan uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ variasi massa dari 20 hingga 60 mg untuk mendegradasi zat warna metil jingga dengan memberikan persentase degradasi tertinggi saat penambahan massa sebanyak 50 mg.

Menurut Kavitha dan Palanisamy (2010), penurunan persentase degradasi dapat disebabkan karena terbentuknya agregat pada fotokatalis dalam senyawa target. Sehingga katalis mengalami kejenuhan atau aglomerasi (penggumpalan) yang akan menutupi sisi aktif pada permukaan fotokatalis dalam mengadsorpsi sinar UV. Selain itu penurunan persentase degradasi dalam penambahan jumlah fotokatalis yang semakin banyak disebabkan karena adanya peningkatan turbiditas (kekeruhan) dalam larutan. Adanya turbiditas tersebut disebabkan karena terhamburnya fotokatalis dalam metil jingga, sehingga dapat mengurangi penetrasi sinar UV yang akan diserap oleh permukaan fotokatalis (Neppolian *et al.*, 2003; Kadam *et al.*, 2014). Massa fotokatalis optimum yang diperoleh selanjutnya digunakan sebagai acuan dalam proses uji aktivitas variasi konsentrasi metil jingga. Adapun mekanisme reaksi degradasi terhadap senyawa azo metil jingga dapat ditampilkan seperti pada Gambar 4.13.

4.3.5 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Terhadap Degradasi Metil Jingga Variasi Konsentrasi Metil Jingga dengan Waktu Penyinaran dan Massa Fotokatalis Optimum

Pada penelitian ini digunakan variasi konsentrasi media target untuk mengetahui besarnya konsentrasi metil jingga optimum yang mampu terdegradasi oleh fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. Menurut Nikazar *et al.* (2007), konsentrasi dalam zat warna yang semakin tinggi akan semakin banyak molekul yang terdapat di dalamnya. Banyaknya molekul dalam zat warna tersebut akan menyebabkan kompetisi antar molekul yang harus diadsorpsi oleh permukaan fotokatalis, sehingga proses adsorpsi semakin menurun.

Penentuan konsentrasi metil jingga optimum dilakukan dengan variasi konsentrasi 1, 5, 10, 15, dan 20 ppm dengan menambahkan fotokatalis sebanyak 50 mg. Proses fotodegradasi dengan disinari lampu UV selama 100 menit dan disertai pengadukan. Grafik hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga variasi konsentrasi larutan metil jingga dengan waktu penyinaran dan massa fotokatalis optimum dapat ditampilkan pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 Hasil uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap degradasi metil jingga variasi konsentrasi metil jingga

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.15 dapat teramati bahwa konsentrasi metil jingga 1, 5, 10, 15, dan 20 ppm masing-masing memberikan persen degradasi (%) 17,43; 24,18; 29,47; 25,37; dan 8,77. Keadaan optimum degradasi metil jingga diperoleh pada saat konsentrasi awal metil jingga 10 ppm di mana memiliki persen degradasi sebesar 29,47%. Pada konsentrasi metil jingga 1 dan 5 ppm didapatkan persentase degradasi yang lebih rendah daripada konsentrasi 10 ppm. Hal demikian sesuai dengan yang telah dijelaskan pada variasi massa katalis di mana jika suatu zat warna diberikan katalis dengan massa yang berlebih, maka akan memberikan persen degradasi yang menurun. Hal ini disebabkan karena katalis mengalami penggumpalan dan dapat menyebabkan peningkatan turbiditas pada larutan.

Konsentrasi metil jingga yang melebihi konsentrasi optimumnya akan memberikan persentase degradasi yang cenderung menurun secara perlahan hingga menurun drastis, seperti pada konsentrasi 15 dan 20 ppm. Adapun hasil penelitian yang diperoleh sesuai dengan penelitian Hadi dan Wahab (2015) yang telah melakukan uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ dengan variasi konsentrasi metil jingga dari 5 hingga 30 ppm dengan memberikan persen degradasi tertinggi pada konsentrasi metil jingga 10 ppm. Aziztyana *et al.* (2019) juga telah melakukan uji aktivitas $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ untuk mendegradasi metil jingga dengan variasi konsentrasi 10, 20, dan 30 ppm di mana hasil yang didapatkan adalah persentase degradasi metil jingga optimum pada konsentrasi 10 ppm.

Alkaykh *et al.* (2020) memaparkan bahwa penurunan aktivitas fotokatalis dapat terjadi seiring dengan kenaikan konsentrasi zat warna. Konsentrasi zat warna yang semakin tinggi akan mempengaruhi sinar UV yang berinteraksi

dengan fotokatalis. Jika sinar UV yang berinteraksi atau terserap oleh fotokatalis terbatas, maka akan semakin sedikit energi foton yang mengenai permukaan fotokatalis. Dengan demikian kemampuan elektron untuk bereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi semakin sulit dan $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan akan semakin sedikit. Adapun mekanisme reaksi degradasi terhadap senyawa azo metil jingga dapat ditampilkan seperti pada Gambar 4.13.

Pada penelitian ini degradasi optimum metil jingga menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ memiliki persentase sebesar 29,47%. Dari hasil tersebut dapat dikatakan bahwa persentase degradasi metil jingga yang didapatkan cukup rendah. Menurut Aziztyana *et al.* (2019) tingkat adsorpsi zat warna dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain lama waktu penyinaran, massa fotokatalis, konsentrasi awal zat warna, sifat zat warna, luas permukaan fotokatalis, dan pH larutan. Dari faktor-faktor tersebut dapat dikatakan bahwa penyebab rendahnya persentase degradasi metil jingga adalah pH pada senyawa target yang netral. Pada proses fotodegradasi, pH memiliki peranan penting dalam menghasilkan $\bullet\text{OH}$ yang akan berpengaruh pada adsorpsi zat warna pada permukaan TiO_2 beserta laju degradasinya (Kumar dan Pandey, 2017).

Point of zero change atau pH_{pzc} dari TiO_2 adalah 6,8 dan akan membentuk gugus TiOH_2^+ pada suasana asam, sedangkan pada suasana basa TiO_2 akan mengalami deprotonasi dengan membentuk gugus TiO^- yang bermuatan negatif pada permukaannya. Metil jingga merupakan zat warna anionik dalam pelarut air karena mengandung gugus hidroksil yang bermuatan negatif. Dengan demikian adanya interaksi elektrostatik antara permukaan TiOH_2^+ (yang bermuatan positif dalam suasana asam) dan anion dari metil jingga (yang bermuatan negatif)

menyebabkan semakin banyaknya metil jingga yang terdegradasi oleh $\bullet\text{OH}$. Sebaliknya pada TiO^- (yang bermuatan negatif dalam suasana basa) mengakibatkan semakin sulitnya metil jingga terdegradasi oleh $\bullet\text{OH}$ (Barka *et al.*, 2008; Park *et al.*, 2005; Okitsu *et al.*, 2005)

4.4 Integrasi Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Allah Swt telah menganugrahkan kemampuan serta kebebasan kepada manusia dalam mengembangkan ilmu pengetahuan. Manusia dalam pandangan islam merupakan makhluk ciptaan Allah yang paling istimewa di antara makhluk yang lainnya. Karena dalam fitrahnya manusia memiliki sekumpulan unsur surgawi yang luhur, kesadaran yang normal, serta inteligensi yang paling tinggi. Allah Swt memberikan potensi akal kepada manusia yang luar biasa sehingga menjadikan manusia diberikan amanah sebagai *khalifah* di bumi. Manusia diberi tugas sebagai *khalifatullah fil ard* dapat dijelaskan dalam Qur'an surat Fathir ayat 39 berikut ini:

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا مَقْتًا وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا خَسَارًا ﴿٣٩﴾ فاطر:

Artinya: “Dialah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka.” (Q.S Fathir 35:39)

Menurut tafsir Quraish Shihab, maksud dari *khala'if fi al-ard* dalam ayat diatas ialah Allah Swt telah menjadikan manusia sebagai pewaris muka bumi untuk membangun dan mengolah bumi agar manusia dapat menjalankan syariat

yang telah ditetapkan. Wewenang manusia sebagai *khalifah* dapat diartikan bahwa manusia memiliki kemampuan dan kekuasaan untuk memanfaatkan alam dengan sebaik-baiknya. Akan tetapi dalam surat al Baqarah ayat 30, malaikat mempunyai dugaan dan kekhawatiran terhadap amanah yang diberikan oleh Allah Swt kepada manusia. Malaikat khawatir apabila *khalifah* yang diciptakan oleh Allah Swt akan berbuat kerusakan dimuka bumi.

Putaran roda sejarah kehidupan manusia semakin lama semakin membuktikan bahwa kekhawatiran malaikat telah terjadi, yakni manusia telah berbuat kerusakan dimuka bumi. Banyak sekali kerusakan lingkungan yang terjadi akibat ulah manusia. Salah satu diantaranya adalah kegiatan industri tekstil yang menghasilkan produk samping berupa limbah zat warna yang merupakan kontributor pencemaran air dalam lingkungan perairan.

Untuk mengatasi problem kemanusiaan diatas, maka sudah saatnya manusia sebagai *khalifah* menggunakan potensi akalnya dengan baik untuk menciptakan sesuatu yang bermanfaat bagi lingkungan. Sehingga kerusakan alam dan lingkungan yang terjadi bukan akibat dari ulah tangan manusia dengan dalih memanfaatkannya. Dengan demikian diperlukan suatu usaha untuk mengembangkan potensi sumber daya manusia. Potensi manusia sebagai *khalifah* dan makhluk yang memiliki pengetahuan dapat diamalkan dengan memanfaatkan mineral alam yang telah disediakan oleh Allah Swt. Mineral alam terdapat pada daerah di sekitar gunung api atau pengendapan sedimen. Allah Swt telah menjelaskan beragam batuan yang diciptakan untuk dimanfaatkan oleh manusia sesuai dengan kebutuhannya dalam Qur'an surat Fathir ayat 27 berikut:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ السَّمَاءَ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُّخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيضٌ وَحُمْرٌ
مُّخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَعَرَايِبُ سُودٌ ﴿٢٧﴾ فاطر: ٢٧

Artinya: “*Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu Kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya. Dan di antara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada (pula) yang hitam pekat.*” (Q.S Fatir 35:27)

Lafadz jadada mengandung arti beraneka warna. Allah Swt telah menciptakan gunung dengan garis-garis warna tertentu. Garis-garis pada gunung merupakan pelapisan batuan sedimen, sedangkan aneka warna yang berbeda mencerminkan komposisi penyusun batuan yang bervariasi. Warna yang paling muda dapat dijumpai pada jenis batuan, salah satunya adalah batuan sedimen yang terbentuk karena adanya pengendapan bahan yang terangkut oleh adanya aliran air. Proses pengendapan, pengangkutan, dan pelapukan berlangsung selama ribuan tahun hingga menghasilkan jenis batuan mineral yang dapat dimanfaatkan oleh manusia (Katsir, 2015).

