

**PENGARUH KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{:N}$ DAN pH PADA DEGRADASI ZAT
WARNA METHYL ORANGE MENGGUNAKAN FOTOKATALIS $\text{TiO}_2\text{-N}$ /ZEOLIT**

SKRIPSI

Oleh :
AMALIA FIRDAUS IZKY RAHMAWATI
NIM. 16630093



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

**PENGARUH KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{:N}$ DAN pH PADA DEGRADASI ZAT
WARNA METHYL ORANGE MENGGUNAKAN FOTOKATALIS $\text{TiO}_2\text{-N}$ /ZEOLIT**

SKRIPSI

Oleh:

AMALIA FIRDAUS IZKY RAHMAWATI

NIM.16630093

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**

**PENGARUH KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{:N}$ DAN pH PADA DEGRADASI ZAT
WARNA METHYL ORANGE MENGGUNAKAN FOTOKATALIS $\text{TiO}_2\text{-}$
N/ZEOLIT**

SKRIPSI

Oleh:
AMALIA FIRDAUS IZKY RAHMAWATI
NIM. 16630093

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 17 Desember 2020

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Oky Bagus Prasetyo, M.Si
NIDT. 19890113201180211244

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



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

**PENGARUH KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{:N}$ DAN pH PADA DEGRADASI ZAT
WARNA METHYL ORANGE MENGGUNAKAN FOTOKATALIS $\text{TiO}_2\text{-}$
N/ZEOLIT**

SKRIPSI

Oleh:
AMALIA FIRDAUS IZKY RAHMAWATI
NIM. 16630093

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 17 Desember 2020

Penguji Utama	: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P NIP. 19750410 200501 2 009	(..... )
Ketua Penguji	: Vina Nurul Istigfarini, M.Si L.B 63025	(..... )
Sekretaris Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(..... )
Anggota Penguji	: Oky Bagas Prasetyo, M.Si NIDT. 19890113201180211244	(..... )

Mengesahkan,
Ketua Jurusan


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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Amalia Firdaus Izky Rahmawati
NIM : 16630093
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : "Pengaruh Komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ dan pH pada Degradasi Zat Warna *Methyl Orange* Menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{:N}$ /Zeolit"

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya. Kecuali dengan terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggung jawabkan sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 23 Desember 2020

.buat pernyataan



Amalia Firdaus Izky R.
NIM. 16630093

HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji syukur atas kebesaran Alla SWT yang telah mengabulkan doa dari hambanya. Kepada yang utama Bapak dan Ibu yang sangat berusaha keras memberikan yang terbaik, selalu mendoakan, dan mendukung sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

MOTTO

**“Tidak apa-apa berjalan dengan lambat, Nothing is Impossible
If You Want to Try And Try”**

And Love Yourself

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah Swt yang telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan penulisan laporan hasil penelitian dengan judul **“PENGARUH KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{:N}$ DAN pH PADA DEGRADASI ZAT WARNA METHYL ORANGE MENGGUNAKAN FOTOKATALIS $\text{TiO}_2\text{-N/ZEOLIT}$ ”** sebagai salah satu tahapan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan semaksimal mungkin. Selama proses penulisan proposal ini penulis mendapat banyak bimbingan, nasihat, dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Orang tua dan keluarga yang telah banyak memberi doa, nasihat, motivasi dan dukungan baik secara moril maupun material sehingga penyusunan proposal dapat terselesaikan.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua jurusan kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
5. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc, selaku pembimbing yang telah memberikan banyak pengarahan, bimbingan motivasi, dan nasihat kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan proposal.

6. Bapak Oky Bagus Prasetyo, M.Si, selaku dosen pembimbing agama yang selalu memberikan bimbingan dan masukan sehingga penyusunan proposal dapat terselesaikan.
7. Seluruh dosen Jurusan Kimia Faultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
8. Teman-teman seperjuangan Anorganik Dewi Rahmatul Ilmi dan Afifatut Thoyyibah
9. Teman-teman seperjuangan kimia Santri Al Azkiya Ainun Nadhiroh, Atik Munfarida, Fhitriya Khumaida, Uzlifatul Jamilah, dan Laili Muyassaroh yang menjadi keluarga selama di Malang.
10. Teman-teman seperjuangan LKTI Dewi Rohmatul Ilmi dan Indra Nur Cahyo yang sudah memberi pengalaman yang luar biasa.
11. Teman-teman kimia angkatan 16 yang telah saling memotivasi dan membantu terselesaikannya proposal ini.
12. Semua pihak yang tak bisa disebutkan satu persatu.

Semoga proposal ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Malang, 23 Desember 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
HALAMAN MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
ملخص البحث	xvii
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat	7
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 8
2.1 Pengolahan Zat Warna <i>Methyl Orange</i>	8
2.2 Aktivitas Material Semikonduktor Fotokatalis TiO_2	12
2.2.1 Pengaruh pH terhadap aktivitas Fotokatalis	16
2.3 Modifikasi Semikonduktor TiO_2	18
2.3.1 Pengaruh Dopan N terhadap Aktivitas Fotokatalitik Semikonduktor TiO_2	18
2.3.2 Impregnasi Zeolit sebagai Pengembangan pada Fotokatalis TiO_2	21
2.4 Sintesis Fotokatalis	24
2.4.1 Metode Sonikasi	24
2.4.2 Identifikasi Struktur dengan X-Ray Diffraction (XRD)	27
2.4.3 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi <i>Band Gap</i> dengan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>	29
2.4.4 Identifikasi Gugus Fungsi dengan <i>Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy</i> (FTIR)	31
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	 33
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	33
3.2 Alat dan Bahan	33
3.2.1 Alat	33
3.2.2 Bahan	33
3.3 Tahapan Penelitian	34
3.4 Prosedur Penelitian	34
3.4.1 Pembuatan Fotokatalis TiO_2 -N/zeolit	34
3.4.1.1 Preparasi Zeolit	34

3.4.1.2 Aktivasi Zeolit	35
3.4.1.3 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$	35
3.4.1.4 Impregnasi Zeolit	35
3.4.2 Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	36
3.4.2.1 Identifikasi Struktur Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan Difraksi Sinar-X	36
3.4.2.2 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi <i>Band Gap</i> Menggunakan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>	36
3.4.2.3 Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan <i>Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy</i> (FTIR).....	37
3.4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ terhadap <i>Methyl orange</i>	37
3.4.3.1 Pembuatan Larutan Induk <i>Methyl Orange</i> 1000 ppm	37
3.4.3.2 Pembuatan Larutan Kurva Standar	37
3.4.3.3 Pembuatan Larutan Sampel <i>Methyl Orange</i>	38
3.4.3.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Methyl Orange</i>	38
3.4.3.5 Pembuatan Kurva Standar <i>Methyl Orange</i>	38
3.4.3.6 Pengaruh Perbandingan Komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ pada fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ untuk Mendegradasi <i>Methyl Orange</i>	39
3.4.3.7 Pengaruh pH terhadap Fotodegradasi <i>Methyl Orange</i> Menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	39
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	40
4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit	40
4.2 Sintesis Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	41
4.2.1 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$	41
4.2.2 Impregnasi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	42
4.3 Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	44
4.3.1 Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan <i>Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy</i> (FTIR).....	44
4.3.2 Identifikasi Struktur Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan Difraksi Sinar-X.....	48
4.3.3 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi <i>Band Gap</i> Menggunakan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>	50
4.4 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ untuk Mendegradasi Zat Warna <i>Methyl orange</i>	52
4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>methyl orange</i>	52
4.4.2 Pembuatan Kurva Standar <i>Methyl orange</i>	53
4.4.3 Pengaruh Komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ terhadap Fotodegradasi <i>Methyl Orange</i> menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	54
4.4.4 Penentuan pH optimum degradasi <i>Methyl Orange</i> Menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	57
4.5 Pandangan Islam tentang Fotokatalisis sebagai Metode Pengolahan Zat Warna <i>Methyl Orange</i>	60
BAB V PENUTUP	62
5.1 Kesimpulan.....	62
5.2 Saran	62

DAFTAR PUSTAKA	64
LAMPIRAN.....	71



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur <i>methyl orange</i>	9
Gambar 2.2 Mekanisme fotodegradasi <i>methyl orange</i>	11
Gambar 2.3 Bentuk kristal TiO ₂ Bentuk kristal TiO ₂	13
Gambar 2.4 Energi celah pita pada semikonduktor	13
Gambar 2.5 Mekanisme aktivitas fotokatalis TiO ₂	15
Gambar 2.6 Pengaruh pH terhadap degradasi <i>methyl orange</i>	17
Gambar 2.7 Model ikatan TiO ₂ dengan dopan nitrogen	19
Gambar 2.8 Hasil karakterisasi UV-Vis DRS TiO ₂ -N dengan perbandingan 100:0, 95:5, 90:10.....	20
Gambar 2.9 Hasil karakterisasi XRD TiO ₂ -N dengan perbandingan (a) 100/0 (b) 95/5 (c) 90/10.....	21
Gambar 2.10 Struktur mordenit (a) dan klinoptilolit (b) sebagai komponen utama zeolit alam	23
Gambar 2.11 Spektra XRD (a) standar zeolit mordenit dan (b) TiO ₂ /zeolit.....	24
Gambar 2.12 Laju degradasi <i>methyl orange</i> TiO ₂ murni dan TiO ₂ -zeolit zeolit ..	24
Gambar 2.13 Ilustrasi skema kavitas akustik.....	26
Gambar 2.14 Ilustrasi pengecilan ukuran partikel akibat kavitas akustik.....	26
Gambar 2.15 Difraksi sinar-X pada bidang atom	28
Gambar 2.16 Spektra XRD TiO ₂ murni dan TiO ₂ -N	29
Gambar 2.17 Energi <i>band gap</i> TiO ₂ murni dan TiO ₂ -N 1, 2, 3, dan 4%	30
Gambar 2.18 Identifikasi panjang gelombang fotokatalis TiO ₂ P25, zeolit, dan TiO ₂ /zeolit.....	31
Gambar 2.19 Spektra FTIR TiO ₂ -N dengan perbandingan molar TiO ₂ :N (a) TON-1 (b) TON-2 (c) TON-3 (d) TON-4	32
Gambar 4.1 Ti-N yang masuk pada pori-pori zeolit	42
Gambar 4.2 Sampel hasil sintesis TiO ₂ -N/zeolit dengan variasi dopan (a) 95:5 (b) 90:10 dan (c) 85:15.....	44
Gambar 4.3 Spektra FTIR zeolit alam, TiO ₂ -N/zeolit 95:5, TiO ₂ -N/zeolit 90:10, dan TiO ₂ -N/zeolit 85:15	47
Gambar 4.4 Spektra XRD TiO ₂ -N/zeolit dengan variasi komposisi nitrogen (a) TiO ₂ -N/zeolit 95:5 (b) TiO ₂ -N/zeolit 90:10 (c) TiO ₂ -N/zeolit 85:15.....	48
Gambar 4.5 Pergeseran puncak akibat penambahan dopan (a) TiO ₂ anatase (b) TiO ₂ -N/zeolit 95:5 (c) TiO ₂ -N/zeolit 90:10 dan (d) TiO ₂ -N/zeolit 85:15.....	49
Gambar 4.6 Energi <i>band gap</i> TiO ₂ tanpa dopan, TiO ₂ -N/zeolit (95:5, 90:10, 85:15)	50
Gambar 4.7 Panjang gelombang TiO ₂ tanpa dopan dan TiO ₂ -N/zeolit (95:5, 90:10, 85:15)	52
Gambar 4.8 Panjang gelombang maksimum <i>methyl orange</i>	53
Gambar 4.9 Grafik kurva larutan standar <i>methyl orange</i>	54
Gambar 4.10 Grafik pengaruh variasi komposisi terhadap degradasi <i>methyl orange</i> menggunakan fotokatalis TiO ₂ -N/zeolit.....	55
Gambar 4.11 Pembentukan energi <i>band gap</i> pada TiO ₂ -N/zeolit komposisi 85:15	56
Gambar 4.12 Grafik pengaruh pH terhadap fotodegradasi <i>methyl orange</i>	58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Perbandingan pengolahan limbah secara kimia, fisika, dan biologi.	9
Tabel 2.2 Karakteristik TiO_2 anatase dan rutil.....	14
Tabel 4.1 Perbandingan serapan gugus fungsional dari zeolit alam dan TiO_2 - N/zeolit	47
Tabel 4.2 Nilai energi <i>band gap</i> dan serapan panjang gelombang TiO_2 -N/zeolit .	51
Tabel 4.3 Hasil degradasi <i>methyl orange</i> menggunakan fotokatalis TiO_2 - N/zeolit variasi komposisi	55
Tabel 4.4 Hasil penentuan pH optimum degradasi <i>methyl orange</i> menggunakan fotokatalis TiO_2 -N/zeolit	58

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Kerangka Penelitian.....	71
Lampiran 2 Perhitungan Pembuatan Larutan.....	72
Lampiran 3 Perhitungan dalam Sintesis Material $\text{TiO}_2\text{-N}$	74
Lampiran 4 Diagram Alir Penelitian.....	76
Lampiran 5 Dokumentasi Hasil Sintesis dan Uji Fotodegradasi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$...	81
Lampiran 6 Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	82
Lampiran 7 Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$	90



ABSTRAK

Rahmawati, A. F. I. 2020. **Pengaruh Komposisi TiO₂:N dan pH pada Degradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis TiO₂-N/zeolit. Proposal Penelitian.** Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Pembimbing Agama: Oky Bagus Prasetyo, M.Si.

Kata Kunci: Fotokatalis, Degradasi, TiO₂-N/zeolit, *Methyl Orange*, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS).

Limbah zat warna industri tekstil Indonesia menjadi salah satu sumber penyebab pencemaran lingkungan karena sifatnya yang *non biodegradable*. Pengembangan metode pengolahan limbah salah satunya yaitu fotodegradasi. TiO₂ dipercaya sebagai material fotokatalis yang unggul karena inert, tidak beracun, luas permukaan tinggi dan mudah didapat. Akan tetapi TiO₂ memiliki *band gap* yang lebar dan luas permukaan yang rendah sehingga menjadikan kinerja TiO₂ sebagai fotokatalis kurang optimal. Salah satu upaya untuk menurunkan energi *band gap* dan meningkatkan luas permukaan yaitu dengan menambahkan dopan non logam nitrogen dan diimbangkan dalam zeolit alam.