Zeolit alam merupakan salah satu jenis mineral alam yang dapat dimanfaatkan sebagai adsorben. Zeolit alam dapat dimodifikasi sebagai pengemban dari material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$. Material $\text{TiO}_2\text{-N}$ /zeolit dapat digunakan sebagai fotokatalis dalam proses pengolahan limbah cair seperti limbah zat warna karena memiliki kemampuan untuk mendegradasi dan mengadsorpsi yang efektif dan efisien. Proses pengolahan limbah zat warna yang lebih aman bagi lingkungan merupakan salah satu bentuk pengamalan dari amanah *al-islah* yang diberikan Allah Swt kepada manusia. Allah Swt memberikan amanah *al-*

islah agar manusia dapat menjaga, melindungi, dan memelihara kelestarian lingkungan demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya.

Menurut M. Quraish Shihab dalam Tafsir al-Mishbah (35) Allah Swt tidak akan disentuh sedikitpun oleh kekufuran makhluk-Nya agar manusia dapat menyadari siapakah mereka yang sebenarnya. Rasa keinsyafan demikian dapat mendorong untuk mensyukuri segala nikmat-Nya yang tak terhingga, mengesakan-Nya dari segala perbuatan dan kepercayaan yang berbau syirik, serta menaati segala perintah-Nya. Semakin bertambah rasa kekufuran, maka akan semakin bertambah pula kemarahan dan kemurkaan Allah.

Keunggulan dan kekuatan manusia dalam mengontrol sikapnya terhadap alam dan makhluk lainnya merupakan amanah dari Allah Swt. Dengan demikian manusia harus mampu menunjukkan rasa tanggungjawabnya atas pemanfaatan dan pemeliharaan alam dengan segala isinya sebagaimana amanah yang diberikan oleh Allah Swt kepada manusia. Konsep *khalifah* yang telah dikemukakan diatas menunjukkan bahwa dalam ajaran islam memiliki relevansi dan perhatian yang sangat besar terhadap konsep ekologis dan lingkungan hidup.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa penambahan dopan N memberikan pengaruh terhadap energi celah pita, struktur kristal, dan gugus fungsi dari TiO_2 . Nilai energi celah pita material hasil sintesis sebesar 2,70 eV membuktikan bahwa TiO_2 -N/zeolit mampu menyerap sinar dengan panjang gelombang yang lebih besar. Masuknya dopan N dalam kisi TiO_2 memberikan pengaruh terhadap struktur TiO_2 yang diketahui dari pergeseran sudut difraksi ke nilai 2θ yang lebih besar dengan tetap memberikan struktur kristal fasa anatas. Pada spektrum IR terbentuk puncak baru pada bilangan gelombang 1455 cm^{-1} yang mengindikasikan tersubstitusinya atom O oleh N pada kisi TiO_2 . Adapun waktu penyinaran optimum terdapat pada menit ke 100, massa fotokatalis optimum pada 50 mg, serta konsentrasi optimum metil jingga adalah 10 ppm dengan persen degradasi sebesar 29,47%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan pengukuran pada beberapa panjang gelombang tertentu agar dapat diketahui apakah pada metil jingga terdapat pergeseran panjang gelombang atau tidak. Selain itu perlu karakterisasi menggunakan instrumen yang dapat menganalisa luas permukaan dan morfologi fotokatalis TiO_2 -N/zeolit. Selanjutnya agar didapatkan persentase degradasi yang lebih besar pada uji aktivitas fotokatalis TiO_2 -N/zeolit terhadap degradasi metil jingga perlu ditambahkan HCl agar pH metil jingga dalam kondisi suasana asam.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdurrahman, A. S., Noviyanti, A. R., dan Rakhmawaty, D. 2009. Pembuatan Fotokatalis TiO_2 -Zeolit Alam Asal Tasikmalaya Untuk Fotodegradasi Methylene Blue. *Jurnal Zeolit Indonesia*. 8(1) : 6-14.
- Abdurrahman, S. H. 1986. *Pengantar Hukum Lingkungan Indonesia*. Jakarta: Arika Media Cipta.
- Ahmadpour, A., Zare, M., Behjoomanesh, M., dan Avazpour, A. 2015. Photocatalytic Decolorization of Methyl Orange Dye using Nano-Photocatalysts. *Advances in Environmental Technology*. 3:121-127.
- Akgedik, R., Aytakin I., Kurt A. B., Dagli, C. E. 2016. Recurrent Pneumonia Due to Olive Aspiration in a Healthy Adult: a Case Report. *The Clinical Respiratory Journal*. 10(6): 809-810.
- Alfina, B. T., Wardhani, S., dan Tjahjanto, R. T. 2015. Sintesis TiO_2 -N/zeolit untuk Degradasi Metilen Biru. *Kimia Student Journal*. 1(1): 509-605.
- Alkaykh, S., Mbarek, A., dan Ali-Shattle, E. E. 2020. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Dye in Aqueous Solution by MnTiO_3 Nanoparticles under Sunlight Irradiation. *Heliyon*. 6(2): 1-6.
- Alwash, A. H., Abdullah, A. Z., dan Ismail, N. 2012. Zeolite Y Encapsulated with Fe- TiO_2 for Ultrasound-Assisted Degradation of Amaranth Dye in Water. *Journal of Hazardous Material*. 233-234: 184-193.
- Amalina, E. S., Harjito, dan Priatmoko, S. 2016. Pengaruh doping-N pada aktivitas Fotokatalis TiO_2 untuk Degradasi Methyl Orange. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 5(1): 69-72.
- Ansari, S. A., Khan, M. M., Ansari, M. O., dan Cho, M. H. 2016. Nitrogen-Doped Titanium Dioxide (N-Doped TiO_2) for Visible Light Photocatalyst. *New Journal Chemistry*. 40(4): 3000-3009.
- Arief, L. M. 2016. *Pengolahan Limbah Industri*. Yogyakarta: CV Andi Offset.
- Asahi, R. dan Morikawa, T. 2007. Nitrogen Complex Species and its Chemical Nature in TiO_2 for Visible-Light Sensitized Photocatalysis. *Chemical Physics*. 339: 57-63.
- Awati, P. S., Awate, S. V., Shah, P. P., dan Ramaswamy, V. 2003. Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue using Nanocrystalline Anatase Titania Prepared by Ultrasonic Technique. *Catalysis Communications*. 4: 393-400.
- Aziztyana, A. P., Wardhani, S., Prananto, Y. P., Purwonugroho, D, dan Darjito. 2019. Optimisation of Methyl Orange Photodegradation using TiO_2 -Zeolite Photocatalyst and H_2O_2 in Acid Condition. *Materials Sciences and Engineering*. 546: 2-8.

- A'yun, Q., Baiti, I. B., dan Ridho, R. 2019. Pengaruh Pelapisan Titanium Dioksida (TiO_2) pada Plat Kaca terhadap Efektivitas Fotodegradasi Methyl Orange menggunakan Metode SODIS (Solar Disinfection Water). *Jurnal Crystal: Publikasi Penelitian Kimia dan Terapannya*. 1(1): 13-27.
- Barka, N., Nounah, A., dan Assabbane, A. 2008. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange with Immobilized TiO_2 Nanoparticles: Effect of pH and Some Inorganic Anions. *Physical Chemistry News*. 41: 85-88.
- Banon, C. dan Suharto, T. E. 2008. Adsorpsi Amoniak oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*. 4(1): 354-360.
- Barthe, L., Hemati, M., Philippot, K., Chaudret, B., Nowicki, A. D., dan Roucoux, A. 2009. Rhodium Colloidal Suspension Deposition on Porous Silica Particles by Dry Impregnation: Study of the Influence of the Reaction Conditions on Nanoparticles Location and Dispersion and Catalytic Reactivity. *Chemical Engineering Journal*. 151(1-3): 372-379.
- Chen, C., Liu, J., Liu, P., dan Yu, B. 2011. Investigation of Photocatalytic Degradation of Methyl Orange by using Nano-Sized ZnO Catalysts. *Advances in Chemical Engineering and Science*. 1(1): 9-14.
- Cheng, X., Yu, X., Xing, Z., dan Wan, J. 2012. Enhanced Photocatalytic Activity of Nitrogen Doped TiO_2 Anatase Nano-Particle under Simulated Sunlight Irradiation. *Energy Procedia*. 16(2012): 598-605.
- Coronado, D. R., Gattorno, G. R., Pesqueira, M. E. E., Cab. C., Coss, R. D., dan Oskam, G. 2008. Phase-Pure TiO_2 Nanoparticles: Anatase, Brookite and Rutile. *Nanotechnology*. 19(14): 10.
- Couto, S. R. 2009. Dye Removal by Immobilised Fungi. *Biotechnology Advances*. 27: 227-235.
- Dastan, D dan Chaure, N. B. 2014. Influence of Surfactants on TiO_2 Nanoparticles Grown by Sol-Gel Technique. *International Journal of Materials*. 2(1): 21-24.
- Ertan, A. and Ozkan, F. C. 2005. CO_2 and N_2 Adsorption on The Acid (HCl , HNO_3 , H_2SO_4 , and H_3PO_4) Treated Zeolites. *Adsorption*. 11(1): 151-156.
- Getoff, N. 1995. Radiation-Induced Degradation of Water Pollutants-State of The Art. *Radiation Physics Chemistry*. 47(4): 581-593.
- Guesh, K., Alvarez, C. M., Chebude, Y., dan Diaz, I. 2016. Enhanced Photocatalytic Activity of Supported TiO_2 by Selective Surface Modification of Zeolite Y. *Applied Surface Science*. 378: 473-478.
- Guesh, K., Mayoral, A., Alvarez, C. M., Chebude, Y., dan Diaz, I. 2015: Enhanced Photocatalytic Activity of TiO_2 Supported on Zeolites Tested in Real

- Wastewaters from The Textile Industry of Ethiopia. *Microporous and Mesoporous Materials*. 225: 88-97.
- Gurkan, Y.Y., Turken, N., Cinar, Z. 2012. Photocatalytic Degradation of Cefazolin over N-Doped TiO₂ Under UV and Sunlight Irradiation : Prediction of the Reaction Paths Via Conceptual DFT. *Chemical Engineering Journal*. 184(2012): 113-124.
- Hadi, H. M. dan Wahab, H. S. 2015. Visible Light Photocatalytic Decolourization of Methyl Orange Using N-Doped TiO₂ Nanoparticles. *Journal of Al-Nahrain University*. 18(3): 1-9.
- Hashimoto, K., Irie, H., dan Fujisjima, A. 2005. TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. *Japanese Journal of Applied Physics*. 44(12): 8269-8285.
- Hastuti, E. 2011. Analisa Difraksi Sinar X TiO₂ dalam Penyiapan Bahan Sel Surya Tersesitisasi Pewarna. *Jurnal Neutrino*. 4(1): 93-100.
- Hoffman, M. R., Martin, S. T., Choi, W., dan Bahnemann, D. W. 1995. Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*. 95(1): 69-96.
- Huang, M., Xu, C., Wu, Z., Huang, Y., Lin, J., dan Wu, J. 2007. Photocatalytic Discolorization of Methyl Orange Solution by Pt Modified TiO₂ Loaded on Natural Zeolit. *Dyes and Pigments*. 77(2008): 327-334.
- Imamudin, M. 2012. Peranan Air dalam Perspektif al-Qur'an. *El-Hayah*. 3(1): 41-45.
- Jong, K. P. D. 2009. *Synthesis of Solid Catalyst*. Jerman: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA Prepared by Impregnation. *Journal of Catalyst*. 206(2002): 305-31.
- Joshi, K. M. dan Shrivastava, V. S. 2010. Removal of Hazardous Textile Dyes from Aqueous Solution by using Commercial Activated Carbon with TiO₂ and ZnO as Photocatalyst. *International Journal of ChemTech Research*. 2(1): 427-435.
- Juwita, D. R. 2011. Fiqh Lingkungan Hidup dalam Perspektif Islam. *Jurnal Studi Agama*. 5(1): 27-41.
- Kadam, A. N., Dhabbe, R. S., Kokate, M. R., Gaikwad, Y. B., dan Garadkar, K. M. 2014. Preparation of N doped TiO₂ via Microwave-Assisted Method and Its Photocatalytic Activity for Degradation of Malathion. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 1-28.
- Kansal, S. K., Singh, M., dan Sud, D. 2006. *Studies on Photodegradation of Two Commercial Dyes in Aques Phase using Different Photocatalyst*. India: Department of Chemical Engineering and Technology Panjab University.

- Karim, S., Pardoyo, dan Subagiyo, A. 2016. Sintesis dan Karakterisasi TiO_2 Terdoping Nitrogen (N-Doped TiO_2) dengan Metode Sol–Gel. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 19(2): 63-67.
- Kavitha, S. K., dan Palanisamy, P. N. 2010. Solar Photocatalytic Degradation of Vat Yellow 4 Dye in Aqueous Suspension of TiO_2 -Optimization of Operational Parameters. *Advances in Environmental Sciences International Journal of The Bioflux Society* . 2(2): 189-202.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Klunk, M. A., Schropfer, S. B., Dasgupta, S., dan Das, M. 2020. Synthesis and Characterization of Mordenite Zeolite from Metakaolin and Rice Husk Ash as a Source of Aluminium and Silicon. *Chemical Papers*. 74: 2481-2489.
- Kumar, A. A., Rajini, A., dan Venkatathri, N. 2017. Synthesis and Characterization of Magnetically Separable Porous Titanium Silicate Nanocomposite Catalyst for Environmental Applications. *Materials Today: Proceedings*. (4): 19-24.
- Kumar, A. dan andey, G. 2017. A Review on the Factors Affecting the Photocatalytic Degradation of Hazardous Materials. *Materials Sciences and Engineering International Journal*. 1(3): 106-114.
- Landmann, M., Rauls, E., dan Schmid, W. G. 2012. The Electronic Structure and Optical Response of Rutile, Anatase, and Brookite TiO_2 . *Journal Physics: Condens. Matter*. 24(19):1-6.
- Las, T. 2004. *Potensi Zeolit untuk Mengolah Limbah Indutri dan Radioaktif*. Rev. Agustus. Serpong: P2PLR BATAN.
- Layman, K. A., Ivey, M. M., dan Hemminger, J. C. 2003. Pyridine Adsorption and Acid/Base Complex Formation on Ultrathin Films of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ on $\text{NiAl}(100)$. *Journal of Physics and Chemistry B*. 107(33): 8538-8546.
- Lestari, Y. D., Wardhani, S., dan Khunur, M. M. 2015. Degradasi Methylene Blue menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/Z}$ Zeolit dengan Sinar Matahari. *Kimia Student Journal*. 1(1): 592-598.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., dan Yates, J. T. 1995. Photocatalysis on TiO_2 Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*. 95: 735-758.
- Lisi, D. 2002. *Self Cleaning Glass*. Italy: Universitas Degli Studio Di Lecce.
- Listanti, A., Taufiq, A., Hidayat, A., dan Sunaryo, A. 2018. Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO_2 Hasil Sintesis menggunakan Metode Sol-Gel. *Journal of Physical Science and Engineering*. 3(1): 8-15.
- Maldotti, A., Andreotti, L., Molinari, A., Varani, G., Cerichelli, G., dan Chiarini, M. 2000. Photocatalytic Properties of Iron Porphyrins Revisited in Aqueous Micellar Environment: Oxygenation of Alkenes and Reductive Degradation of Carbon Tetrachloride. *The Royal Society of Chemistry*. 3:42-46.

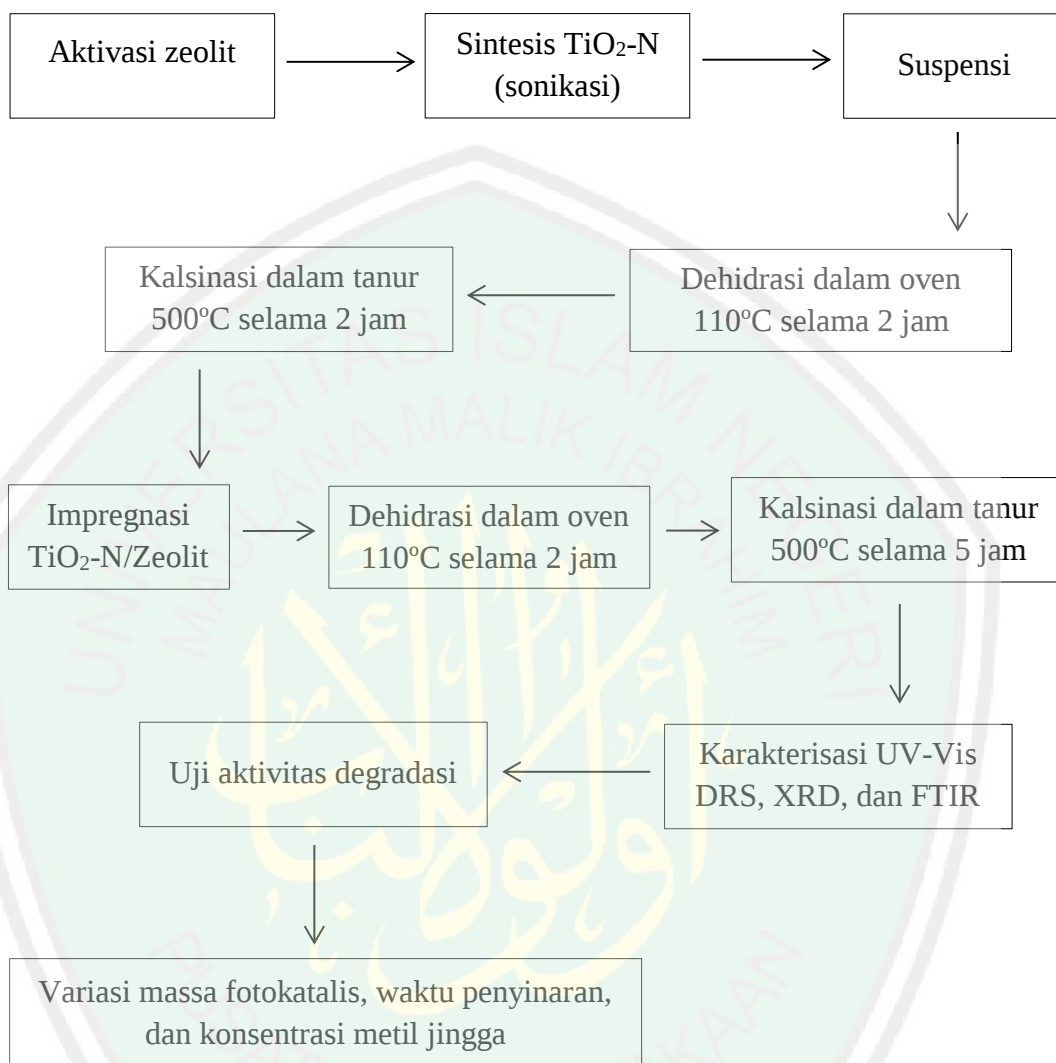
- Mandzy, N., Grulke, E., dan Druffel, T. 2005. Breakage of TiO₂ Agglomerates in Electrostatically Stabilized Aqueous Dispersions. *Journal Powder Technology*. 160(2): 121–126.
- Mano, T., Nishimoto, S. , Kameshima, Y., dan Miyake, M. 2014. Water Treatment Efficacy of Various Metal Oxide Semiconductors for Photocatalytic Ozonation Under UV and Visible Light Irradiation. *Chemical Engineering Journal*. 264: 221–229.
- Masrokhin. 2014. Konsep Ekologi Islam Seyyed Hossein Nasr (Studi Kitab dalam Kajian Fiqh). *Irtifaq*. 1(1): 39-63.
- Meechoowas, E., Poosrisoma, S., Jampeeruang, P., dan Jitwatcharakomol, T. 2015. The Effect of Heat Treatment on Fe²⁺/Fe³⁺ Ratio in Soda-Lime Silicate Glass. *Engineering Materials*. 659: 196-198.
- Mulyono, A. *Cahaya di Atas Cahaya: Kajian Cahaya Perspektif Fisika dan Tasawuf*. Malang: UIN Maliki Press.
- Murakami, H., Koyama, K., dan Tsujimoto, M. 2001. ASCA Discovery of Diffuse 6.4 keV Emission Near the Sagittarius C Complex: A New X-Ray Reflection Nebula. *The Astrophysical Journal*. 550(1): 297-300.
- Naimah, S., Ermawati, R., Aviandharie, S. A., dan Jati, B. N. 2014. Karakteristik TiO₂-zeolite dalam Pengolahan Limbah Tekstil dengan Fotoreaktor Silinder Berputar Skala Pilot Plant. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 15(4): 226-232.
- Neppolian, B., Kanel, S. R., Choi, H. C., Shankar, M. V., Arabindoo, B., dan Murugesan V. 2003. Photocatalytic Degradation of Reactive Yellow 17 Dye in Aqueous Solution in The Presence of TiO₂ With Cement Binder. *International Journal of Photoenergy*. 5: 45-49.
- Nikazar, M., Gholivand, K., dan Mahanpoor, K. 2007. Using TiO₂ Supported on Clinoptilolite as a Catalyst for Photocatalytic Degradation of Azo Dye Disperse Yellow 23 in Water. *Kinetics and Catalysis*. 48(2): 214-220.
- Nolan, N. T., Synnott, D. W., Seery, M. K., Hinder, S. J., Wessenhiven, A. V., dn Pillai, S. C. 2012. Effect of N-doping on The Photocatalytic Activity of Sol-Gel TiO₂. *Journal of Hazardous Materials*. 211-212: 88-94.
- Perez *et al.* 2012: Ultrasonic Synthesis: Structural, Optical and Electrical Correlation of TiO₂ Nanoparticles. *International Journal Electrochemical Science*. 7(9): 8832-8847.
- Phromma, S., Wutikhun, T., Kasamechonchung, P., Eksangsri, T., dan Sapcharoenkun, C. 2020. Effect of Calcination Temperature on Photocatalytic Activity of Synthesized TiO₂ Nanoparticles via Wet Ball Milling Sol-Gel Method. *Applied Sciences*. 10(3): 1-13.
- Pijarn, N., Jiemsirilers, S., dan Jinawath, S. 2003. Effect of Sample Separation Processing Techniques on Particle Size and Photocatalytic Activity of TiO₂