TiO₂-N/zeolit disintesis melalui dua tahap, sintesis TiO₂-N komposisi (95:5), (90:10) dan (85:15) menggunakan metode sonikasi. Selanjutnya pengembangan zeolit dilakukan menggunakan metode impregnasi. Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS). Kemudian Uji aktivitas fotokatalis dilakukan untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* dengan pengaruh komposisi dopan dan variasi pH.

Hasil XRD menunjukkan TiO₂-N/zeolit mengandung material TiO₂ anatase dan zeolit alam jenis mordenit. Spektra FTIR menunjukkan dopan N teridentifikasi ikatan TiO₂-N substitusi pada $\nu = 1455-1457 \text{ nm}^{-1}$ dan intertisi pada $\nu = 566-572 \text{ nm}^{-1}$ sedangkan puncak zeolit alam mordenit pada $\nu = 3432-3444, 1057-1061, 795, \text{ dan } 450-460 \text{ nm}^{-1}$. Data UV-Vis DRS menunjukkan TiO₂; TiO₂-N/zeolit (95:5); TiO₂-N/zeolit (90:10); dan TiO₂-N/zeolit (85:15) memiliki masing-masing energi *band gap* sebesar 3,04; 2,87; 2,76; dan 2,60 eV. Hal ini mengindikasikan dopan N dan impregnasi zeolit mampu menurunkan energi *band gap* TiO₂. Uji aktivitas fotokatalis TiO₂-N/zeolit menunjukkan komposisi TiO₂:N (90:10) memiliki aktivitas degradasi terbesar yaitu 31,27%. Kemudian degradasi *methyl orange* optimum pada pH 2,5 dengan persen degradasi 76,60%.

ABSTRACT

Rahmawati, A. F. I. 2020. **The Effect of Composition $\text{TiO}_2\text{:N}$ and pH on Methyl Orange Degradation Using Photocatalyst $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. Research Proposal.**
Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Supervisor: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Religious Supervisor: Oky Bagas Prasetyo, M.Si.

Keywords: Photocatalyst, Degradation, $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$, Methyl Orange, X-Ray Diffraction (XRD), Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS).

Dye liquid waste from the Indonesian textile industry are a source of environmental pollution because of its non-biodegradable nature. One of the development of waste treatment methods is photodegradation. TiO_2 is believed to be a superior photocatalyst material because it is inert, non-toxic, high surface area and easy to obtain. However, TiO_2 has a large band gap and low surface area, make the performance of TiO_2 as a photocatalyst less than optimal. One of the efforts to reduce the band gap energy and increase the surface area is by adding non-metal nitrogen dopants and embedding it in natural zeolites.

$\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ was synthesized in two stages, the synthesis of $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ composition (95: 5), (90:10) and (85:15) using the sonication method. Furthermore, zeolite development is carried out using the impregnation method. The synthesized material was characterized using Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS). Then the photocatalyst activity test was carried out to degrade the methyl orange dye with the influence of the dopant composition and pH variations.

The result of XRD showed that $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ contained TiO_2 anatase material and natural zeolite mordenite type FTIR spectra showed that the N dopant identified substituted $\text{TiO}_2\text{-N}$ bonds at $\nu = 1455\text{-}1457\text{ nm}^{-1}$ and intertition at $\nu = 566\text{-}572\text{ nm}^{-1}$ while the natural zeolite peaks were mordenite at $\nu = 3432\text{-}3444$, $1057\text{-}1061$, 795 , and $450\text{-}460\text{ nm}^{-1}$. UV-Vis DRS data shows TiO_2 ; $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ (95: 5); $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ (90:10); and $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ (85:15) each have band gap energies of 3.04; 2.87; 2.76; and 2.60 eV. This indicates that the N dopant and zeolite impregnation can reduce the band gap energy of TiO_2 . The $\text{TiO}_2\text{-N/zeolite}$ photocatalyst activity test showed that the $\text{TiO}_2\text{: N}$ (90:10) optimum composition with percent degradation 31.27%. While the degradation pH effect of methyl orange has an optimum at pH 2.5, which is 76.60%.

ملخص البحث

رحماني، أ. ف. إ. تأثير المركب الكيميائي $\text{TiO}_2\text{:N}$ و pH في تحليل مادة لون الميثيل البرتقالي (Methyl Orange) باستخدام التحفيز الضوئي $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو الزيوليت. البحث العلمي. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: لولوعتول حميدة عليا الماجستير؛ المشرف الثاني: أوكي باغاس فراسيتيو الماجستير.

الكلمات الرئيسية: التحفيز الضوئي، التحلل، $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو الزيوليت، الميثيل البرتقالي، حيود الأشعة السينية (XRD)، التحليل الطيفي للانعكاس المنتشر (DRS).

نفايات المواد الملونة من صناعة النسيج الاندونيسية إحدى مصادر التلوث البيئي لأن طبيعتها غير القابلة للتحلل الحيوي. وإحدى التطويرات في طريقة معالجة النفايات هي التحلل الضوئي باستخدام الضوء و مواد أشباه الموصلات. ويُعتقد أن مادة ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) تكون مادة التحفيز الضوئي التي يستخدمها الناس غالباً لأنها خاملة وغير سامة، و ذات مساحة السطح العالية وسهولة الحصول عليها. ولكن لدي مادة ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) فجوة النطاق الواسعة ومساحة السطح المنخفضة حتي جعل أداء مادة ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) كتحفيز ضوئي أقل مثالياً. أما إحدى الجهود المبذولة لانخفاض فجوة النطاق و ارتفاع مساحة السطح فهو إضافة إشابة غير المعدنية أي النيتروجين وتطويرها في مادة الزيوليت الطبيعية.

يتم تصنيع $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو توليف الزيوليت من خلال مرحلتين يعني توليف $\text{TiO}_2\text{-N}$ بالتركيب (95:5)، و (85:15) باستخدام أسلوب سونيكاسي. ثم يتم تطوير الزيوليت باستخدام طريقة التشريب. و تتميز المواد التوليفية باستخدام تحويل فورييه للطيف بالأشعة تحت الحمراء (FTIR)، و حيود الأشعة السينية (XRD)، و التحليل الطيفي للانعكاس المنتشر بالأشعة فوق البنفسجية (UV-Vis DRS). ثم يتم إجراء اختبار التحفيز الضوئي لتحلل مادة اللون الميثيل البرتقالي بتأثير التركيبة المشوبة والتغيرات في درجة الحموضة (درجة الأس الهيدروجيني).

وتظهر نتائج حيود الأشعة السينية (XRD) أن $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو الزيوليت يحتوي على مادة ثاني أكسيد التيتانيوم أناتاس و الزيوليت الطبيعي من نوع الموردينيت. تظهر أن أطراف تحويل فورييه للطيف بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) المشوبة N هي التي حددت روابط Ti-N-Ti البديلة في $\nu = 1457-1455$ سم⁻¹. أما ذروة الزيوليت الطبيعي الموردينيت فهو في $\nu = 3444-3442$ ، و $1061-1057$ ، و 795 ، و $460-450$ سم⁻¹. تظهر بيانات التحليل الطيفي للانعكاس المنتشر بالأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV-Vis DRS) تدلّ على أن $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو الزيوليت (95:5)؛ و $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو الزيوليت (90:10)؛ و $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو الزيوليت (85:15) لكل منها طاقة فجوة النطاق تبلغ 3.04 ؛ 2.87 ؛ 2.76 ؛ و 2.60 إلكترون فولت (eV). وهذا دليل على أن الإشابة وتشريب الزيوليت قادرة على خفض طاقة الفجوة النطاق في مادة ثاني أكسيد التيتانيوم. ومن اختبار التحلل الضوئي في مادة $\text{TiO}_2\text{-N}$ أو الزيوليت يدل على أن تركيبة لمادة $\text{TiO}_2\text{-N}$ (90:10) أكبر نشاط التحلل الضوئي بنسبة 31.27%. وأما تحليل الميثيل البرتقالي المؤثر في تغيير درجة الأس الهيدروجيني فله درجة مئوية مثالية في الأس الهيدروجيني 2.5 أي في النسبة 76.60%.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan pesat industri tekstil setiap tahun di Indonesia selalu mengalami peningkatan yang berdampak besar bagi perekonomian maupun bidang lainnya. Menurut data Badan Pusat Statistika (BPS) menyatakan pada tahun 2019 industri tekstil dan pakaian mengalami lonjakan yang tinggi sebesar 19,98% jauh berbeda pada tahun 2018 yang hanya mencapai 8,73%. Tingginya permintaan pasar akan produk-produk tekstil menyebabkan semakin tinggi pula target produksi yang harus terpenuhi sehingga menghasilkan produk samping berupa limbah cair zat warna berbahaya yang berpotensi sebagai penyebab pencemaran lingkungan.

Salah satu limbah cair zat warna bersumber dari proses pewarnaan. Pada industri tekstil limbah zat warna yang dihasilkan biasanya mengandung senyawa organik yang *non biodegradable*. Salah satu zat warna yang sering digunakan yaitu *methyl orange* yang tergolong pewarna jenis azo yang memiliki struktur benzena yang bersifat toksik, karsinogenik, dan mutagenik (Andarini, dkk., 2013). Oleh karena itu perlu adanya pengolahan secara tepat dan efektif dalam pengolahannya.

Tujuan adanya pengolahan limbah yaitu untuk menguraikan kandungan bahan berbahaya seperti mikroba patogen, padatan suspensi, dan senyawa-senyawa yang tidak dapat diurai oleh mikroorganisme alam terutama senyawa organik. Beberapa metode seperti klorinasi, biodegradasi dan ozonisasi membutuhkan biaya

operasional yang cukup mahal sehingga kurang efektif untuk diterapkan (Fatimah dan Wijaya, 2006). Menurut Marunung, dkk. (2004) metode pengolahan limbah sudah dikembangkan oleh peneliti baik secara kimia, fisika, maupun biologi yang sudah banyak diterapkan. Proses pengolahan secara kimia masih menghasilkan produk samping berupa lumpur (*sludge*) sedangkan secara biologi yang menggunakan mikroorganisme di mana kebanyakan zat warna mempunyai sifat tahan terhadap degradasi biologi (*biodegradable*) sehingga hasil tidak maksimal. Dengan beberapa kelemahan metode pengolahan yang ada maka perlu adanya pengolahan alternatif yang dapat menurunkan senyawa-senyawa berbahaya yang terkandung dalam limbah zat warna.

Allah SWT telah memerintahkan manusia sebagai ciptaan yang paling sempurna untuk menjaga dan melestarikan bumi dari kerusakan-kerusakan agar tetap terjaga sistem kehidupan yang baik, hal ini sudah tercantum pada firman Allah dalam QS. Al Qashash (28) 77:

وَابْتَغِ فِيمَا آتَاكَ اللَّهُ الدَّارَ الْآخِرَةَ وَلَا تَنْسَ نَصِيبَكَ مِنَ الدُّنْيَا وَأَحْسِنْ كَمَا أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ وَلَا تَبْغِ الْفُسَادَ فِي الْأَرْضِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ

Artinya : “Dan carilah pada apa yang telah dianugerahkan Allah kepadamu (kebahagiaan) negeri akhirat, dan janganlah kamu melupakan bahagianmu dari (kenikmatan) duniawi dan berbuat baiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik, kepadamu, dan janganlah kamu berbuat kerusakan di (muka) bumi. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan”.

Tafsir Ibnu Katsir (2004) menjelaskan bahwa Allah telah memerintahkan berbuat baik kepada hamba-hamba Allah sebagaimana Allah berbuat baik kepadamu dengan mengaruniakan nikmat-Nya. Kata *وَلَا تَبْغِ الْفُسَادَ* berartikan janganlah semangatmu hanya menjadi perusak di muka bumi dan berbuat buruk kepada makhluk Allah. Salah satu kerusakan yang terjadi yaitu tercemarnya lingkungan akibat limbah industri tekstil yang tidak diolah dengan baik. Sebagai makhluk hidup yang dilengkapi akal dan pikiran seharusnya senantiasa berpikir dan berusaha mengelola limbah dengan baik agar tidak menimbulkan pencemaran yang akan berdampak buruk bagi makhluk hidup lainnya.

Salah satu metode yang sedang berkembang untuk pengolahan limbah yaitu fotodegradasi (Widihati, dkk., 2011). Fotodegradasi merupakan proses penguraian senyawa zat organik menjadi senyawa yang lebih aman bagi lingkungan dengan bantuan energi foton (Wardhani, dkk., 2016). Fotodegradasi membutuhkan semikonduktor aktif di antaranya seperti TiO_2 , CdS , ZnO dan Fe_2O_3 . Semikonduktor yang sering digunakan yaitu semikonduktor Titanium dioksida (TiO_2) karena inert, tidak beracun, luas permukaan tinggi, dan mudah didapat (Karim, dkk., 2016). Safni, dkk. (2007) telah membandingkan degradasi zat warna *methanil yellow* secara sonolisis dan fotolisis menggunakan TiO_2 anatas menghasilkan perbedaan nyata yaitu 26,86% dan 80,99%.

Penggunaan dopan diduga dapat memperkecil energi *band gap* dari TiO_2 (Kim, dkk., 2005). Salah satu penggunaan dopan dapat berasal dari senyawa non logam seperti nitrogen. Pemilihan dopan non logam bertujuan agar tidak menghasilkan produk samping berupa limbah logam yang berbahaya. Selain itu menurut Dunnill, dkk. (2011) dopan nitrogen merupakan salah satu dopan anion

yang memiliki sifat seperti oksigen yang memiliki energi ionisasi yang rendah. Adanya dopan N menyebabkan energi *band gap* pada TiO_2 berkurang sehingga aktif pada sinar tampak. Perbedaan konsentrasi dopan yang ditambahkan pada fotokatalis menyebabkan perbedaan pencampuran orbital 2p N dan 2p dari O (Amalina, 2016). Karim, dkk. (2016) yang mensintesis TiO_2 -N dengan variasi penambahan N sebesar 0 g, 20 g, 30 g, 40 g, dan 50 g menghasilkan energi *band gap* secara berurutan yaitu 3,20 eV, 3,120 eV, 3,090 eV, 3,082 eV dan 3,080 eV.