- from Microwave-Assisted Synthesis. *International Journal of Materials, Mechanics, and Manufacturing*. 1(3): 269-273.
- Rane, K. S., Mhalsiker, R., Yin, S., Sato T., Cho, K., Dunbar E., dan Biswas, P. 2006. Visible Light-Sensitive Yellow $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ and Fe-N Co-Doped $\text{TiO}_{1-y}\text{Fe}_y\text{O}_{2-x}\text{N}_x$ Anatase Photocatalysts. *Journal of Solid State Chemistry*. 179(10): 3033-3044
- Riyani, K., Setyaningtyas, T., dan Dwiasih, D. W. 2012. Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO_2 -Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari. *Valensi*. 2(5): 581-587.
- Schmidt, M. 2007. Thermochemical Treatment of TiO_2 Nanoparticles for Photocatalytic Applications. *Theses and Dissertations*. Florida: College of Engineering Department of Electrical Engineering Master of Science in Electrical Engineering University of South Florida.
- Selishchev, D. dan Kozlov, D. 2014. Photocatalytic Oxidation of Diethyl Sulfide Vapor over TiO_2 -Based Composite Photocatalyst. *Molecules*. 19(12): 21424-21441.
- Shankar, M.V, Ananadan S., Venkatachalam N., Arabindo B., dan Murugesan V. 2006. Fine Route of an Efficient Removal of 2,4-dichlorophenolxyacetic Acid (2,4-D) by Zeolite-Supported TiO_2 . *Chemosphere*. 63: 1014-1021.
- Slamet, Ellyana, M., dan Bismo, S. 2008. Modifikasi Zeolit Alam Lampung dengan Fotokatalis TiO_2 Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Fenol.
- Soemarwoto, O. 1987. *Ekologi, Lingkungan Hidup, dan Pembangunan*. Jakarta: Djambatan.
- Teng, M., Qiao, J., Li, F., dan Bera, P. K. 2012. Electrospun Mesoporous Carbon Nanofibers Produced from Phenolic Resin and Their Use in The Adsorption of Large Dye Molecules. *Carbon*. 50: 2877-2886.
- Thanu, D. P. R., Zhao, M., Han, Z., dan Keswani, M. 2019. *Fundamentals and Applications of Sonic Technology*. USA: University of Arizona.
- Timuda, G. E., Maddu, A., Irmansyah, dan Widyatmoko, B. 2010. Sintesis Partikel Nanocrystalline TiO_2 untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sonokimia. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIV HFI Jateng dan Daerah Istimewa Yogyakarta*. 1(1): 104-109.
- Utubira, Y. Wijaya, K., Triyono, dan Sugiharto, E. 2006. Preparation and Characterization of TiO_2 -Zeolite and its Application to Degrade Textile Wastewater by Photocatalytic Method. *Indo Journal Chemistry*. 6(3): 231-237.
- Valentin, C. D., Finazzi, E., Pacchioni, G., Selloni, A., Livraghi, S., Paganini, M. C., dan Giamello, E. 2007. N-Doped TiO_2 : Theory and Experiment. *Journal Chemical Physics*. 339(1-3): 44-56

- Viana, M. M., Soares, V. F., dan Mohallem, N. D. S. 2010. Synthesis and Characterization of TiO₂ Nanoparticles. *Ceramics International*. 36(7): 2047–2053.
- Wang, C., Shi, H., dan Li, Y. 2012. Synthesis and Characterization of Natural Zeolite Supported Cr-Doped TiO₂ Photocatalysts. *Applied Surface Science*. 258: 4328-4333.
- Wang, J., Guo, B., Zhang, X., Zhang, Z., Han, J., dan Wu, J. 2005. Sonocatalytic Degradation of Methyl Orange in the Presence of TiO₂ Catalysts and Catalytic Activity Comparison of Rutile and Anatase. *Ultrasonics Sonochemistry*. 12(5): 331-337.
- Wang, S. dan Peng, Y. 2010. Natural Zeolites as Effective Adsorbents in Water and Wastewater Treatment. *Review Chemical Engineering Journal*. 156(1): 11-24.
- Wang, Y., Gan, Y., Whiting, R., dan Lu, G. 2009. Synthesis of Sulfated Titania Supported on Mesoporous Silica using Direct Impregnation and its Application in Esterification of Acetic Acid and N-Butanol. *Journal of Solid State Chemistry*. 182(9): 2530-2534.
- Watsiqotul, Sunardi, dan Agung, L. Peran Manusia sebagai Khalifah Allah di Muka Bumi Perspektif Ekologis dalam Ajaran Islam. *Jurnal Penelitian*. 12(2): 335-378.
- Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., dan Kurniaysih, D. 2006. Utilisasi TiO₂-zeolit dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red. *TEKNOIN*. 11(3): 199-209.
- Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Tahir, I, dan Rudatiningsih. 2006. Photodegradation of Alizarin Dye using TiO₂-zeolite and UV Radiation. *Indonesian Journal Chemistry*. 6(1): 32-37.
- Wildan, A. dan Mutiara, E. V. 2019. Uji Aktivitas Fotokatalis TiO₂ Dopan-N Kombinasi Zeolit pada Pengolahan Limbah Farmasi. *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*. 4(1): 1-6.
- Xu, J., Dai, W., Li, J., Cao, Y., Li, H., He, H., dan Fan, K. 2008. Simple Fabrication of Thermally Stable Apertured N-doped TiO₂ Microtubes as a Highly Efficient Photocatalyst Under Visible Light Irradiation. *Catalyst Communication*. 9(1):146-152.
- Yang, G., Jiang, Z., Shi, H., Xiao, T., dan Yan, Z. 2010. Preparation of Highly Visible-Light active N-Doped TiO₂ Photocatalyst. *Journal Material Chemistry*. 20(25): 5301-5309.

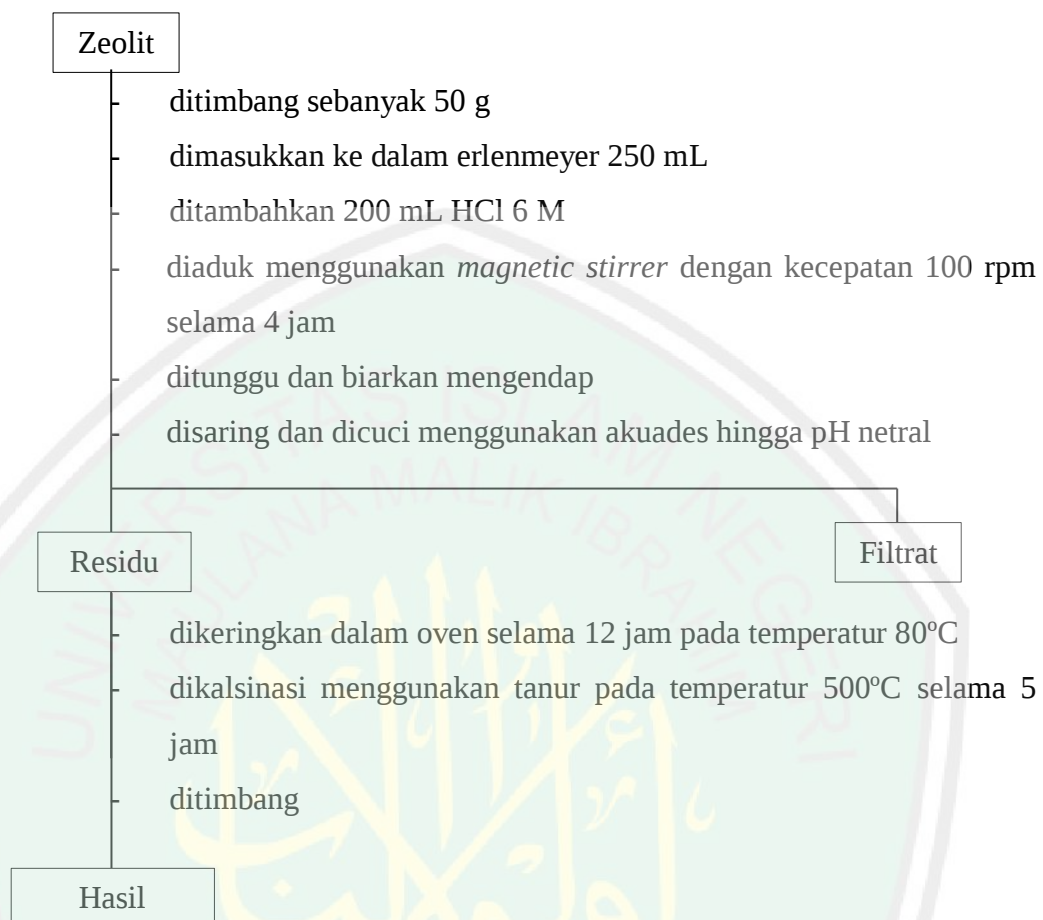
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