Modifikasi lain yang dapat digunakan yaitu menggunakan zeolit alam sebagai pengemban (*support*) untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO_2 . Zeolit digunakan sebagai pengemban karena termasuk polimer anorganik yang tersusun dari SiO_2 dan Al_2O_3 yang berbentuk tetrahedral memiliki luas permukaan yang luas dan berongga. Saputra (2006) menjelaskan bahwa zeolit pada umumnya dapat menyerap maupun menukar ion dan dapat menjadi katalis sehingga dapat dikembangkan sebagai media pengolahan limbah cair zat warna. Penelitian Poluakan (2015) yang menggunakan TiO_2 -zeolit untuk mendegradasi zat warna *remazol yellow* konsentrasi awal 20 ppm menunjukkan aktivitas tertinggi sebesar 83%.

Pembuatan semikonduktor aktif sebagai media fotokatalisis dapat dilakukan dengan beberapa metode sintesis di antaranya *sol gel*, *hidrotermal*, padatan, dan *template*. Di antara beberapa metode tersebut, metode *hidrotermal* merupakan metode paling mudah dilakukan, akan tetapi kelemahan dari *hidrotermal* ini yaitu waktu reaksi yang lama (Kustiningsih, dkk., 2010). Sonikasi dipercaya dapat memperkecil ukuran partikel dengan waktu yang relatif cepat, murah, dan sederhana. Metode ini sangat mudah dilakukan karena memanfaatkan getaran

ultrasonik *bath* dengan frekuensi 20 kHz. Gelombang ultrasonik pada metode sonikasi diharapkan dapat membantu meningkatkan keseragaman partikel TiO_2 dalam skala nanometer sehingga dapat memaksimalkan fungsi dari TiO_2 (Astuti dan Ningsi, 2017). Penelitian sebelumnya Wibowo dan Susanto (2013) yang mensintesis nanomaterial TiO_2 menggunakan metode sonokimia untuk mendegradasi *methylene blue* menghasilkan aktivitas fotodegradasi sebesar 97,46% dengan waktu penyinaran 5 jam.

Beberapa faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik yaitu muatan fotokatalis dalam larutan yang dipengaruhi oleh kondisi pH larutan, yang didasarkan pada nilai pH_{pzc} (*Point of Zero Charge*). Nilai pH_{pzc} dapat diartikan sebagai suatu keadaan di mana permukaan suatu material bermuatan netral. Nilai pH_{pzc} TiO_2 adalah 6,8 (Barka, dkk., 2008). *Methyl orange* merupakan pewarna anionik, di mana aktivitas fotodegradasi TiO_2 akan maksimal pada pH asam yang disebabkan adanya interaksi elektrostatis antara TiO_2 dengan *methyl orange*. Selain itu pada pH rendah, daya hantar listrik pada larutan cukup tinggi sehingga ion OH^- dengan mudah bermigrasi ke permukaan TiO_2 dan membantu proses pembentukan radikal $\text{OH}^\bullet$ (Pangabea dan Suseno, 2002). Penelitian Hadi dan Wahab (2015) menggunakan TiO_2 dopan N untuk mendegradasi *methyl orange* 82,7% pada pH 2,5 (asam).

Berdasarkan penjelasan tersebut, maka akan dilakukan sintesis TiO_2 -N/zeolit dengan variasi komposisi nitrogen menggunakan metode sonikasi yang selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal, *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk mengetahui energi *band gap*nya, dan *Fourier Transform-Infra Red*

Spectroscopy (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dari TiO₂-N/zeolit. Setelah itu dilakukan uji aktivitas dari fotokatalis dan mengetahui pengaruh pH terhadap aktivitas TiO₂-N/zeolit untuk mendegradasi *methyl orange*.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi dopan N terhadap energi *band gap*, karakteristik kristal dan serapan gugus fungsi dari fotokatalis TiO₂-N/zeolit?
2. Bagaimana pengaruh penambahan variasi dopan N terhadap fotodegradasi *methyl orange* menggunakan TiO₂-N/zeolit?
3. Bagaimana pengaruh pH terhadap fotodegradasi *methyl orange* menggunakan TiO₂-N/zeolit?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi dopan N terhadap energi *band gap*, karakteristik kristal, dan serapan gugus fungsi dari fotokatalis TiO₂-N/zeolit.
2. Untuk mengetahui pengaruh penambahan variasi dopan N terhadap fotodegradasi *methyl orange* menggunakan TiO₂-N/zeolit.
3. Untuk mengetahui pengaruh pH terhadap fotodegradasi *methyl orange* menggunakan TiO₂-N/zeolit.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ menggunakan metode sonikasi dengan gelombang ultrasonik tipe *bath* 47 kHz.
2. Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N}$ kedalam zeolit menggunakan metode impregnasi.
3. Karakterisasi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ menggunakan XRD, FTIR, dan UV-Vis DRS.
4. Konsentrasi *methyl orange* yang digunakan yaitu 10 mg/L.
5. Sumber nitrogen berasal dari urea.
6. Variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ (95:5), (90:10) dan (85:15).
7. Variasi pH yang dilakukan pada pH 2,5; 3; 4; 5; dan 6.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat memberi informasi tentang pengaruh komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ dan pH terhadap kemampuan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dalam mendegradasi limbah zat warna *methyl orange*.

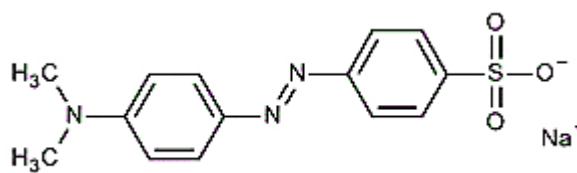
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pengolahan Zat Warna *Methyl Orange*

Sekitar 60–70% pewarna tekstil dari limbah industri berasal dari senyawa azo yang merupakan turunan dari gugus benzen. Pewarna tersebut memiliki gugus kromofor azo sehingga di sebut dengan pewarna azo. Senyawa azo memiliki gugus $-N=N$ yang menjadi ciri khas dari pewarna azo. Struktur umumnya yaitu $R-N=NR'$, dengan R dan R' bisa berupa rantai organik yang sama atau berbeda dan bisa dalam bentuk aromatik atau alifatik. Struktur aromatik inilah yang menyebabkan pewarna azo bersifat stabil dan *non biodegradable* (Widjajanti, dkk., 2011)

Methyl orange merupakan zat warna anionik atau disebut juga dengan zat warna asam termasuk zat pewarna yang sering digunakan. Selain itu limbah laboratorium juga menyumbang adanya limbah cair zat warna karena penggunaan *methyl orange* digunakan sebagai indikator asam (Wahatmanti dan Sumarni, 2003). *Methyl orange* bersifat karsinogenik dan sulit didegradasi, sehingga apabila dibuang ke perairan akan merusak ekosistem di dalamnya. Struktur *methyl orange* dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur *methyl orange* (Wahatmanti dan Sumarni, 2003)

Pengolahan limbah sudah dikembangkan dengan berbagai metode, di antara pengolahan secara kimia, fisika, biologi maupun secara konvensional seperti klorinasi, ozonisasi dan adsorpsi menggunakan karbon aktif. Pengolahan limbah dengan cara pengendapan kimia membutuhkan biaya yang tidak sedikit pengolahan secara biologi tidak begitu efektif karena kebanyakan senyawa organik tahan terhadap degradasi biologi, sedangkan secara konvensional menggunakan adsorben atau koagulasi akan menghasilkan lumpur (*sludge*) (Safni, dkk., 2007). Perbandingan pengolahan limbah secara kimia, fisika, dan biologi dapat dilihat pada Tabel 2.1.

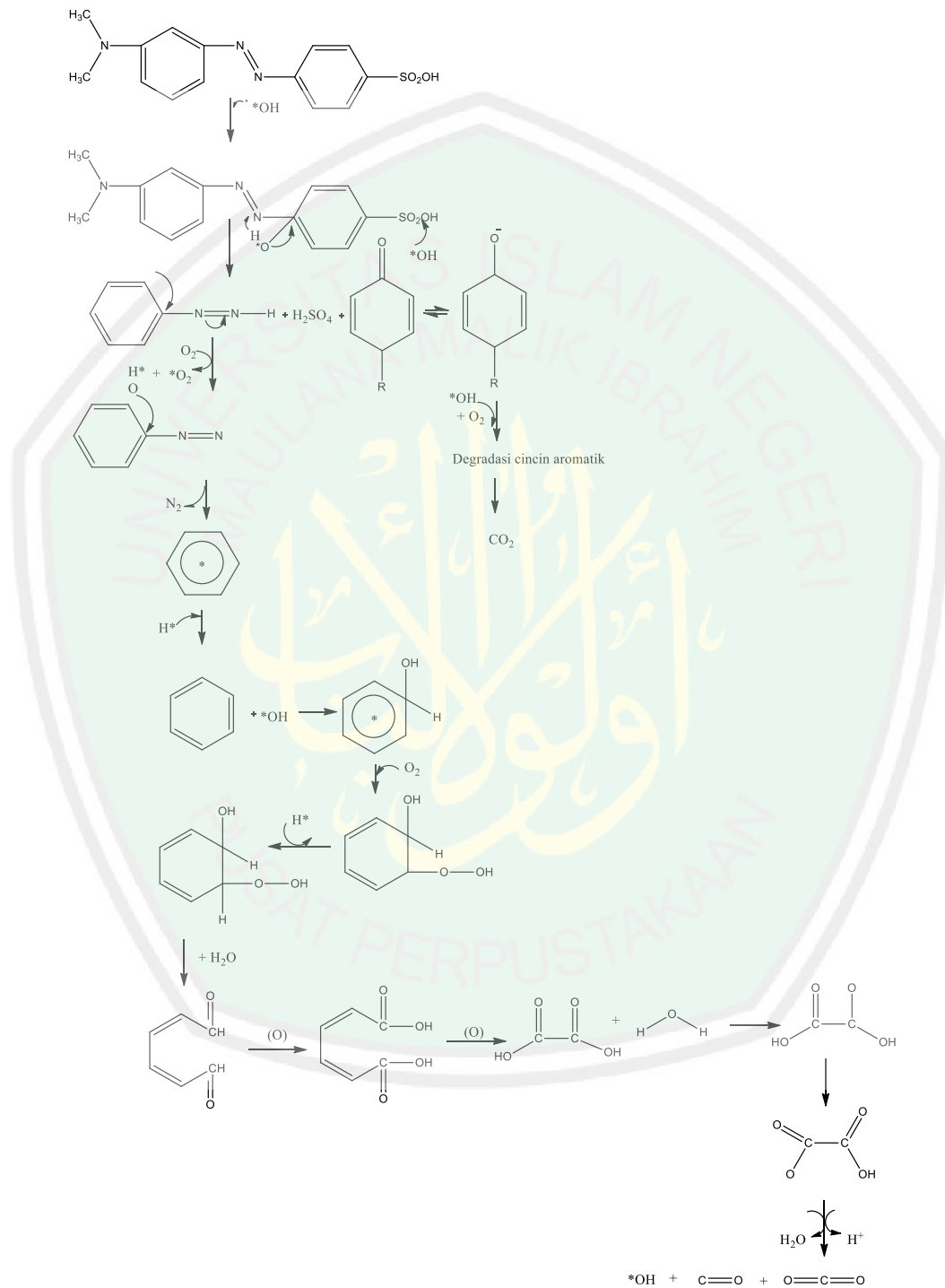
Tabel 2.1 Perbandingan pengolahan limbah secara kimia, fisika, dan biologi ('Adany, 2017).

Metode Pengolahan		Deskripsi	Kekurangan
Kimia	Koagulasi	Pengendapan partikel menggunakan bahan kimia	Menyebabkan polusi dan limbah baru
	Adsorpsi	Menempelkan adsorbat pada permukaan adsorben	Menghasilkan limbah baru berupa lumpur
Fisika	Sedimentasi	Pemisahan berdasarkan perbedaan partikel yang tersuspensi dengan larutannya	Tidak semua partikel yang tersuspensi dapat mengendap
Biologi	Lumpur teraktivasi	Didasarkan pada populasi bakteri yang tersuspensi pada limbah air dengan kondisi aerobik	Sebagian limbah organik tahan terhadap degradasi biologi

Berdasarkan Tabel 2.1 metode pengolahan limbah secara kimia, fisika, dan biologi kurang efektif karena masih menghasilkan produk samping. Oleh karena itu perlu adanya alternatif dalam pengolahan limbah. Metode yang sedang dikembangkan yaitu metode fotokatalisis untuk mendegradasi limbah zat warna. Penelitian Niu (2013) menggunakan TiO_2 sebagai fotokatalis untuk mendegradasi *methyl orange* dengan perlakuan variasi konsentrasi TiO_2 0,2 g/L – 4 g/L dan waktu radiasi selama 40 menit. Degradasi TiO_2 P25 mendegradasi *methyl orange* hanya 40%. Kemudian meningkat aktivitasnya dari 71,41% menjadi 97,91% pada konsentrasi 0,2 ke 2,0 g/L dan aktivitas tidak naik ketika penambahan konsentrasi 4 g/L. Sehingga konsentrasi optimum penambahan TiO_2 untuk mendegradasi *methyl orange* yaitu 2 g/L. Sedangkan pada penelitian Dai, dkk. (2007) yang menggunakan massa fotokatalis sebesar 1 gr untuk mendegradasi *methyl orange* dengan waktu iradiasi selama 45 menit berhasil mendegradasi sebanyak 98%.

Zat warna *methyl orange* bila terdegradasi menjadi senyawa yang aman yaitu CO_2 dan H_2O . Mekanisme degradasi dapat dilihat pada Gambar 2.2. Berdasarkan Gambar 2.2 dapat diketahui bahwa radikal $\text{OH}^\cdot$ merupakan radikal utama yang melakukan inisiasi pada gugus utama azo menghasilkan radikal fenil dan fenoksi. Kemudian gas nitrogen keluar diikuti dengan proses reduksi pada cincin benzen menjadi senyawa aromatik sederhana. Di sisi lain, gugus radikal fenoksi akan teroksidasi oleh radikal $\text{OH}^\cdot$ menjadi gugus benzen. Kemudian cincin aromatik benzen terdegradasi menjadi hidroksi hidroperoksida yang tidak stabil. Selanjutnya terjadi penghilangan satu molekul air dan pembentukan cincin aromatis hidroksi hidroperoksida menjadi mukondialdehid. Mukondialdehid

teroksidasi menjadi asam mukonat. Proses oksidasi selanjutnya terbentuk glioksial yang kemudian menjadi asam karboksilat (A'yun, dkk., 2019).



Gambar 2.2 Mekanisme fotodegradasi *methyl orange* (A'yun, dkk., 2019)

2.2 Aktivitas Material Semikonduktor Fotokatalis TiO_2

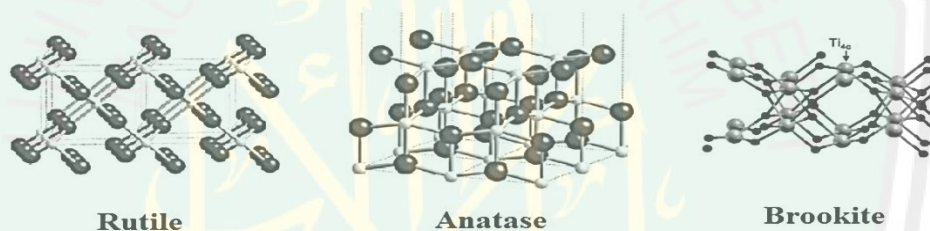
Fotokatalisis berasal dari dua kata, yaitu foto dan katalis sehingga dapat diartikan sebagai proses kombinasi atau gabungan dari reaksi fotokimia yang memerlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat terjadinya transformasi kimia (Trisunaryanti, 2018). Katalis yang berperan dalam fotokatalisis disebut dengan fotokatalis. Material yang dapat dijadikan semikonduktor fotokatalis harus memiliki daerah energi kosong yang disebut energi *band gap* (Afrozi, 2010). Beberapa material umum yang digunakan sebagai semikonduktor di antaranya TiO_2 , WO_3 , SnO_2 , dan Fe_2O_3 .

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan salah satu logam transisi golongan IV yang sering dikenal sebagai titania yang merupakan semikonduktor unggul. TiO_2 memiliki banyak keunggulan di antaranya ketersediannya yang melimpah (Fatimah dan Wijaya, 2005), tidak beracun, tidak mudah larut, memiliki aktivitas fotokatalisis tinggi (Andayani, dkk., 2012), stabil dan murah (Kim, dkk., 2005), selain itu TiO_2 juga memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi dan tahan terhadap fotodegradasi (Trisunaryanti, 2018).

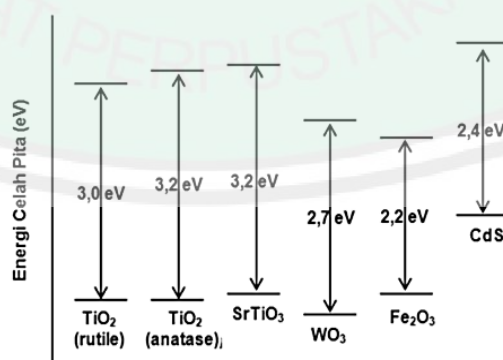
Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalis yaitu bentuk kristalnya (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001). Semikonduktor TiO_2 memiliki tiga bentuk kristal yaitu rutil, anatase, dan brookite yang dapat dilihat di Gambar 2.3. Kristal brookite berbentuk ortorombik, anatase dan rutil berbentuk tetragonal. Secara termodinamika kestabilan anatase lebih tinggi dibandingkan rutil dan brookite (Rahman, dkk., 2014). Ukuran kristal anatase stabil pada ukuran kristal 11 nm, brookite antara 11 dan 35 nm, dan rutil 35 nm. Rutil stabil pada suhu tinggi dan memiliki energi *band gap* 3,0 eV (415 nm) sedangkan anatase terbentuk pada suhu

rendah dan memiliki energi *band gap* 3,2 eV (380 nm). Energi *band gap* dari beberapa semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.4.

Ukuran kristal dan energi *band gap* dari kristal TiO_2 anatas memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi dari pada rutil dan brookit. Hal ini dikarenakan semakin kecil ukuran kristal memiliki pori-pori TiO_2 semakin besar (Supriyanto, dkk., 2014). Bentuk kristal anatas dapat terbentuk pada pemanasan TiO_2 bubuk pada suhu 120°C dan mencapai sempurna pada suhu 500°C sedangkan rutil terbentuk mulai suhu $650\text{--}850^\circ\text{C}$ (Shengmin dan Qian, 2011).



Gambar 2.3 Bentuk kristal TiO_2 Bentuk kristal TiO_2 (Sucahya, dkk., 2016)



Gambar 2.4 Energi celah pita pada semikonduktor (Trisunaryanti, 2018)

Struktur kristal anatas dan rutil memiliki perbedaan yaitu pada distorsi dan pola penyusunan rantai oktahedron. Jarak Ti-Ti anatas lebih besar yaitu 3,79 Å sedangkan rutil 3,04 Å. Kemudian jarak Ti-O pada anatas lebih pendek dari pada rutil yaitu 1,95 Å dan 1,99 Å. Adanya perbedaan struktur kisi keduanya menyebabkan perbedaan densitas massa, luas permukaan, sisi aktif, struktur pita elektronik, dan aktivitas fotokatalis antara anatas dan rutil (Ardhiarisca, 2013). Perbedaan karakteristik antara anatas dan rutil dapat dilihat pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Karakteristik TiO₂ anatas dan rutil (Ardhiarisca, 2013)

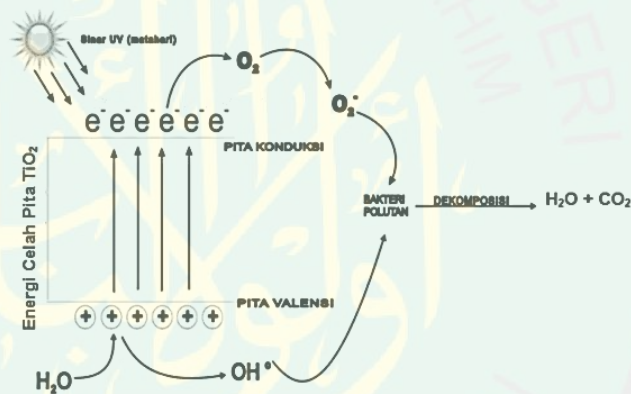
Sifat	Anatas	Rutil
Kisi kristal	Tetragonal	Tetragonal
Volume (Å ³)	136,25	62,07
Massa jenis (g/cm ³)	3,9	4,2
Energi band gap (eV)	3,2	3,0
Titik didih (°C)	550	1858
Kekerasan (Mohs)	5,5-6,0	6,0-7,0

Kelebihan metode fotokatalis semikonduktor adalah dapat melakukan mineralisasi total terhadap polutan organik, biaya murah, prosesnya relatif cepat, tidak beracun, dan mampu digunakan dalam jangka panjang, tidak menghasilkan *secondary pollution* karena zat organik yang didekomposisi menjadi karbondioksida dan air (Rahma, 2018).

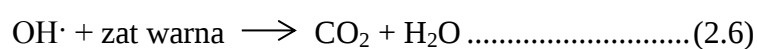
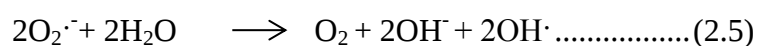
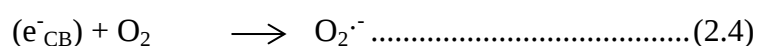
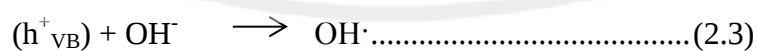
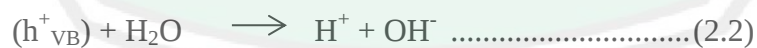
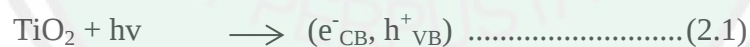
Ciri dari semikonduktor yaitu adanya celah pita yang memisahkan pita valensi (VB) yang terisi dan pita konduksi (CB) yang kosong. Sehingga apabila semikonduktor disinari dengan cahaya pada panjang gelombang dan energi tertentu yang sesuai atau lebih besar dari pada energi *band gap*-nya (E_g), maka

elektron (e^-) pada pita valensi akan tereksitasi menuju pita konduksi yang menghasilkan *hole* (h^+) yang bermuatan positif pada pita (Trisunaryanti, 2018).

Energi *band gap* TiO_2 yaitu 3,2 eV di mana cahaya memiliki panjang gelombang 400 nm, di luar daerah visibel mendekati ultraviolet. Bagian ultraviolet ini akan mengeksitasi elektron dan menyediakan pasangan elektron donor yang cukup menguraikan air menjadi hidrogen dan oksigen. Aktivitas fotokatalis TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 2.5 dan mekanisme reaksi fotodegradasi dapat dijelaskan pada persamaan (2.1-2.6) (Titdoy, dkk., 2016):



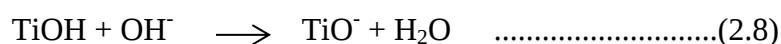
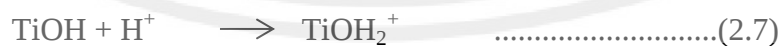
Gambar 2.5 Mekanisme aktivitas fotokatalis TiO_2 (Trisunaryanti, 2018)



Berdasarkan reaksi 2.1 – 2.6, ketika permukaan TiO_2 disinari energi cahaya yang sebanding atau lebih dari energi *band gap*-nya akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Adanya eksitasi elektron menyebabkan kekosongan atau yang disebut dengan *hole* (h^+). Elektron yang tereksitasi akan bereaksi dengan O_2 sebagai penerima elektron yang berasal dari permukaan Ti(II) atau air yang terlarut membentuk $\text{O}_2^{\cdot-}$ (radikal anion superoksida). *Hole* pada pita valensi akan bereaksi dengan H_2O dan akan teroksidasi membentuk radikal $\text{OH}^{\cdot}$. $\text{OH}^{\cdot}$ yang terbentuk merupakan agen pengoksidasi kuat dengan potensial redoks sebesar +2,8 V yang dapat mengoksidasi sebagian besar senyawa organik limbah zat warna (Rashed dan Amin, 2007).

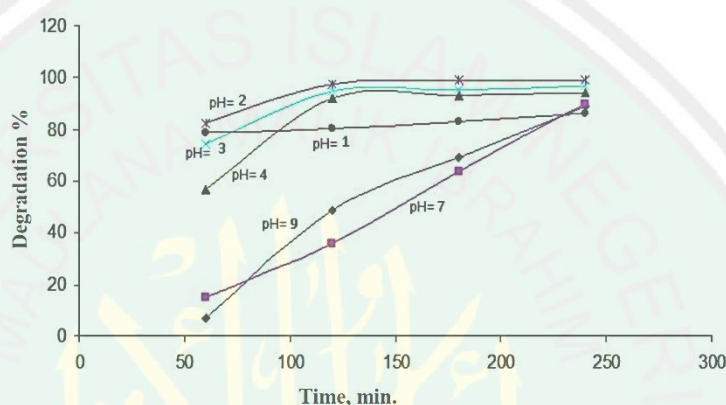
2.2.1 Pengaruh pH terhadap aktivitas Fotokatalis

Secara umum perubahan pH akan mempengaruhi sifat dari suatu permukaan katalis sehingga akan mempengaruhi degradasi senyawa organik. Titik nol (pzc) untuk TiO_2 yaitu sekitar 6,8, sehingga pada pH yang lebih rendah permukaan akan bermuatan positif sedangkan pada pH yang lebih tinggi akan bermuatan negatif permukaannya (Huang, 2008). Hal ini dapat dijelaskan pada reaksi sebagai berikut:



TiOH_2^+ , TiOH , TiO^- adalah muatan permukaan positif, netral dan negatif pada TiO_2 , dengan demikian permukaan titania akan tetap bermuatan positif

dalam kondisi asam dan bermuatan negatif dalam kondisi basa. Sehingga muatan permukaan titania akan mempengaruhi interaksi dengan zat warna baik tarikan atau tolakan. Hal ini sesuai penelitian Hadi dan Wahab (2015) yang mendegradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis TiO_2 dopan N. Aktivitas degradasi dapat dilihat pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Pengaruh pH terhadap degradasi *methyl orange* (Hadi dan Wahab, 2015)

Berdasarkan Gambar 2.6 degradasi *methyl orange* sebanyak 82,7% (pH=2,5), 74,6% (pH=3), 57% (pH=4), 15,2% (pH=7), dan 6,9% (pH=9,01) dengan waktu penyinaran selama 1 jam. Degradasi tertinggi yaitu pada pH asam 2,5. Hal ini disebabkan adanya gaya elektrostatis tarik menarik dari zat warna anionik *methyl orange* dengan permukaan positif dari TiO_2 dengan zat warna. Sehingga semakin tinggi pH yang digunakan maka aktivitas akan menurun, hal ini dibuktikan pada pH 9,01.

2.3 Modifikasi Semikonduktor TiO_2

Banyaknya keuntungan TiO_2 sebagai fotokatalis, TiO_2 juga memiliki kelemahan seperti memiliki energi *band gap* lebar yaitu 3,2 eV, sehingga untuk memaksimalkan aktivitasnya harus diturunkan energi *band gap*nya. Penambahan dopan terbukti dapat memperkecil energi *band gap* dan memperluas serapan ke daerah sinar tampak. Selain itu TiO_2 juga memiliki luas permukaan yang kecil sehingga perlu untuk mengoptimalkannya dalam pengemban seperti zeolit untuk memperluas permukaan fotokatalis (Wardhani, dkk., 2016).

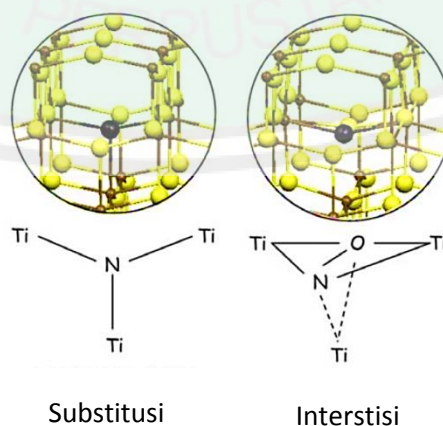
2.3.1 Pengaruh Dopan N terhadap Aktivitas Fotokatalitik Semikonduktor TiO_2

Perkembangan pemanfaatan TiO_2 mulai meningkat pesat untuk memaksimalkan aktivitasnya. Doping merupakan salah satu teknik untuk menambahkan sejumlah kecil atom pengotor ke dalam struktur kristal semikonduktor. Salah satu tujuan penggunaan dopan yaitu untuk mengoptimalkan sifat dari suatu material. Bahan yang digunakan sebagai doping di sebut dengan dopan. Dopan ini akan bergabung ke dalam kisi-kisi semikonduktor (Choi, dkk., 2010).