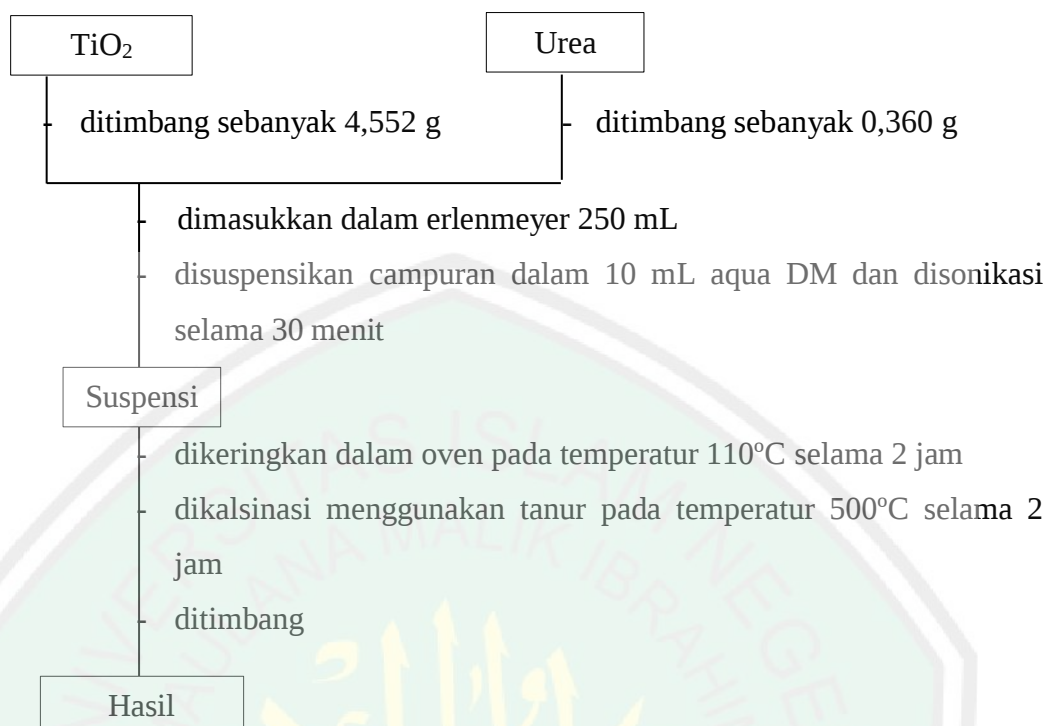


Lampiran 2: Diagram Alir

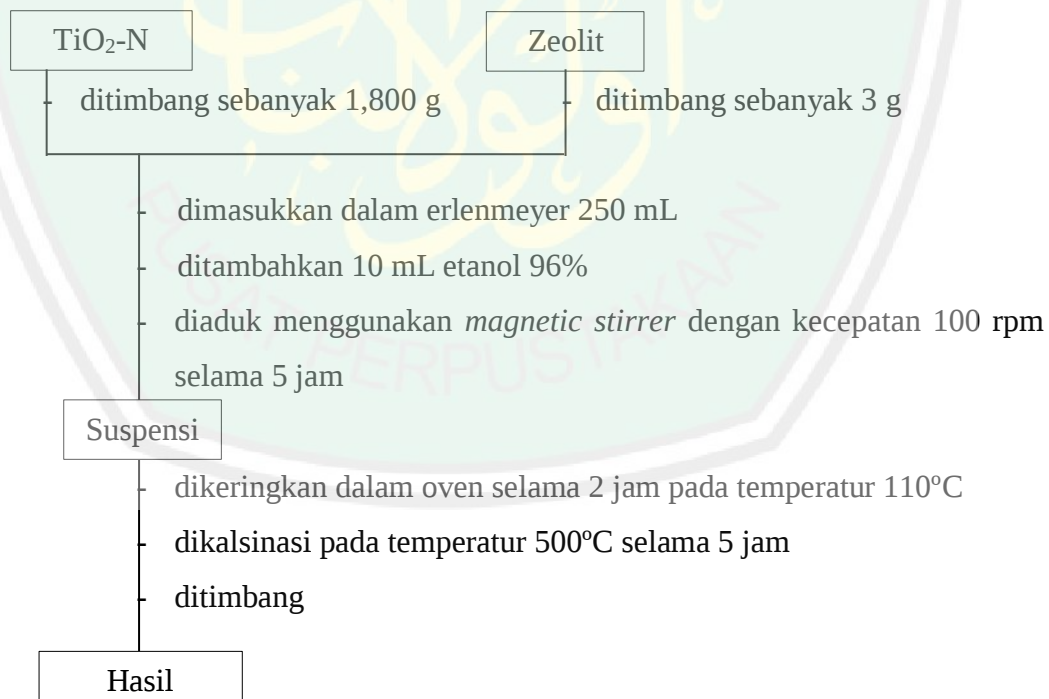
L.2.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit



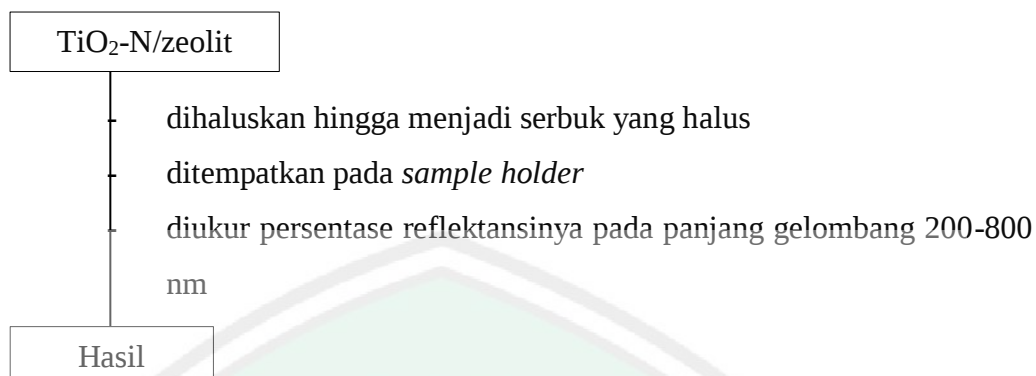
L.2.2 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$



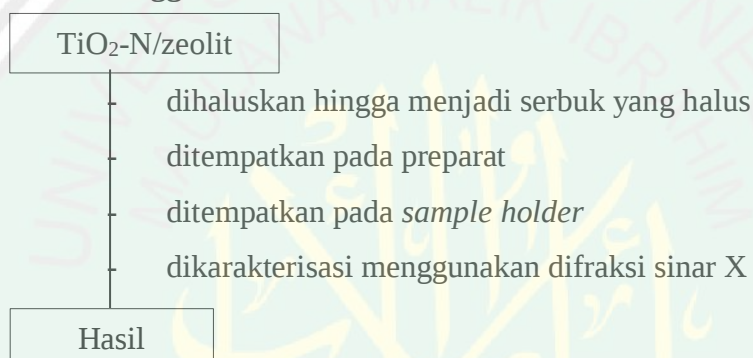
L.2.3 Impregnasi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$



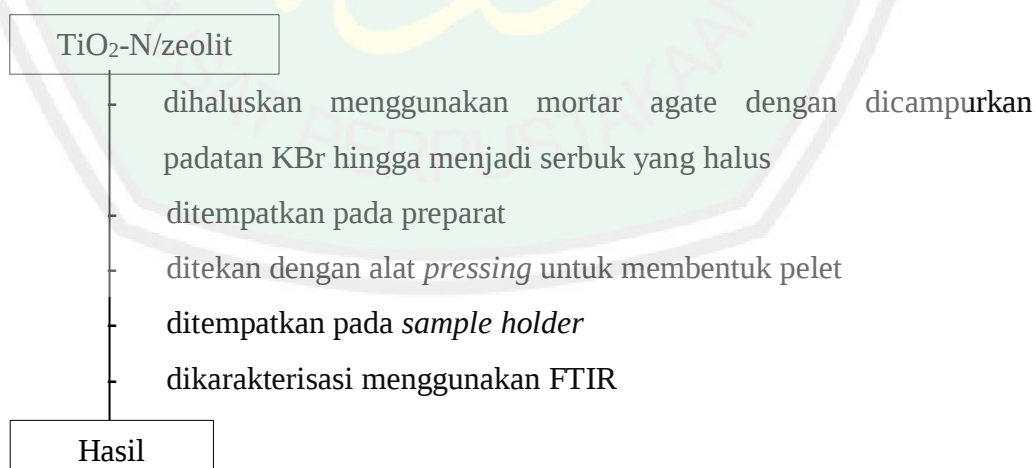
L.2.4 Analisis Energi Celah Pita dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*)



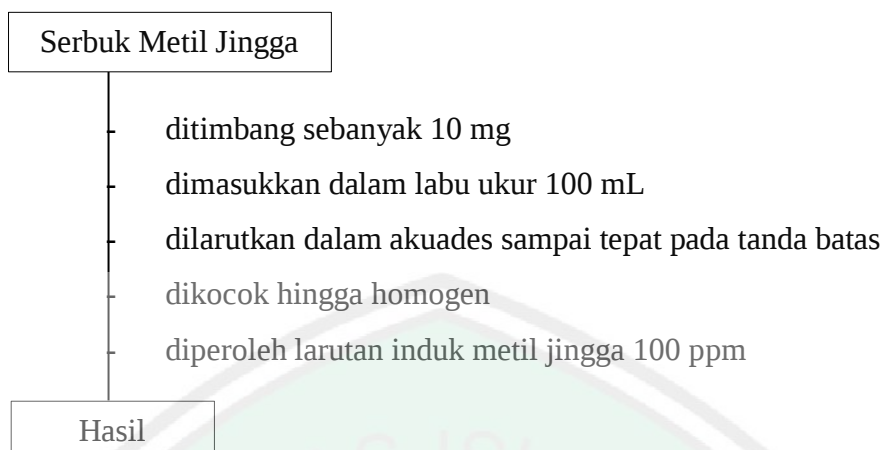
L.2.5 Identifikasi Kristalinitas Fotokatalis TiO₂-N/zeolit dengan Menggunakan Teknik Difraksi Sinar X



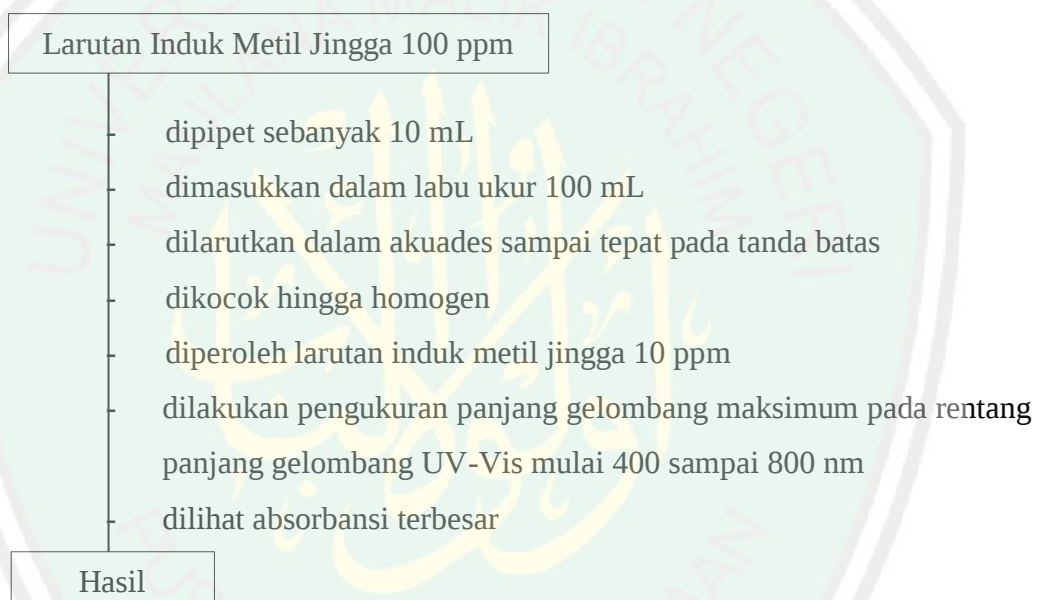
L.2.6 Identifikasi Material Fotokatalis TiO₂-N/zeolit dengan Menggunakan FTIR



L.2.7 Pembuatan Larutan Induk Metil Jingga 100 ppm



L.2.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga



L.2.9 Pembuatan Kurva Standar Metil Jingga

Larutan Induk Metil Jingga 100 ppm

dipipet sebanyak 0,5; 2,5; 5; 7,5; 10, dan 12,5 mL
 dimasukkan dalam 6 buah labu ukur 50 mL
 dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas
 dikocok hingga homogen
 diperoleh larutan metil jingga dengan variasi konsentrasi 1, 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm
 diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimumnya
 dilakukan pengukuran panjang gelombang maksimum pada rentang panjang gelombang UV-Vis mulai 400 sampai 800 nm

Hasil

L.2.10 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Waktu Penyinaran

Larutan Metil Jingga 10 mg/L

dimasukkan dalam 5 buah *beaker glass* 100 mL sebanyak 25 mL
 ditambahkan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ sebanyak 50 mg pada masing-masing *beaker glass*
 dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari sinar UV
 disentrifugasi dengan kecepatan 2000 rpm selama 10 menit
 dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum terhadap *beaker glass* pertama dengan waktu penyinaran 40 menit dan pengukuran pada *beaker glass* selanjutnya dengan waktu penyinaran 40, 60, 80, 100, dan 120 menit
 dilakukan triplo

Hasil

L.2.11 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Massa Fotokatalis

Larutan Metil Jingga 10 mg/L

dimasukkan dalam 5 buah erlenmeyer 100 mL sebanyak 25 mL
ditambahkan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ sebanyak 20, 30, 40, 50, dan 60 mg pada masing-masing *beaker glass*
dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari sinar UV dengan waktu penyinaran optimum
disentrifugasi dengan kecepatan 2000 rpm selama 10 menit
dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum terhadap seluruh *beaker glass*
dilakukan triplo