Fungsi dopan yaitu sebagai *electron trapping* yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik. Keberadaan dopan dalam fotokatalis TiO_2 dapat menyebabkan pergeseran penyerapan yang signifikan ke daerah sinar tampak dibandingkan dengan fotokatalis murni. Hal ini sangat membantu mengingat TiO_2 hanya aktif pada panjang gelombang $<385 \text{ nm}$. Pergeseran respon optis TiO_2

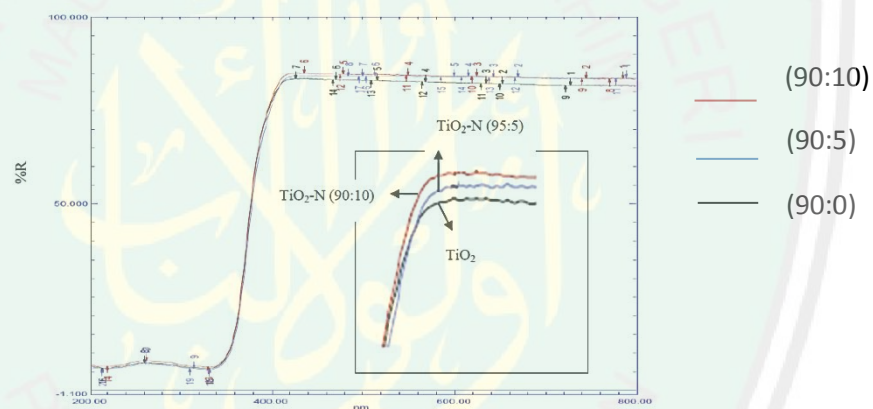
ke daerah sinar tampak diharapkan memberi efek positif untuk pengaplikasiannya (Salim dan Sundaryanto, 2016; Hadi dan Wahab, 2015).

Material dopan yang biasa digunakan umumnya berasal dari bahan metal (Cu, Co, Ni, Cr, Mn, Mo, Nb, V, Fe, Ru, Au, Ag, Pt), non metal (N, S, C, B, P, I, F). Penggunaan dopan N dipandang paling efektif karena memiliki energi ionisasi yang kecil, memiliki ukuran yang tidak jauh berbeda dengan oksigen, dan dapat mempersempit energi *band gap*. Selain itu dopan nitrogen dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari TiO_2 . Berdasarkan penelitian terdahulu oleh Kuo, dkk. (2019) yang membandingkan pengaruh TiO_2 dopan non logam (B, N, dan P) untuk mendegradasi larutan bisphenol A. Persen degradasi tertinggi yang dihasilkan yaitu 94% pada dopan N, 88% dopan B dan 93% dopan P. Sumber dopan N yang digunakan dari urea karena memiliki kandungan nitrogen yang cukup tinggi, mudah didapat, dan harganya relatif murah (Fraditasari, dkk., 2015). Urea akan terdekomposisi membentuk NH_3 dan NH_3 yang akan bereaksi dengan TiO_2 melalui ikatan substitusi atau terinterstisi (Gambar 2.7).

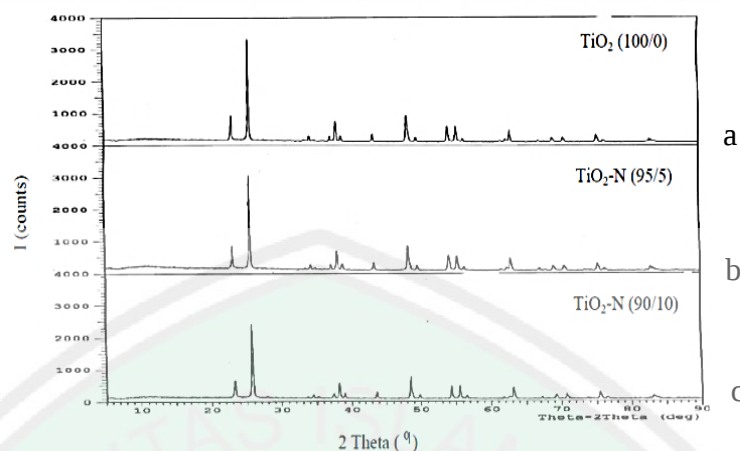


Gambar 2.7 Model ikatan TiO_2 dengan dopan nitrogen (Karim, dkk., 2016)

Adanya substitusi atom O oleh N dalam TiO_2 menyebabkan penyempitan energi *band gap* yang didorong oleh pencampuran orbital sub kulit 2p dari nitrogen dan 2p pada oksigen (Yang, dkk., 2010). Menurut Riyani, dkk. (2012) dalam penelitiannya mensintesis TiO_2 -N 100:0, 95:5 dan 90:10 memiliki panjang gelombang berturut turut sebesar 372,00, 372,58 nm dan 380,32 nm. Panjang gelombang tersebut berbanding terbalik dengan energi *band gap*nya, di mana semakin besar panjang gelombang maka memiliki energi *band gap* semakin kecil yaitu 3,34 eV, 3,33 eV dan 3,26 eV. Hal ini dapat diamati dalam Gambar 2.8 untuk hasil UV-Vis DRS dan Gambar 2.9 untuk hasil XRD.



Gambar 2.8 Hasil karakterisasi UV-Vis DRS TiO_2 -N dengan perbandingan 100:0, 95:5, 90:10 (Riyani, dkk., 2012)



Gambar 2.9 Hasil karakterisasi XRD $\text{TiO}_2\text{-N}$ dengan perbandingan (a) 100/0 (b) 95/5 (c) 90/10 (Riyani, dkk., 2012)

Berdasarkan karakterisasi XRD dapat diketahui dengan adanya penambahan dopan N mengurangi intensitas dari puncak TiO_2 anatase standar. Puncak TiO_2 anatase, $\text{TiO}_2\text{-N}$ (95/5) dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ (90/10) berturut turut terlihat pada $2\theta = 25,5794^\circ$; $2\theta = 25,5398^\circ$; dan $2\theta = 25,7286^\circ$. Penurunan intensitas disebabkan adanya atom nitrogen yang menggantikan atom oksigen dari TiO_2 , sehingga adanya dopan nitrogen tidak merusak puncak karakteristik dari TiO_2 .

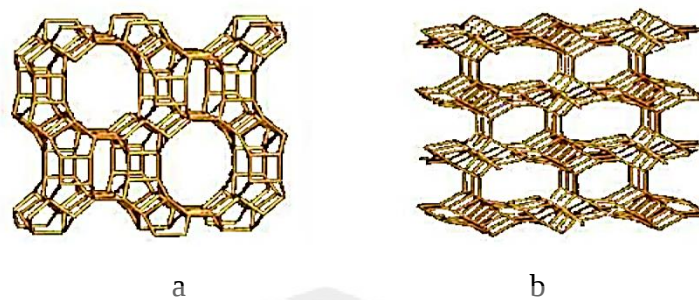
2.3.2 Impregnasi Zeolit sebagai Pengemban pada Fotokatalis TiO_2

Fotokatalis TiO_2 dalam keadaan murni memiliki luas permukaan yang relatif rendah. Untuk meminimalkan kekurangan tersebut TiO_2 dapat diembankan pada suatu mineral yang memiliki kemampuan adsorpsi yang cukup tinggi. Adsorben yang sering digunakan adalah zeolit. Penggunaan zeolit sebagai pengemban atau penyangga (*support*) karena zeolit memiliki permukaan berpori yang tersusun dari alumina silika dan luas permukaan yang besar sehingga mampu

menyerap senyawa organik maupun senyawa lain yang berukuran lebih kecil (Andari dan Wardhani, 2014). Zeolit alam di Indonesia sebagian besar memiliki struktur mordenit dan klinoptilolit yang ditunjukkan pada Gambar 2. 10 (Utubira, dkk., 2006).

Zeolit alam memiliki banyak pori sekitar 30% dari volumenya. Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam mikropori, memiliki struktur orthorombik dengan saluran terbuka sehingga memungkinkan kation-kation dan air yang berukuran besar dapat masuk dan keluar melalui saluran tersebut. Berdasarkan sifat tersebut zeolit bisa digunakan sebagai adsorben (Muttaqii, 2019). Zeolit alam memiliki kekurangan diantaranya memiliki kristalinitas yang rendah dan banyak pengotor seperti Na^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , K^+ , dan Fe^{2+} . Adanya pengotor dapat mengurangi aktivitas katalitik dari zeolit. Dengan demikian untuk mengurangi kekurangan tersebut sebelum menggunakan zeolit alam perlu adanya proses preparasi dan aktivasi (Lestari, 2010).

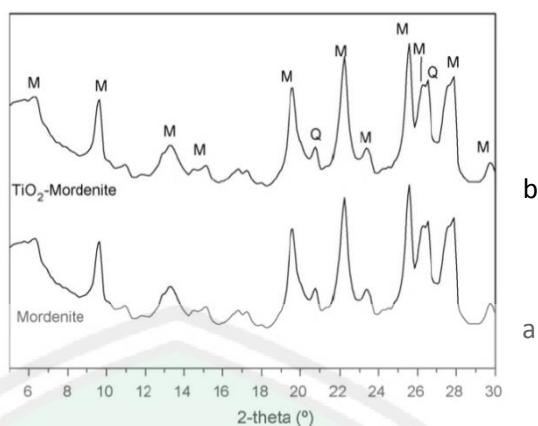
Pengembangan fotokatalis logam ke dalam zeolit alam dapat menghasilkan fotokatalis yang dapat menjerap sekaligus mampu menguraikan zat warna (Titdoy, dkk., 2016). Metode yang dapat dilakukan untuk mengembangkan zeolit dalam fotokatalis TiO_2 yaitu dengan menggunakan metode impregnasi. Impregnasi dapat diartikan proses pemasukan prekursor logam (TiO_2) dalam penyangga (zeolit). Metode ini tergolong paling mudah dan sederhana karena hanya membutuhkan peralatan yang sedikit dalam prosesnya di mana tidak ada langkah penyaringan dan pencucian (Dewi, 2016).



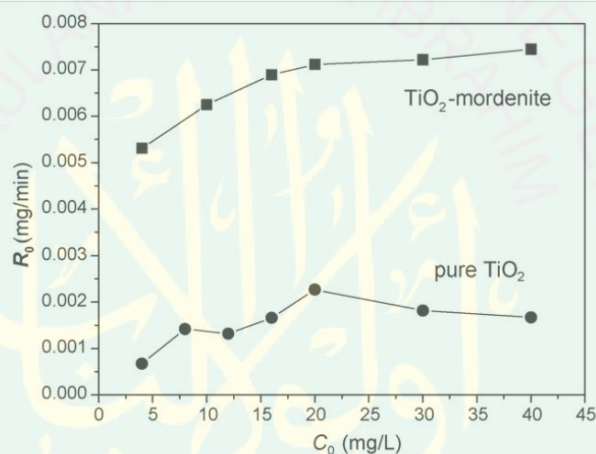
Gambar 2.10 Struktur mordenit (a) dan klinoptilolit (b) sebagai komponen utama zeolit alam (Utubira, dkk., 2006)

Li, dkk. (2008) mensintesis TiO_2 yang diembankan pada zeolit alam menghasilkan data XRD pada Gambar 2.11. Berdasarkan difraktogram XRD tersebut dapat diketahui bahwa zeolit alam tersebut berjenis mordenit, dengan puncak khas pada $2\theta \sim 20^\circ$, 22° , 26° , dan 28° dan masih terdapat pengotor berupa kuarsa pada $2\theta \sim 21^\circ$ dan 27° . Berdasarkan spektra XRD adanya penambahan zeolit alam modernit pada logam tidak merusak struktur dari zeolit.

Pengembangan TiO_2 dalam zeolit menyebabkan meningkatnya luas permukaan dari TiO_2 . Menurut Yener, dkk. (2017) menyatakan TiO_2 yang diembankan pada zeolit menyebabkan luas permukaan TiO_2 meningkat. TiO_2 murni memiliki luas permukaan sebesar $93 \text{ m}^2/\text{g}$ sedangkan TiO_2 zeolit memiliki luas permukaan sebesar $210 \text{ m}^2/\text{g}$. Li, dkk. (2008) membandingkan aktivitas fotokatalis TiO_2 murni dengan TiO_2 -zeolit untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* yang ditunjukkan pada Gambar 2.12. Berdasarkan Gambar 2.12 TiO_2 -zeolit memiliki laju reaksi dan fotoaktivitas lebih tinggi daripada TiO_2 murni.



Gambar 2.11 Spektre XRD (a) standar zeolit mordenit dan (b) TiO_2 /zeolit (Li, dkk., 2008)



Gambar 2.12 Laju degradasi *methyl orange* TiO_2 murni dan TiO_2 -zeolit zeolit (Li, dkk., 2008)

2.4 Sintesis Fotokatalis

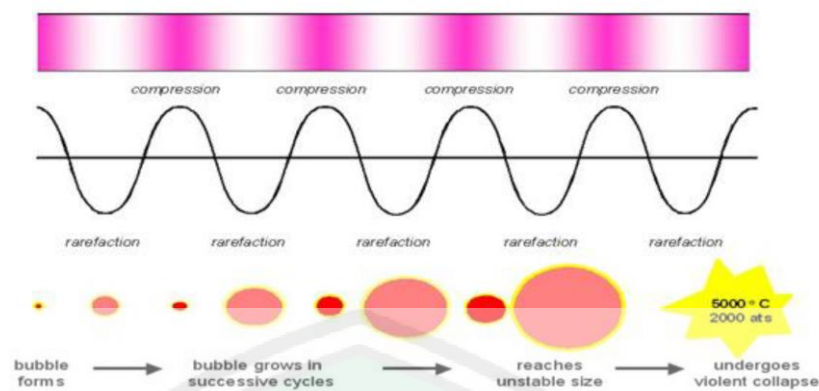
2.4.1 Metode Sonikasi

Prinsip metode sonikasi yaitu memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi yang tinggi dan diiradiasikan dalam suatu larutan. Energi ultrasonik yang digunakan dalam sonikasi sekitar 16 KHz-1000 KHz. Kelebihan dari metode ini yaitu mampu memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat yang berukuran lebih kecil hingga sampai berukuran nano, waktu yang digunakan

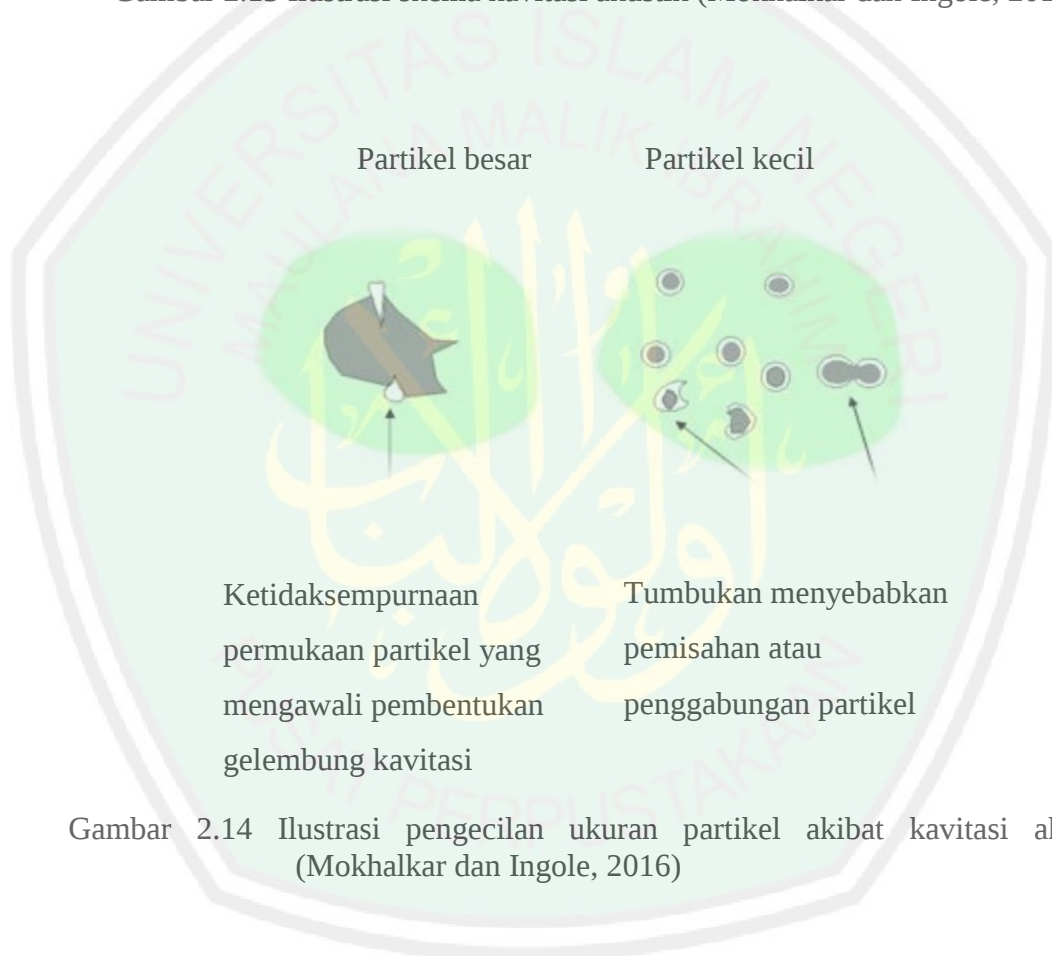
relatif lebih singkat dan tidak banyak bahan kimia yang terbuang. Selain itu metode ini tergolong aman karena menggunakan frekuensi yang tidak terlalu tinggi (Rismiati, dkk., 2016).

Ultrasonik ditransmisikan melewati medium air melalui gelombang suara mengakibatkan molekul dapat bergetar. Akibatnya molekul tersebut akan mengalami perubahan struktur. Jika intensitas gelombang ultrasonik ditingkatkan maka akan terjadi kondisi di mana gaya intramolekul tidak lagi bisa menahan struktur awal molekul. Sehingga molekul tersebut akan pecah dan membentuk lubang (*cavity*). Lubang ini di sebut dengan gelembung kavitasi.

Kekuatan ultrasonik meningkatkan perubahan kimia dan fisika dalam media cair melalui penghancuran gelembung kavitasi. Pertumbuhan gelembung akan terjadi terus menerus sampai berada pada fase *bubble collap* (ketidakstabilan gelembung) yaitu pecahnya gelembung kecil akibat kekuatan suara. Setiap gelembung yang pecah akan menjadi “*hotspot*” lokal yang menghasilkan panas sangat tinggi sekitar 4000 K dan tekanan sekitar 1000 atm, laju pemanasan dan pendinginan bisa sangat cepat yaitu 10¹⁰ K/s. Ilustrasi pembentukan kavitasi akustik Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Ilustrasi skema kavitasi akustik (Mokhalkar dan Ingole, 2016)



Gambar 2.14 Ilustrasi pengecilan ukuran partikel akibat kavitasi akustik (Mokhalkar dan Ingole, 2016)

Penggunaan gelombang ultrasonik untuk mesintesis TiO_2 diharapkan mampu memperkecil atau mereduksi ukuran partikel TiO_2 kecil dari 100 nm. Pengecilan ukuran partikel akibat kavitasi dapat dilihat pada Gambar 2.14. Gelembung ultrasonik pada sonikasi diperkirakan memiliki kemampuan

membangkitkan semacam rongga dalam larutan sehingga berfungsi membantu meningkatkan keseragaman ukuran partikel TiO_2 dalam skala nanometer (Astuti dan Ningsi, 2017). Penelitian Hidayanto, dkk. (2017) berhasil mensintesis TiO_2 -N nanopartikel menggunakan metode sonikasi pada frekuensi 24 kHz menghasilkan ukuran kristal sebesar 21,42 nm. Kemudian penelitian Zhang, dkk. (2015) dalam penelitiannya mensintesis TiO_2 -N dengan metode sonikasi pada frekuensi 28 kHz menghasilkan TiO_2 -N nanopartikel ukuran 20,85 nm.

2.4.2 Identifikasi Struktur dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Penggunaan XRD dalam karakterisasi dapat menentukan jenis struktur kristalnya dengan mencocokkan pada data JCPDS (*Join Committee on Powder Diffraction Standard*). Prinsip dari XRD yaitu ketika ada sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, 2004). Ilustrasi difraksi sinar-X pada bidang kristal dapat dilihat pada Gambar 2.15, di mana sinar yang datang sama dengan sinar yang didifraksikan, hal ini sesuai dengan hukum Bragg yaitu:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \dots\dots\dots(2.11)$$

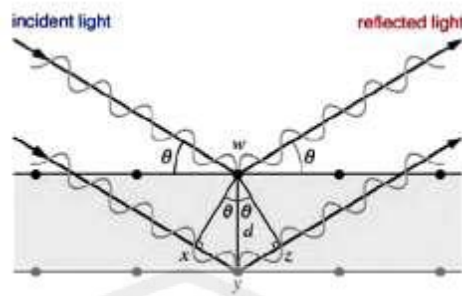
Keterangan:

n : bilangan bulat sebagai orde pembiasan

λ : panjang gelombang sinar-X yang digunakan

d : jarak antara dua bidang kisi

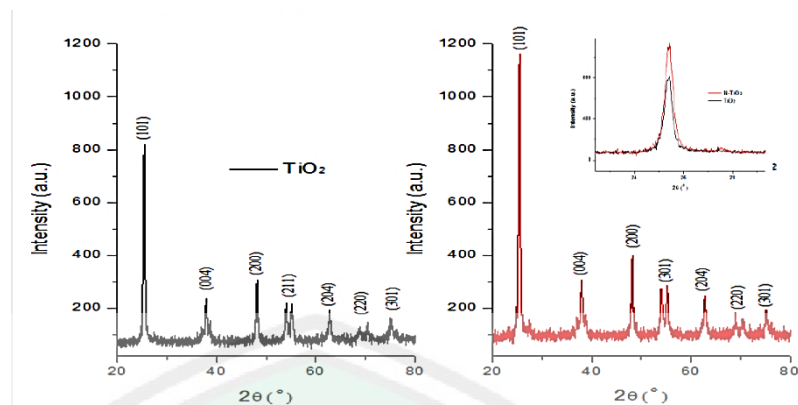
θ : sudut antara sinar datang dengan bidang normal



Gambar 2.15 Difraksi sinar-X pada bidang atom (Munasir, dkk., 2012)

Informasi yang didapat dari data sinar-X di antaranya yaitu: (1) posisi puncak difraksi yang memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang (d_{hkl}), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan, (2) intensitas puncak relatif difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan, (3) bentuk puncak memberikan gambaran tentang ukuran kristal dan ketidaksempurnaan kisi (Munasir, dkk., 2012).

Pola difraktogram berupa deretan puncak-puncak yang berbeda intensitasnya sepanjang nilai 2θ . Atom yang ditembak oleh sinar-X memiliki bentuk difraktogram yang berbeda. Penelitian Hidayanto, dkk. (2017) yang mensintesis TiO_2 dopan N, menghasilkan spektra XRD dari TiO_2 murni dengan TiO_2 dopan N Gambar 2.16. Puncak yang muncul antara TiO_2 dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ hampir sama yaitu pada (101), (200), (211), (220), dan (301) hanya saja yang membedakan yaitu intensitas puncak (101) dari $\text{TiO}_2\text{-N}$ lebih tinggi jika dibandingkan pada TiO_2 murni. Sedangkan puncak karakteristik $\text{TiO}_2\text{-N}$ muncul pada 2θ 25,42°, 38,02°, 48,10°, 55,12°, 63,18°, 70,40°, dan 76,00°.



Gambar 2.16 Spektra XRD TiO_2 murni dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ (Hidayanto, dkk., 2017)

2.4.3 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi *Band Gap* dengan UV-Vis

Diffuse Reflectance Spectroscopy

Secara umum prinsip dari UV-Vis DRS yaitu pengukuran berdasarkan sinar yang direfleksikan oleh objek. Energi *band gap* TiO_2 murni yaitu 3,2 eV. Dengan adanya penambahan dopan dilaporkan dapat menurunkan energi *band gap* TiO_2 yang disebabkan adanya tingkat energi baru yang memudahkan elektron mengalami eksitasi. Penurunan energi *band gap* dapat dianalisis menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy*. Energi *band gap* dapat diperoleh berdasarkan spektrum yang didapat berdasarkan persamaan Kubelka Munk, sebagai berikut:

$$F(R) = K/S = (1-R)^2/2R \quad \dots\dots\dots(2.12)$$

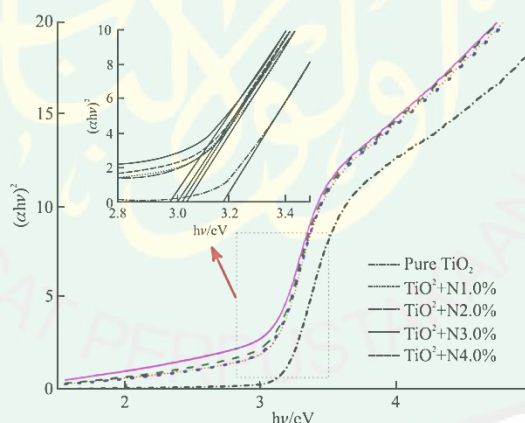
Keterangan: $F(R)$ = Faktor Kubelka Munk

K = Koefisien absorpsi

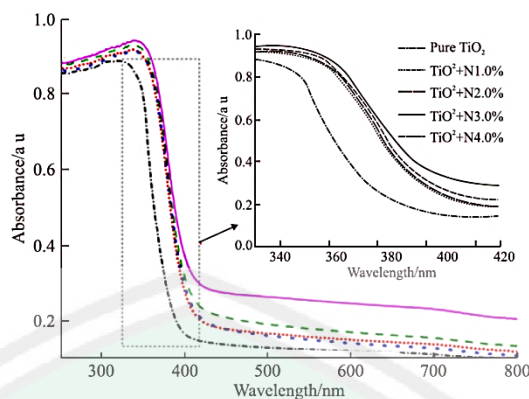
S = Koefisien *scattering*

R = Nilai reflektan yang diukur

Dengan memplotkan $F(R)$ terhadap $h\nu$ ekstrapolasi daerah liniernya maka dapat ditentukan nilai $h\nu$ pada $F(R) = 0$, yang merupakan nilai energi *band gap* (E_g) dari spesi pengabsorpsi (Karim, dkk., 2016). Penelitian Tao (2019) yang mensintesis TiO_2 dopan nitrogen dengan variasi massa dopan sebesar 1, 2, 3, dan 4% menghasilkan energi *band gap* yang berbeda-beda. Penentuan energi *band gap* dapat dilihat pada Gambar 2.17. Berdasarkan penelitian tersebut energi *band gap* $\text{TiO}_2\text{-N}$ secara berturut-turut yaitu 3,18; 3,04; 3,03; 2,98; dan 3,01. Penurunan energi *band gap* berbanding terbalik dengan absorbansi $\text{TiO}_2\text{-N}$, di mana semakin kecil energi *band gap* maka panjang gelombang akan semakin besar. Absorbansi $\text{TiO}_2\text{-N}$ dapat dilihat pada Gambar 2.18, dengan panjang gelombang secara berturut-turut yaitu 390, 407, 409, 416, dan 412 nm.