Hasil

L.2.12 Fotodegradasi Metil Jingga dengan Variasi Konsentrasi Metil Jingga

5 buah erlenmeyer 100 mL

dimasukkan larutan metil jingga 10 mL dengan konsentrasi larutan metil jingga 1, 5, 10, 15, dan 20 mg/L ditambahkan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan massa optimum pada masing-masing *beaker glass*
dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari sinar UV dengan waktu penyinaran optimum
disentrifugasi dengan kecepatan 2000 rpm selama 10 menit
dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum terhadap seluruh *beaker glass*
dilakukan triplo

Hasil

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

L.3.1 Pembuatan Larutan HCl 6 M

Berat jenis HCl pekat	: 1,270 g/mL
Konsentrasi HCl pekat	: $37\% = \frac{37 \text{ g HCl}}{100 \text{ g larutan}}$
Berat molekul HCl	: 36,500 g/mol
n	: 1 (jumlah mol ion H^+)
Mol HCl	: $\frac{\text{g HCl}}{\text{Mr HCl}} = \frac{37 \text{ g}}{36,500 \text{ g/mol}} = 1,014 \text{ mol}$
HCl dalam 100 gram larutan	: $\frac{100 \text{ g}}{1,270 \text{ g/mL}} = 78,740 \text{ mL} = 0,079 \text{ L}$
Molaritas	: $\frac{\text{mol}}{\text{V(L)}} = \frac{1,014 \text{ mol}}{0,079 \text{ L}} = 12,835 \text{ M}$
Normalitas	: $n \times \text{Molaritas} = 1 \times 12,835 \text{ M} = 12,835 \text{ N}$
Volume HCl yang dipipet	: $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$ $12,835 \text{ M} \times V_1 = 6 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$ $V_1 = 46,747 \text{ mL}$

Adapun prosedur pembuatan larutan HCl 6 M adalah larutan HCl pekat 37% dipipet sebanyak 46,747 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 15 mL akuades. Selanjutnya larutan HCl 37% ditambahkan akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL dan dikocok hingga homogen.

L.3.2 Perhitungan Berat Prekursor (TiO_2 dan $\text{CH}_2\text{N}_2\text{O}$) yang digunakan

Diketahui	:	$\text{Mr TiO}_2 = 79,865 \text{ g/mol}$ Berat padatan $\text{TiO}_2\text{-N}$ yang ingin disintesis = 5 g Perbandingan komposisi $\text{TiO}_2 : \text{CO}(\text{NH}_2)_2 = 90:10$
Ditanya	:	Massa TiO_2 dan $\text{CH}_2\text{N}_2\text{O}$?
Jawab	:	
$\text{Mr TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} = 47,867 \text{ g/mol} + 1,9(15,999 \text{ g/mol}) + 0,1 (14,007 \text{ g/mol})$ $= 47,867 \text{ g/mol} + 30,398 \text{ g/mol} + 1,401 \text{ g/mol}$ $= 79,666 \text{ g/mol}$		

$$\begin{aligned}
 10\% \text{ N yang terdoping dalam } \text{TiO}_2 &= \frac{\text{g target sintesis}}{\text{Mr TiO}_{2,9}\text{N}_{0,1}} \\
 &= \frac{5 \text{ g}}{79,666 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,063 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{mol TiO}_2 &= 0,063 \text{ mol} \times 0,9 \\
 &= 0,057 \text{ mol} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2 \\
 &= 0,057 \text{ mol} \times 79,865 \text{ g/mol} \\
 &= 4,552 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{mol CO(NH}_2)_2 &= 0,063 \text{ mol} \times 0,1 \\
 &= 0,006 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa CO(NH}_2)_2 &= \text{mol CO(NH}_2)_2 \times \text{Mr CO(NH}_2)_2 \\
 &= 0,006 \text{ mol} \times 60,056 \text{ g/mol} \\
 &= 0,360 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.3 Pembuatan Larutan Induk Metil Jingga 100 ppm

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} &: \text{ konsentrasi metil jingga} &= 100 \text{ ppm} \\
 &\text{ volume larutan} &= 100 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Ditanya : massa serbuk metil jingga?

$$\begin{aligned}
 \text{Jawab} &: \\
 1 \text{ ppm} &= \frac{1 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \\
 100 \text{ ppm} &= \frac{\text{massa}}{0,1 \text{ L}} \\
 \text{massa} &= \text{ konsentrasi} \times \text{ volume} \\
 &= 100 \text{ ppm} \times 0,100 \text{ L} \\
 &= 10 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

Adapun prosedur pembuatan larutan induk metil jingga 100 ppm adalah serbuk metil jingga sebanyak 10 mg dimasukkan ke dalam beaker glass 100 mL kemudian ditambahkan 25 mL akuades dan diaduk menggunakan batang pengaduk. Selanjutnya larutan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL serta dikocok hingga homogen.

L.3.4 Pembuatan Larutan Metil Jingga 10 ppm

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} &: V_2 &= 100 \text{ mL} \\
 &M_1 &= 100 \text{ ppm} \\
 &M_2 &= 10 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Ditanya : V_1 ?

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

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Adapun prosedur pembuatan larutan metil jingga 10 ppm adalah larutan induk metil jingga 100 ppm dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya larutan metil jingga ditambahkan akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL dan dikocok hingga homogen.

L.3.4 Pembuatan Larutan Standar Metil Jingga dari Larutan Induk 100 ppm

- Larutan Metil Jingga Konsentrasi 1 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100}{100} \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- Larutan Metil Jingga Konsentrasi 2 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 2 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{200}{100} \text{ mL}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

- Larutan Metil Jingga Konsentrasi 4 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 4 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{400}{100} \text{ mL}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

- Larutan Metil Jingga Konsentrasi 6 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 6 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{600}{100} \text{ mL}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

- Larutan Metil Jingga Konsentrasi 8 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 8 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{800}{100} \text{ mL}$$

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

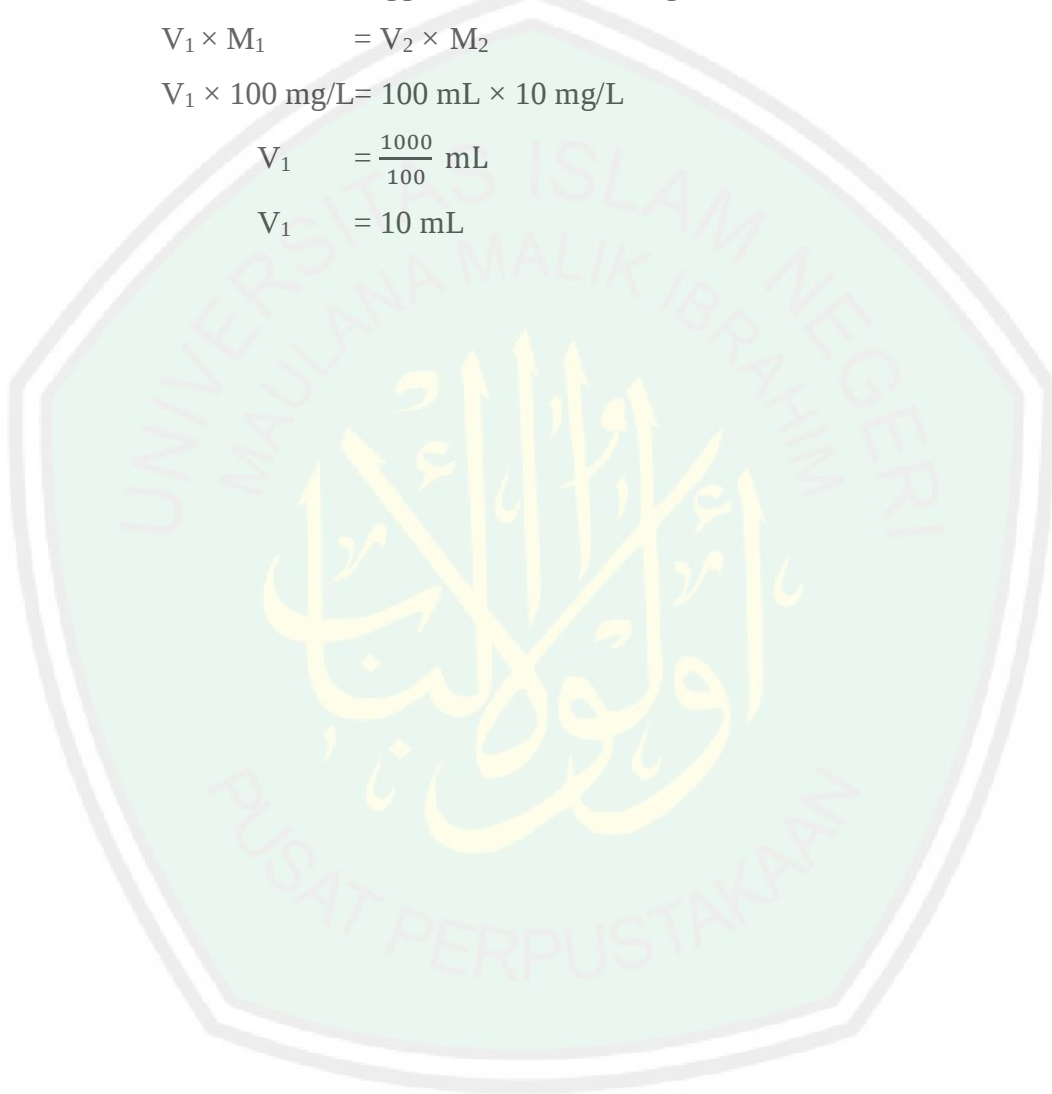
- Larutan Metil Jingga Konsentrasi 10 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}$$

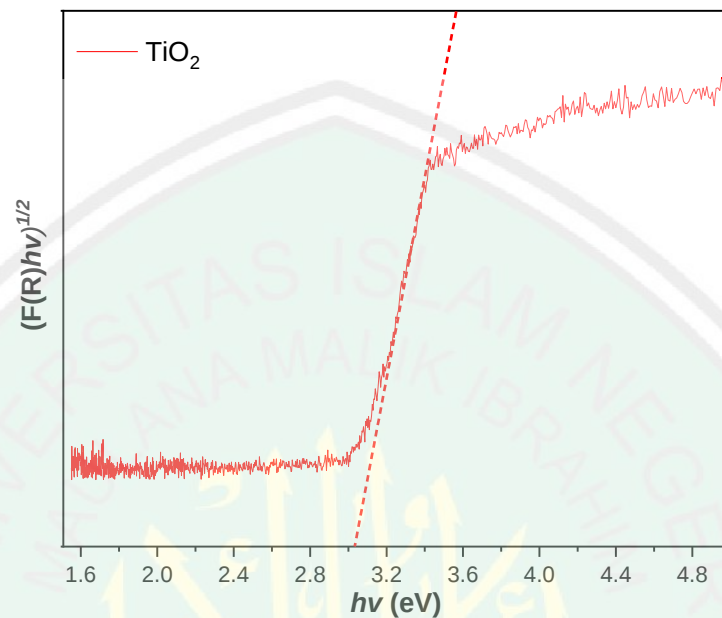
$$V_1 = \frac{1000}{100} \text{ mL}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$



Lampiran 4. Penentuan Energi Celah Pita

L.4.1 Nilai Energi Celah Pita TiO_2 Anatas Menggunakan Persamaan Kubelka-Munk



Diketahui :