Gambar 2.17 Energi *band gap* TiO_2 murni dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ 1, 2, 3, dan 4% (Tao, 2019)



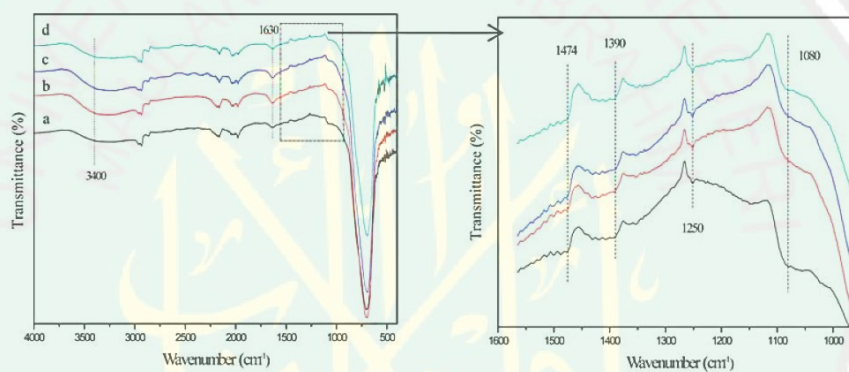
Gambar 2.18 Identifikasi panjang gelombang fotokatalis TiO_2 P25, zeolit, dan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ (Liu, dkk., 2014)

2.4.4 Identifikasi Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* (FTIR)

Prinsip kerja dari FTIR yaitu jika sinar infrared dilewatkan pada suatu sampel, maka terdapat sejumlah frekuensi yang diserap dan ada yang diteruskan atau ditransmisikan tanpa diserap. Molekul yang menyerap energi tersebut akan terjadi perubahan energi vibrasi dan perubahan tingkat energi rotasi. Setiap ikatan mempunyai frekuensi karakteristik untuk terjadinya fibrasi tekuk (*bending vibration*) dan vibrasi ulur (*stretching*) di mana sinar inframerah dapat diserap pada frekuensi tersebut. Energi ulur (*stretch*) suatu ikatan lebih besar dibandingkan energi tekuk (*bend*) sehingga serapan ulur akan muncul pada frekuensi yang tinggi dari pada serapan tekuk dari ikatan yang sama dalam spektrum inframerah (Suseno dan Firdausi, 2008).

Penelitian Yang, dkk (2010) telah mensintesis TiO_2 dopan N dengan variasi molar N: TiO_2 1:2 (TON-1), 1:1 (TON-2), 3:2 (TON-3), 2:1 (TON-4) menghasilkan spektrum FTIR pada Gambar 2.19. Dari semua variasi molar dari $\text{TiO}_2:\text{N}$ menghasilkan peak tajam yang sama yaitu pada bilangan gelombang ~ 700

cm^{-1} dari Ti-O yang mengindikasikan ikatan Ti-O-Ti model ikatan $\text{TiO}_2\text{-N}$ *interstitial* (nitrogen mengikat pada oksigen). Bilangan gelombang sekitar ~ 1630 cm^{-1} diduga sebagai vibrasi dari O-H dan N-H. Kemudian pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} dianggap berasal dari gugus hidroksil dan molekul air yang diserap oleh sampel yang didoping. Pada bilangan gelombang 1454 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} , dan 1080 cm^{-1} merupakan karakteristik dari ikatan Ti-N. Sedangkan pada bilangan gelombang 1390 cm^{-1} diduga sebagai vibrasi dari NO_3 .



Gambar 2.19 Spektra FTIR $\text{TiO}_2\text{-N}$ dengan perbandingan molar $\text{TiO}_2\text{:N}$ (a) TON-1 (b) TON-2 (c) TON-3 (d) TON-4 (Yang, dkk., 2010)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus-September 2020 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Fisika Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu seperangkat alat gelas, ayakan mesh 200 mesh, *magnetic stirrer*, oven (*Thermo Scientific*), neraca analitik, *hot plate*, sonikator BRANSON 3510, tanur, FTIR VARIAN tipe FT 1000, XRD Rigaku Hypix-400 MF Spektrofotometer UV-Vis Varian type Cary 50, UV-Vis UV-Vis DRS Evolution 220 UV-Visible, dan UV reaktor

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu TiO_2 , urea, zeolit alam, akua DM, akuades, etanol 96%, HCl 0,1 M, HCl 6 M, pH meter, dan *methyl orange*.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu:

1. Preparasi Zeolit
2. Aktivasi Zeolit
3. Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$
4. Impregnasi zeolit
5. Karakterisasi struktur dan energi *band gap* menggunakan XRD, FTIR dan UV-Vis DRS
6. Uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$
 - a. Pengaruh perbandingan komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ pada fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ untuk mendegradasi *methyl orange*
 - b. Pengaruh pH fotodegradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ untuk mendegradasi *methyl orange*.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

3.4.1.1 Preparasi Zeolit

Zeolit alam sebanyak 150 gram dihaluskan dan diayak dengan ukuran 200 mesh. Kemudian zeolit alam ditimbang 100 gram dan ditambahkan 200 mL akuades dalam erlenmeyer. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada temperatur kamar. Selanjutnya larutan disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Zeolit yang didapatkan didesikator selama 30 menit dan ditimbang hingga berat konstan (Wardhani, dkk., 2016).

3.4.1.2 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam hasil preparasi ditimbang sebanyak 30 gram dan direndam dalam HCl 6 M sebanyak 60 mL. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Zeolit yang sudah diaduk dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring dan dicuci dengan akuades hingga filtrat netral. Zeolit selanjutnya dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada temperatur 100°C dan dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 500°C (Wardhani, dkk., 2016).

3.4.1.3 Sintesis TiO₂-N

TiO₂-N dibuat dengan perbandingan 95:5, 90:10, dan 85:15. Masing-masing TiO₂ dan urea ditimbang 4,7600 g : 0,1862 g; 4,5044g : 0,3765 g; dan 4,2568 g : 0,5654 g disuspensikan dalam 10 mL akuaDM (akuademineralisasi), kemudian suspensi diletakkan dalam sonikator dengan frekuensi 47 kHz selama 30 menit. Selanjutnya suspensi diuapkan pada oven suhu 110°C selama 3 jam dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam. Kemudian haluskan sampai berbentuk serbuk (Riyani, dkk., 2012).

3.4.1.4 Impregnasi Zeolit

Pembuatan TiO₂-N yang diimpregnasikan pada zeolit dengan cara mencampurkan TiO₂-N 1,8 gram, zeolit sebanyak 3 gram dan ditambahkan etanol 96% sebanyak 10 mL dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam. Suspensi selanjutnya dikeringkan dalam oven suhu 110°C selama 2 jam. Selanjutnya TiO₂-N/zeolit dikalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam (Lestari, dkk., 2015).

3.4.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO₂-N/zeolit

3.4.2.1 Identifikasi Struktur Fotokatalis TiO₂-N/zeolit dengan Difraksi Sinar-X

Fotokatalis TiO₂-N/zeolit dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi struktur. Analisis XRD menggunakan radiasi monokromator Cu K α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5 - 60^\circ$, step $0,020^\circ$, dan waktu step 1 detik. Pertama sampel perbandingan TiO₂:N 95:5, 90:10, dan 85:15 yang diembankan pada zeolit dihaluskan hingga menjadi serbuk yang sangat halus. Kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X. Hasil yang diperoleh berupa difraktogram yang kemudian akan dibandingkan dengan standar TiO₂ anatase.

3.4.2.2 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi *Band Gap* Menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy*

Fotokatalis TiO₂-N/zeolit dengan perbandingan TiO₂:N (95:5, 90:10, dan 85:15) dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus dan ditempatkan pada sampel *holder* yang kemudian dikarakterisasi menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui energi *band gap*-nya. Hasil dari karakterisasi ini akan menghasilkan grafik energi *band gap* dimana akan menunjukkan grafik hubungan antara foton dengan kuadrat koefisien absorpsi. Besarnya energi *band gap* dapat ditentukan dengan cara menarik garis lurus dari ujung kurva koefisien absorpsi berpotongan dengan sumbu x. Titik potong tersebut yang menunjukkan energi *band gap* dari TiO₂-N/zeolit.

3.4.2.3 Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan *Fourier Transform-Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap TiO₂-N/zeolit dengan variasi dopan N hasil sintesis 95:5, 90:10, dan 85:15. Mula-mula sampel dihaluskan hingga berbentuk serbuk halus menggunakan mortar *agate* dengan dicampur padatan KBr, selanjutnya ditempatkan pada preparat dan ditekan menggunakan alat *pressing* untuk membentuk pelet. Kemudian ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisis menggunakan FTIR. Spektra yang dihasilkan akan menunjukkan serapan-serapan khas dengan bilangan gelombang yang berbeda. Sepan khas TiO₂-N yaitu pada bilangan gelombang 1000-1500 nm sedangkan untuk sepan khas zeolit mordenit pada bilangan gelombang 475-600 nm (Li, 2008)

3.4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO₂-N/zeolit terhadap *Methyl orange*

3.4.3.1 Pembuatan Larutan Induk *Methyl Orange* 1000 ppm

Methyl orange 1 gram dilarutkan dalam 250 mL akuades dalam gelas kimia. Selanjutnya secara kualitatif larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditandabatkan, sehingga diperoleh larutan induk *methyl orange* 1000 ppm.

3.4.3.2 Pembuatan Larutan Kurva Standar

Larutan induk *methyl orange* 1000 ppm diencerkan menjadi 100 ppm sebanyak 100 mL. *Methyl orange* konsentrasi 1000 pmm digunakan sebagai larutan induk untuk pembuatan larutan standar. Kemudian larutan 100 ppm *methyl*

orange dipipet sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 mL selanjutnya masing-masing ditandabatkan dan dihomogenkan dalam 50 mL akuades sehingga diperoleh *methyl orange* konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm.

3.4.3.3 Pembuatan Larutan Sampel *Methyl Orange*

Methyl orange 100 ppm dipipet sebanyak 50 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 500 mL, kemudian larutan ditandabatkan dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan sampel *methyl orange* dengan konsentrasi 10 ppm.

3.4.3.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methyl Orange*

Larutan standar *methyl orange* yang sudah dibuat diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis, sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum. Panjang gelombang maksimum diperoleh dari nilai absorbansi tertinggi. Sebelum pengukuran sampel dengan spektrofotometer UV-Vis perlu dilakukan pengukuran blanko dengan akuades. Panjang gelombang maksimum *methyl orange* dilakukan dalam rentang 200-800 nm.

3.4.3.5 Pembuatan Kurva Standar *Methyl Orange*

Larutan standar yang dibuat diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh. Masing-masing absorbansi setiap konsentrasi yang diperoleh dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu x sebagai konsentrasi larutan standar (ppm) dan sumbu y sebagai absorbansi yang dihasilkan dari larutan standar. Dari grafik diperoleh persamaan regresi linier $y = ax + b$.

3.4.3.6 Pengaruh Perbandingan Komposisi TiO₂:N pada fotokatalis TiO₂-N/zeolit untuk Mendegradasi *Methyl Orange*

Methyl orange 10 mg/L sebanyak 25 mL dimasukkan dalam gelas kimia dan tambahkan TiO₂-N/zeolit dengan variasi komposisi TiO₂:N (95:5, 90:10, dan 85:15) masing-masing sebanyak 50 mg. Kemudian fotodegradasi dilakukan dalam fotoreaktor selama 100 menit menggunakan sinar UV. Penentuan konsentrasi *methyl orange* menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

3.4.3.7 Pengaruh pH terhadap Fotodegradasi *Methyl Orange* Menggunakan Fotokatalis TiO₂-N/zeolit

Larutan *methyl orange* 10 ppm diatur pH 2,5; 3; 4; 5; dan 6 dengan ditambahkan HCl 0,1 M (Windati, 2012). Kemudian fotokatalis komposisi optimum ditimbang sebanyak 50 mg ke dalam 5 gelas kimia. Selanjutnya ditambahkan *methyl orange* pH 2,5; 3; 4; 5; dan 6 masing-masing gelas kimia. Kemudian fotodegradasi dilakukan dalam fotoreaktor selama 100 menit menggunakan sinar UV. Penentuan konsentrasi *methyl orange* menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit

Tahap awal sintesis fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ yaitu preparasi dan aktivasi zeolit alam, tahap ini sangat penting karena mengingat zeolit alam berasal dari batuan yang pastinya banyak pengotor. Zeolit alam yang digunakan pada penelitian ini berasal dari zeolit alam Ciamis Bandung. Pertama, zeolit alam dihaluskan menggunakan mortar dan dilakukan pengayakan dengan ayakan 200 mesh. Menurut Panggabean, dkk. (2013) menyatakan ayakan 200 mesh memiliki diameter sebesar 0,65 mm, sehingga adanya penggerusan dan pengayakan diharapkan zeolit alam memiliki ukuran yang seragam dan memiliki luas permukaan lebih besar. Proses selanjutnya yaitu pencucian dan pemanasan dalam oven suhu 100°C selama 2 jam yang berfungsi untuk menghilangkan pengotor dan menguapkan air yang terperap dalam pori zeolit (Ngapa, 2017).

Aktivasi zeolit alam dilakukan 2 tahap yaitu aktivasi secara kimia dan fisika. Aktivasi secara kimia dengan penambahan HCl 6 M dan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Atikah (2017) menyatakan HCl konsentrasi tinggi dapat menghilangkan pengotor-pengotor yang menutupi permukaan zeolit seperti ion Fe^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , dan Na^+ , sehingga permukaan zeolit menjadi terbuka. Semakin besar luas permukaan, kemampuan adsorpsi akan semakin besar hal ini dikarenakan sisi aktif pada permukaan zeolit semakin banyak. Selain itu aktivasi kimia menggunakan HCl dapat menyebabkan terjadinya proses dealuminasi. HCl yang bereaksi dengan zeolit menyebabkan

terekstraknya Al sehingga kandungan Al turun dan meningkatkan rasio Si/Al dalam zeolit. Tingginya rasio Si/Al menjadikan zeolit stabil pada suhu tinggi (Muttaqi, dkk., 2019). Setelah penambahan HCl 6 M dilakukan pencucian menggunakan akuades sampai filtrat netral, setelah filtrat netral dilakukan aktivasi fisika. Aktivasi secara fisika dilakukan dengan pemanasan. Pada tahap ini zeolit dikalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam. Warna zeolit sebelum dikalsinasi yaitu hijau sedangkan setelah kalsinasi berwarna coklat hal ini menunjukkan bahwa kandungan air dalam zeolit sudah teruapkan. Hal ini sesuai dengan Ackley, dkk. (2003) menyatakan adanya aktivasi fisika menyebabkan hilangnya molekul air dan pengotor organik pada permukaan zeolit. Zeolit yang sudah teraktivasi di karakteriasi FTIR.

4.2 Sintesis Fotokatalis TiO₂-N/zeolit

4.2.1 Sintesis TiO₂-N

Sintesis fotokatalis TiO₂-N dilakukan dengan metode sonikasi yang menggunakan *ultrasonic bath* frekuensi 47 kHz. Reaktan yang digunakan yaitu TiO₂ fase anatas dan urea dengan pelarut AkuaDM. Masing-masing reaktan ditimbang dengan komposisi TiO₂:N 95:5; 90:10; dan 85:15 yang kemudian ditambahkan akuadM 10 mL sampai terbentuk suspensi. AkuaDM digunakan sebagai pelarut karena memiliki kandungan mineral lebih sedikit daripada akuades. Langkah selanjutnya yaitu dilakukan sonikasi selama 30 menit.