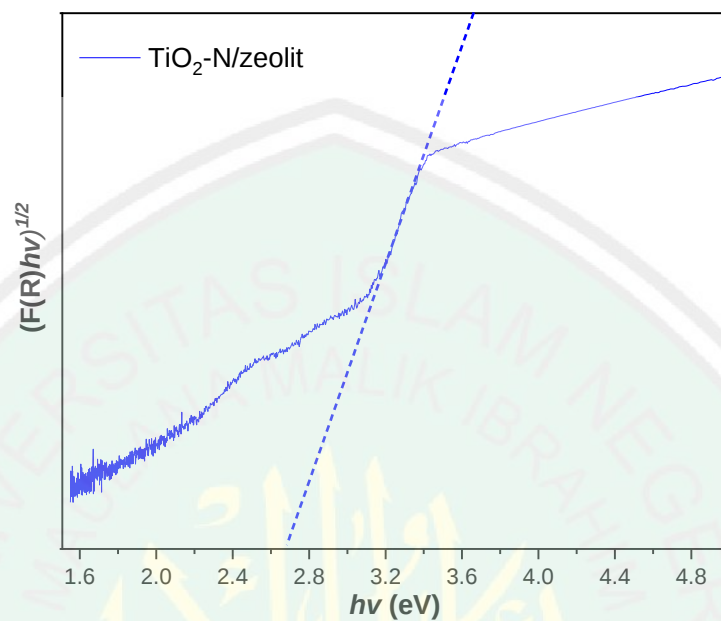
$$E_g = 3,05 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,1360 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai energi celah pita saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,05 \text{ eV}} = 406,82 \text{ nm}$$

L.4.2 Nilai Energi Celah Pita $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Menggunakan Persamaan Kubelka-Munk



Diketahui :

$$E_g = 2,70 \text{ eV}$$

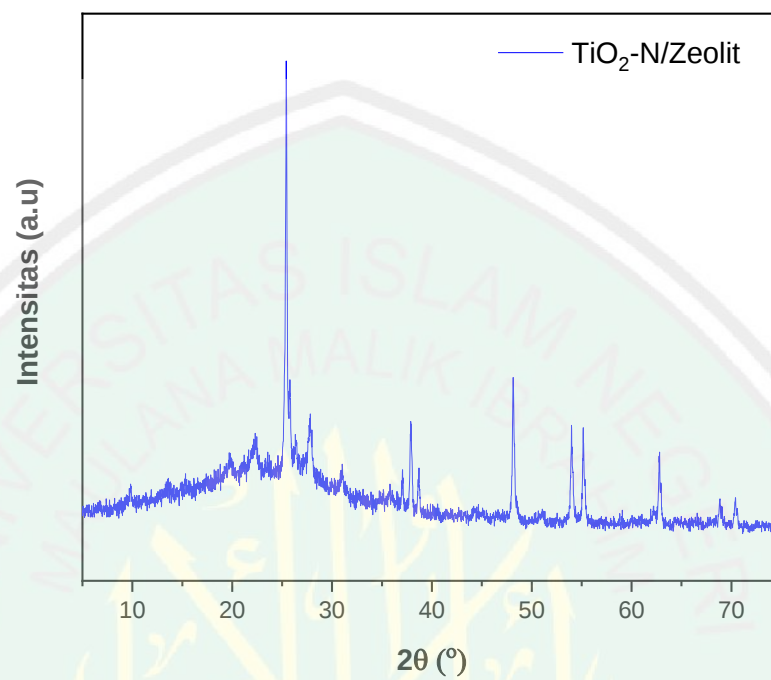
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai energi celah pita saat $y = 0$

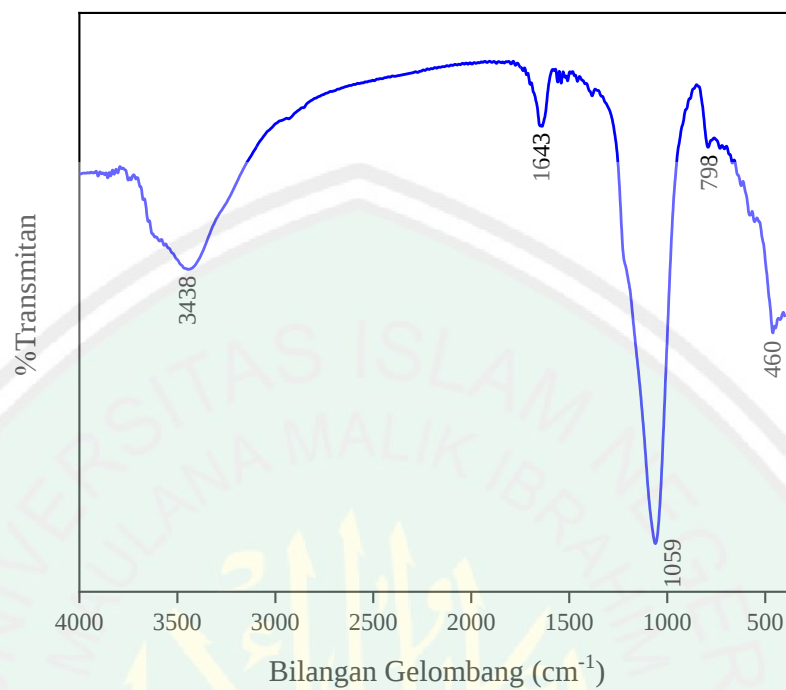
$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,70 \text{ eV}} = 459,56 \text{ nm}$$

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRD

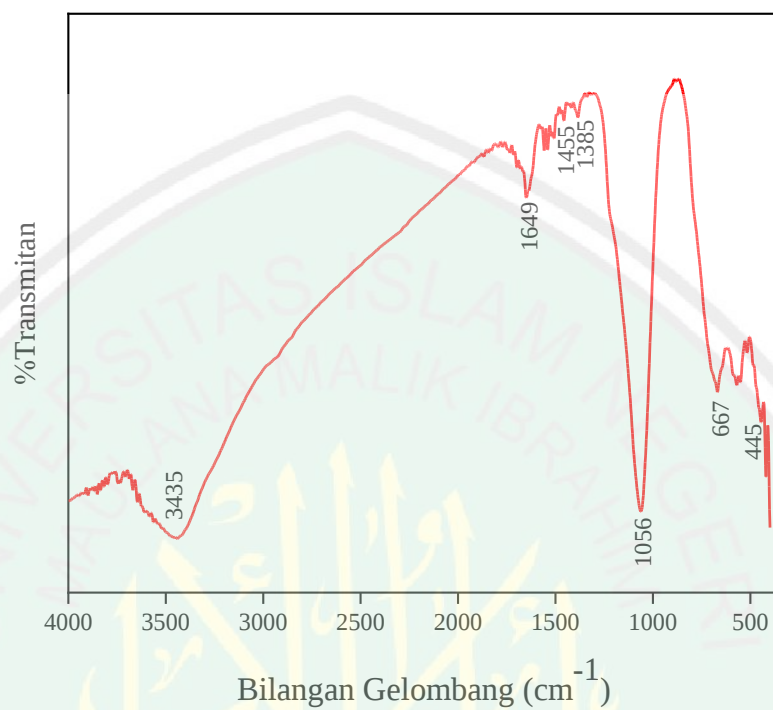
L.5.1 Difraktogram $\text{TiO}_2\text{-N/Z}$ zeolit



Lampiran 6. Hasil Karakterisasi FTIR
L.6.1 Spektra FTIR Zeolit Alam

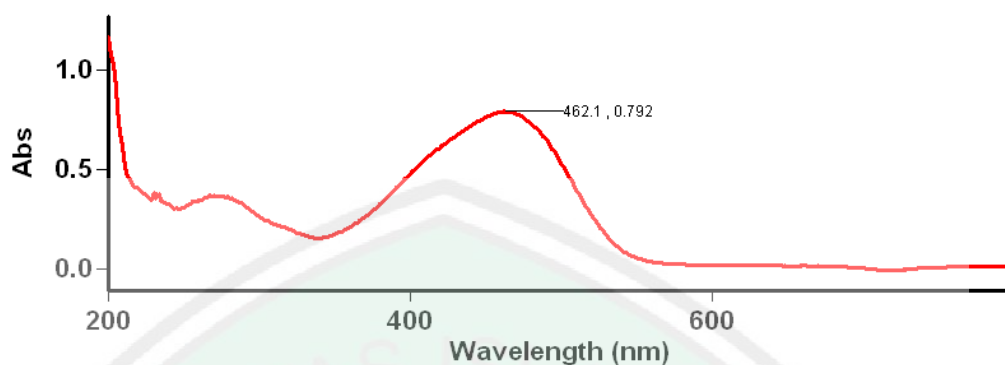


Lampiran 6. Hasil Karakterisasi FTIR
L.6.2 Spektra FTIR TiO₂-N/Zeolit



Lampiran 7. Panjang Gelombang Maksimum dan Kurva Baku Metil Jingga

L.7.1 Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 10 Aug 01:41:15 PM 2020

Method:

Batch: D:\Dewi Rohmatul\Lamdha Maks Metil Jingga 1 ppm 200-800 nm (10-08-2020).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Metil Jingga 1 ppm

Collection Time 8/10/2020 1:41:36 PM

Peak Table

Peak Style

Peaks

Peak Threshold

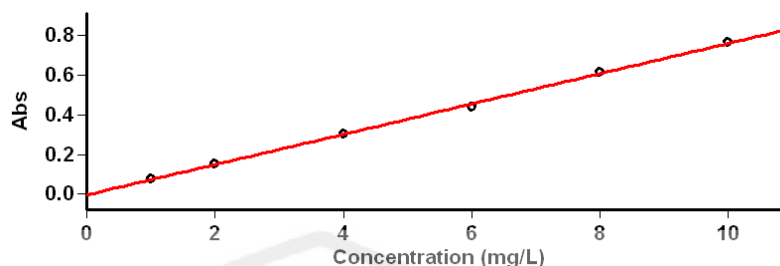
0.0100

Range

800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
462.1	0.792
266.9	0.372
234.0	0.379
230.1	0.383

L.7.2 Penentuan Kurva Baku Metil Jingga



Concentration Analysis Report

Report time 8/12/2020 11:44:12 AM
 Method
 Batch name D:\Dewi Rohmatul\Kurva Standar Metil Jingga 1-10
 ppm (12-08-2020).BCN
 Application Concentration 3.00(339)
 Operator Rika

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1294)	462.0

Calibration

Collection time 8/12/2020 11:44:30 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						0.0752 0.0753 0.0750
	1.0		0.0752	0.0002	0.24	
Std 2						0.1515 0.1514 0.1513
	2.0		0.1514	0.0001	0.05	
Std 3						0.3012 0.3013 0.3013
	4.0		0.3013	0.0001	0.02	
Std 4						0.4402 0.4405 0.4404
	6.0		0.4403	0.0001	0.03	
Std 5						0.6124 0.6122 0.6124
	8.0		0.6123	0.0001	0.02	
Std 6						0.7634 0.7638 0.7637
	10.0		0.7637	0.0002	0.03	

Calibration eqn Abs = 0.07642*Conc -0.00413
 Correlation Coefficient 0.99929
 Calibration time 8/12/2020 11:45:59 AM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated O = Overage
 N = Not used in calibration R = Repeat reading

Lampiran 8. Perhitungan Uji Aktivitas TiO₂-N/zeolit terhadap Metil Jingga

$$\% \text{degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

Keterangan : X_0 = konsentrasi sebelum didegradasi

X_t = konsentrasi setelah didegradasi

L.8.1 Perhitungan Uji Aktivitas TiO₂-N/zeolit Variasi Waktu Penyinaran

Waktu penyinaran (menit)	X_0 (ppm)	Absorbansi				X_t (ppm)	% degradasi
		I	II	III	Rata- rata		
40	10,0497	0,6137	0,6864	0,7134	0,6712	8,8390	12,05
60	10,0497	0,6335	0,6061	0,6733	0,6376	8,3992	16,43
80	10,0497	0,5799	0,6109	0,6090	0,5999	7,9058	21,33
100	10,0497	0,5213	0,5251	0,5659	0,5374	7,0877	29,47
120	10,0497	0,5977	0,5958	0,6219	0,6051	7,9738	20,66

Menghitung nilai konsentrasi metil jingga kontrol :

$$\begin{aligned} y &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,7637 &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,7637 + 0,0041 &= 0,0764x \\ 0,7678 &= 0,0764x \\ x &= 10,0497 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Menghitung nilai persen degradasi :

1. Waktu penyinaran menit ke 40

$$\begin{aligned} y &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,6712 &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,6712 + 0,0041 &= 0,0764x \\ 0,6753 &= 0,0764x \\ x &= 8,8390 \\ \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 8,8390}{10,0497} \times 100\% \\ &= 12,05\% \end{aligned}$$

3. Waktu penyinaran menit ke 80

$$\begin{aligned} y &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,5999 &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,6090 + 0,0041 &= 0,0764x \\ 0,604 &= 0,0764x \\ x &= 7,9058 \\ \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 7,9058}{10,0497} \times 100\% \\ &= 21,33\% \end{aligned}$$

2. Waktu penyinaran menit ke 60

$$\begin{aligned} y &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,6376 &= 0,0764x - 0,0041 \end{aligned}$$

4. Waktu penyinaran menit ke 100

$$\begin{aligned} y &= 0,0764x - 0,0041 \\ 0,5374 &= 0,0764x - 0,0041 \end{aligned}$$

$$0,6376 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,6417 = 0,0764x$$

$$x = 8,3992$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

$$= \frac{10,0497 - 8,3992}{10,0497} \times 100\%$$

$$= 16,43\%$$

$$0,5374 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,5415 = 0,0764x$$

$$x = 7,0877$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

$$= \frac{10,0497 - 7,0877}{10,0497} \times 100\%$$

$$= 29,47\%$$

5. Waktu penyinaran menit ke 120

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6051 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6051 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,6092 = 0,0764x$$

$$x = 7,9738$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

$$= \frac{10,0497 - 7,9738}{10,0497} \times 100\%$$

$$= 20,66\%$$

L.8.2 Perhitungan Uji Aktivitas TiO₂-N/zeolit Variasi Massa Fotokatalis

Massa Fotokatalis (mg)	X ₀ (ppm)	Absorbansi				X _t (ppm)	% degradasi
		I	II	III	Rata- rata		
20	10,0497	0,6872	0,6726	0,6698	0,6765	8,9084	11,36
30	10,0497	0,6247	0,6231	0,6198	0,6225	8,2016	18,39
40	10,0497	0,5887	0,5807	0,6110	0,5934	7,8207	22,18
50	10,0497	0,5213	0,5251	0,5659	0,5374	7,0877	29,47
60	10,0497	0,6373	0,6238	0,6251	0,6287	8,2827	17,58

Menghitung nilai konsentrasi metil jingga kontrol :

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,7637 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,7637 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,7678 = 0,0764x$$

$$x = 10,0497 \text{ ppm}$$

Menghitung nilai persen degradasi:

1. Massa fotokatalis 20 mg

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6765 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6765 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,6806 = 0,0764 x$$

$$x = 8,9084$$

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 8,9084}{10,0497} \times 100\% \\ &= 11,36\% \end{aligned}$$

2. Massa Fotokatalis 30 mg

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6225 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6225 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,6266 = 0,0764 x$$

$$x = 8,2016$$

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 8,2016}{10,0497} \times 100\% \\ &= 18,39\% \end{aligned}$$

3. Massa Fotokatalis 40 mg

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,5934 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,5934 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,5975 = 0,0764 x$$

$$x = 7,8207$$

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 7,8207}{10,0497} \times 100\% \\ &= 22,18\% \end{aligned}$$

4. Massa Fotokatalis 50 mg

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,5374 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,5374 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,5415 = 0,0764 x$$

$$x = 7,0877$$

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 7,0877}{10,0497} \times 100\% \\ &= 29,47\% \end{aligned}$$

5. Massa Fotokatalis 60 mg

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6287 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6287 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,6328 = 0,0764 x$$

$$x = 8,2827$$

$$\begin{aligned} \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 8,2827}{10,0497} \times 100\% \\ &= 17,58\% \end{aligned}$$

L.8.3 Perhitungan Uji Aktivitas TiO₂-N/zeolit Variasi Konsentrasi Metil Jingga

Konsentrasi MO (ppm)	X ₀ (ppm)	Absorbansi				X _t (ppm)	% degradasi
		I	II	III	Rata-rata		
1	1,0668	0,0742	0,0582	0,0573	0,0632	0,8809	17,43%
5	4,6976	0,2529	0,2668	0,2844	0,2680	3,5615	24,18%
10	10,0497	0,5213	0,5251	0,5659	0,5374	7,0877	29,47%
15	14,9005	0,8290	0,8673	0,8402	0,8455	11,1204	25,37%
20	19,6309	1,3439	1,3943	1,3542	1,3641	17,9084	8,77%

Menghitung nilai konsentrasi metil jingga kontrol :

1. Konsentrasi metil jingga 1 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,0774 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,0774 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,0815 = 0,0764 x$$

$$x = 1,0668$$

2. Konsentrasi metil jingga 5 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,3548 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,3548 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,3589 = 0,0764 x$$

$$x = 4,6976$$

3. Konsentrasi metil jingga 10 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,7637 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,7637 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,7678 = 0,0764 x$$

$$x = 10,0497 \text{ ppm}$$

4. Konsentrasi metil jingga 15 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$1,1343 = 0,0764x - 0,0041$$

$$1,1343 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$1,1384 = 0,0764 x$$

$$x = 14,9005$$

5. Konsentrasi metil jingga 20 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$1,4957 = 0,0764x - 0,0041$$

$$1,4957 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$1,4998 = 0,0764 x$$

$$x = 19,6309$$

Menghitung nilai persen degradasi:

1. Konsentrasi metil jingga 1 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,0632 = 0,0764x - 0,0041$$

4. Konsentrasi metil jingga 15 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,8455 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,0632 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,0673 = 0,0764x$$

$$x = 0,8809$$

$$\begin{aligned}\% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{1,0668 - 0,8809}{1,0668} \times 100\% \\ &= 17,43\%\end{aligned}$$

$$0,8455 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,8496 = 0,0764x$$

$$x = 11,1204$$

$$\begin{aligned}\% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{14,9005 - 11,1204}{14,9005} \times 100\% \\ &= 25,37\%\end{aligned}$$

2. Konsentrasi metil jingga 5 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,2680 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,2680 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,2721 = 0,0764x$$

$$x = 3,5615$$

$$\begin{aligned}\% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{4,6976 - 3,5615}{4,6976} \times 100\% \\ &= 24,18\%\end{aligned}$$

5. Konsentrasi metil jingga 20 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$1,3641 = 0,0764x - 0,0041$$

$$1,3641 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$1,3682 = 0,0764x$$

$$x = 17,9084$$

$$\begin{aligned}\% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{19,6309 - 17,9084}{19,6309} \times 100\% \\ &= 8,77\%\end{aligned}$$

3. Konsentrasi metil jingga 10 ppm

$$y = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,5374 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,5374 + 0,0041 = 0,0764x$$

$$0,5415 = 0,0764x$$

$$x = 7,0877$$

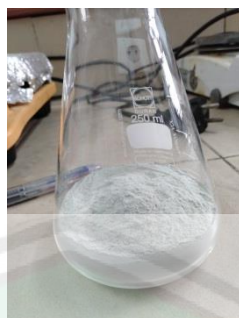
$$\begin{aligned}\% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\ &= \frac{10,0497 - 7,0877}{10,0497} \times 100\% \\ &= 29,47\%\end{aligned}$$

Lampiran 9. Dokumentasi Penelitian

L.9.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Menggunakan HCl 6 M



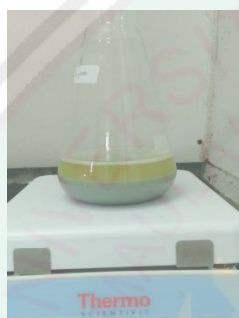
Zeolit alam dihaluskan



Zeolit alam 200 mesh



Zeolit dicuci menggunakan akuades



Aktivasi dengan HCl 6M



Hasil dekantasi HCl 6 M



Netralisasi zeolit hingga pH 7

L.9.2 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$



TiO_2 dan $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 90:10



Ditambahkan akuademineralisasi



Disonikasi selama 30 menit



$\text{TiO}_2\text{-N}$ setelah dioven



$\text{TiO}_2\text{-N}$ setelah dikalsinasi

L.9.3 Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N}$ dalam Zeolit Alam



$\text{TiO}_2\text{-N}$

$\text{TiO}_2\text{-N}$ dan zeolit
dilarutkan dalam etanol

Diaduk
selama 5 jam

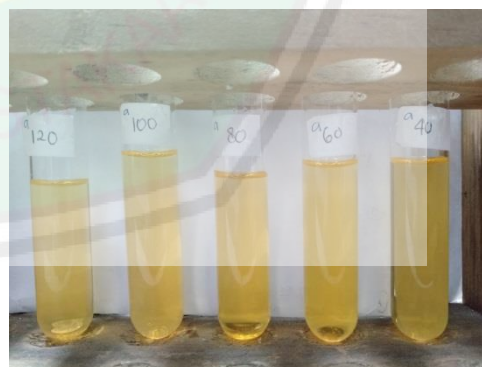
$\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

L.9.4 Pembuatan Kurva Baku Metil Jingga



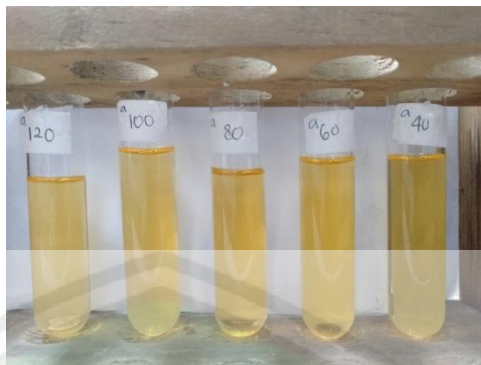
Kurva baku metil jingga
konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10

L.9.5 Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Variasi Waktu Penyinaran



Hasil degradasi metil jingga variasi waktu
penyinaran 40, 60, 80, 100, dan 120 menit

L.9.6 Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Variasi Massa Fotokatalis



Hasil degradasi metil jingga variasi massa fotokatalis 20, 30, 40, 50, dan 60 mg

L.9.7 Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ Variasi Konsentrasi Metil Jingga



Hasil degradasi metil jingga variasi konsentrasi metil jingga 1, 5, 10, 15, dan 20 ppm