Campuran yang sudah disonikasi kemudian dioven selama 2 jam pada suhu 110°C untuk menguapkan pelarut. Setelah dioven akan terbentuk padatan putih yang mengkilap. Selanjutnya dilakukan penggerusan sampai kristal tidak

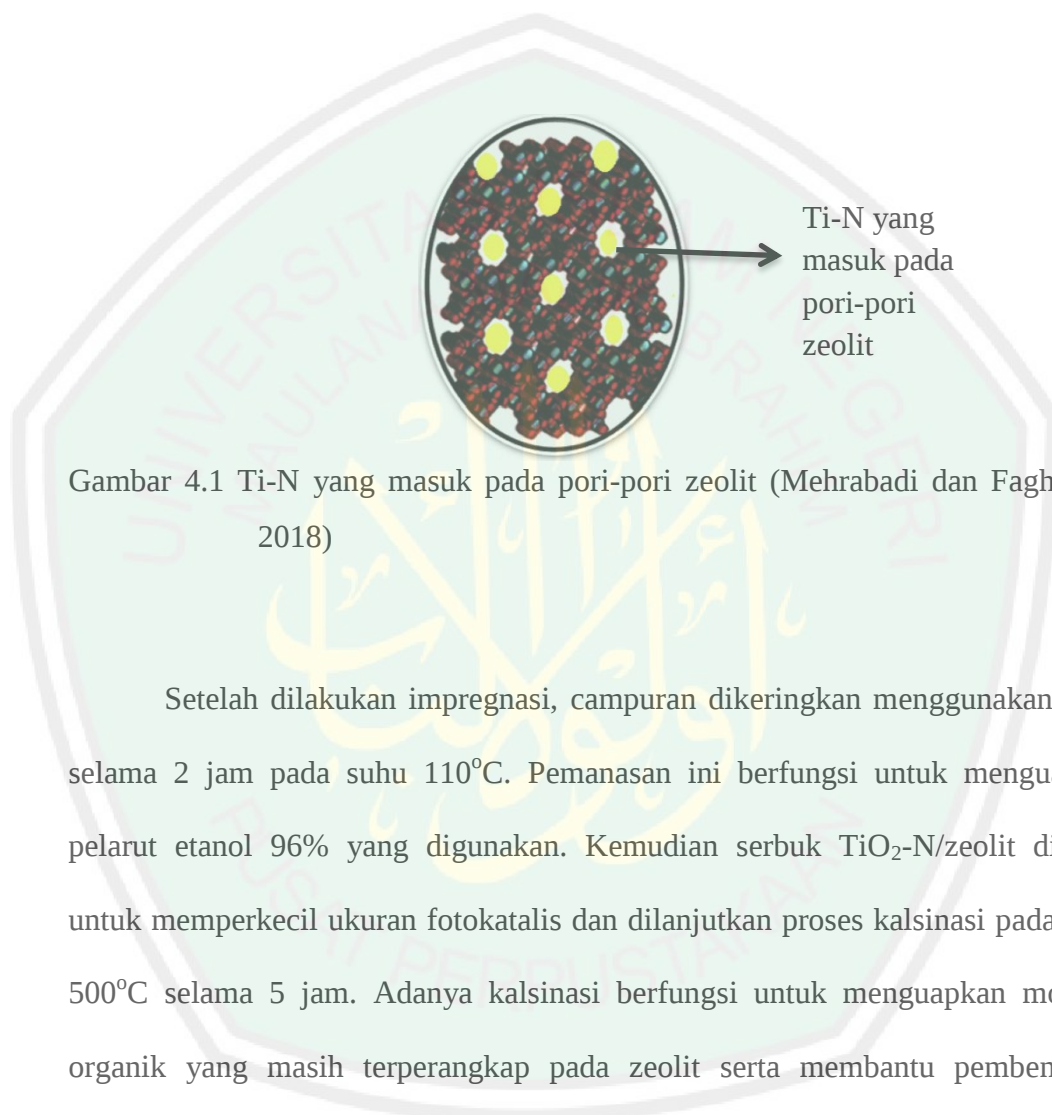
menggumpal dan dikalsinasi selama 3 jam pada suhu 500°C. Berdasarkan reaksi 4.1 – 4.3 dapat diketahui adanya kalsinasi akan membantu proses dekomposisi urea menjadi nitrogen, karena pada suhu diatas 350°C urea akan terdekomposisi membentuk NH₃ (Cheng, dkk., 2012). Kemudian NH₃ akan bereaksi dengan NO_x membentuk gas N₂, gas inilah yang akan terperangkap dalam permukaan TiO₂ dan akan membentuk TiO₂-N. Selain untuk mendekomposisi urea, kalsinasi suhu 500°C akan membantu mempertahankan tipe kristal anatas. Nolan, dkk. (2010) menggunakan variasi suhu kalsinasi saat sintesis TiO₂-N 500°C, 600°C, 700°C. Disebutkan TiO₂-N yang dikalsinasi > 600°C akan merubah kisi kristal anatas menjadi rutil. Fotokatalis TiO₂ murni dengan TiO₂-N akan memiliki sifat optis dan fisik yang berbeda. Secara fisik TiO₂ murni dan TiO₂-N tidak berbeda jauh di mana TiO₂ murni berwarna putih, sedangkan setelah ditambahkan dopan kristal menjadi putih mengkilap. Sifat optis dapat diamati melalui karakterisasi FTIR, UV-Vis DRS dan XRD.



4.2.2 Impregnasi TiO₂-N/zeolit

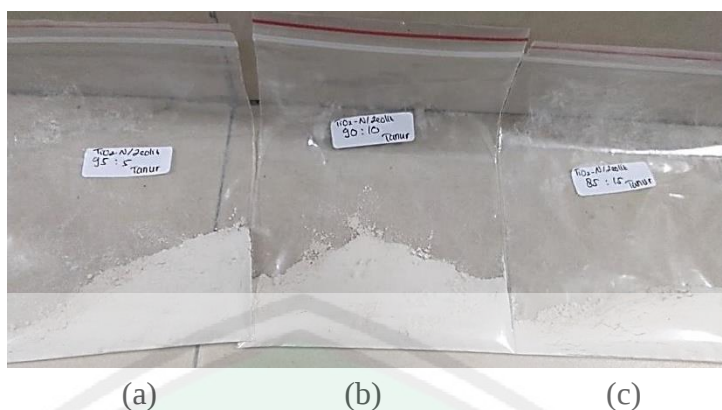
Penambahan zeolit yang sudah diaktivasi dalam fototakatalis TiO₂-N menggunakan metode impregnasi, di mana zeolit berfungsi sebagai pengemban atau *support*. Pertama, zeolit dan TiO₂-N masing-masing ditimbang sebanyak 3 gram dan 1,8 gram, yang kemudian ditambahkan 10 mL etanol 96% sebagai

pelarut. Dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam dengan kecepatan 100 rpm, pengadukan ini berfungsi untuk memaksimalkan proses interkalasi (penyisipan) $\text{TiO}_2\text{-N}$ kedalam pori-pori zeolit. Penyisipan zeolit pada fotokatalis dapat diilustrasikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Ti-N yang masuk pada pori-pori zeolit (Mehrabadi dan Faghihian, 2018)

Setelah dilakukan impregnasi, campuran dikeringkan menggunakan oven selama 2 jam pada suhu 110°C . Pemanasan ini berfungsi untuk menguapkan pelarut etanol 96% yang digunakan. Kemudian serbuk $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ digerus untuk memperkecil ukuran fotokatalis dan dilanjutkan proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam. Adanya kalsinasi berfungsi untuk menguapkan molekul organik yang masih terperangkap pada zeolit serta membantu pembentukan kristalinitas dari $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. Adanya zeolit sebagai penyangga diharapkan fotokatalis dapat berfungsi sebagai adsorben dan pendegradasi saat dilakukan fotodegradasi *methyl orange*. Hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ variasi dopan N dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Sampel hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan variasi dopan (a) 95:5 (b) 90:10 dan (c) 85:15

4.3 Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

4.3.1 Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan *Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* (FTIR)

Karakterisasi gugus fungsi menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui serapan gugus fungsi dari hasil senyawa yang disintesis. Serapan gugus fungsi zeolit alam Bandung dan hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ (95:5; 90:10; 85:15) ditunjukkan pada Gambar 4.3. Berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 4.3 semua sampel menunjukkan karakteristik zeolit alam pada serapan bilangan gelombang 3432-3444, 1057-1061, 795, dan 450-460 cm^{-1} . Serapan pada bilangan gelombang 3432-3444 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi ulur O-H pada zeolit yang kemudian diperkuat pada bilangan gelombang 10635 cm^{-1} merupakan serapan tajam dari O-H tekuk. Pada serapan 795 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur simetris eksternal O-Ti-O (T= Si dan Al). Kemudian serapan 450-460 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk dari Si-O. Sene, dkk. (2017) mengungkapkan bahwa serapan ini berkaitan dengan ikatan internal dari struktur tetrahedral TO_4 pada kisi zeolit (T = Si atau Al). Penurunan rasio Si/Al dapat diamati pada bilangan gelombang 1054

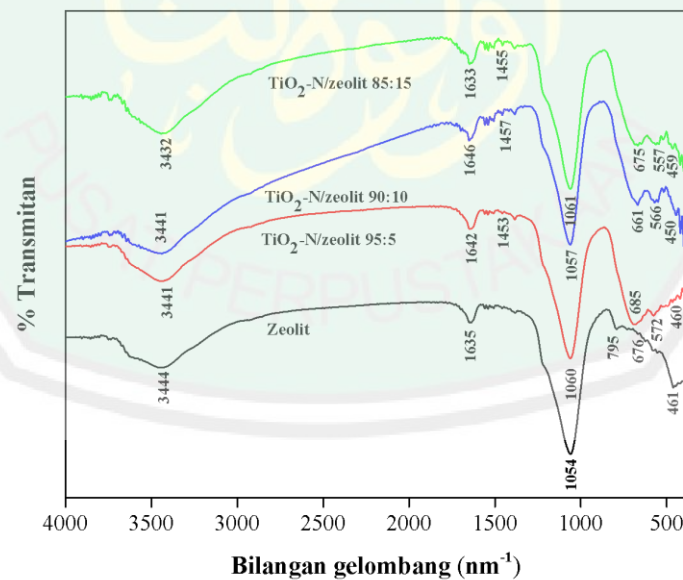
cm^{-1} menunjukkan serapan dari Si-O-Si, di mana serapan tersebut merupakan ikatan Si yang menghubungkan Si yang lain. Kemudian serapan Si-O-Al dapat diamati pada bilangan gelombang 676 cm^{-1} . Ikatan tersebut mengindikasikan ikatan Si yang terhubung dengan Al. Hasil ini sesuai dengan Yan, dkk. (2012) yang menyatakan serapan Si-O-Si memiliki serapan pada bilangan gelombang $1300\text{-}800 \text{ cm}^{-1}$ dan Si-O-Al pada bilangan gelombang $680\text{-}692 \text{ cm}^{-1}$. Berdasarkan spektra FTIR dari zeolit puncak serapan Si-O-Si lebih tajam dari pada puncak serapan Si-O-Al, hal ini mengindikasikan kandungan Si dalam zeolit lebih besar dari pada kandungan Al. Karakterisasi FTIR hanya bisa mengindikasikan rasio Si/Al melalui puncak serapan pada spektra sehingga tidak bisa menentukan kadar secara spesifik dari rasio Si/Al.

Karakteristik TiO_2 dapat diamati pada bilangan gelombang $661\text{-}685 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur Ti-O pada TiO_2 , adanya daerah serapan tersebut menunjukkan bahwa sampel yang disintesis mengandung TiO_2 . Sedangkan serapan dopan dapat ditunjukkan pada bilangan gelombang $1455\text{-}1457 \text{ cm}^{-1}$ dan $566\text{-}572 \text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang $1455\text{-}1457 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan model ikatan dopan dengan TiO_2 secara substitusi (Ti-N-Ti), di mana atom nitrogen menggantikan atom O pada TiO_2 . Atom O dapat digantikan oleh nitrogen karena keduanya memiliki jari-jari ion yang tidak jauh berbeda, jari-jari radius ion oksigen sebesar $1,40 \text{ \AA}$ dan nitrogen sebesar $1,46 \text{ \AA}$ (Gurkan, dkk., 2012). Effendy (2016) menyatakan jika suatu dopan yang ditambahkan pada logam memiliki perbedaan jari-jari tidak lebih 15% maka ikatan yang terbentuk yaitu model ikatan substitusi. Pada komposisi 95:5 memiliki serapan rendah dari ikatan dopan hal ini dikarenakan kecilnya konsentrasi dopan yang ditambahkan.

Kemudian bilangan gelombang 566-572 cm^{-1} merupakan serapan Ti-O-Ti yang mengindikasikan model ikatan $\text{TiO}_2\text{-N}$ intertisi. Ikatan intertisi masih memungkinkan terbentuk karena ukuran jari-jari ion nitrogen lebih besar daripada oksigen. Hal ini diperkuat pada komposisi 95:5 serapan $\text{TiO}_2\text{-N}$ secara intertisi memiliki intensitas lebih tinggi dari pada serapan substitusi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa konsentrasi dopan nitrogen yang ditambahkan juga menentukan model ikatan yang terbentuk antara dopan dengan TiO_2 . Penelitian oleh Chainarong, dkk. (2011) menyatakan pada spektra FTIR serapan dopan nitrogen muncul pada bilangan gelombang 1440 cm^{-1} yang menunjukkan atom nitrogen secara substitusi masuk dalam TiO_2 . Alfina, dkk. (2015) mensintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ menyatakan ikatan TiO_2 dengan nitrogen membentuk ikatan secara intertisi yang terserap pada bilangan gelombang 505,31-680,83 cm^{-1} . Pengaruh variasi dopan tidak dapat diamati secara signifikan dalam spektra FTIR, sehingga untuk memperkuat pengaruh dopan dalam mempengaruhi sifat optis dari suatu fotokatalis akan ditunjukkan pada karakterisasi XRD dan UV-Vis DRS. Perbedaan serapan bilangan gelombang zeolit alam dengan senyawa sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ ditampilkan pada Tabel 4.1.

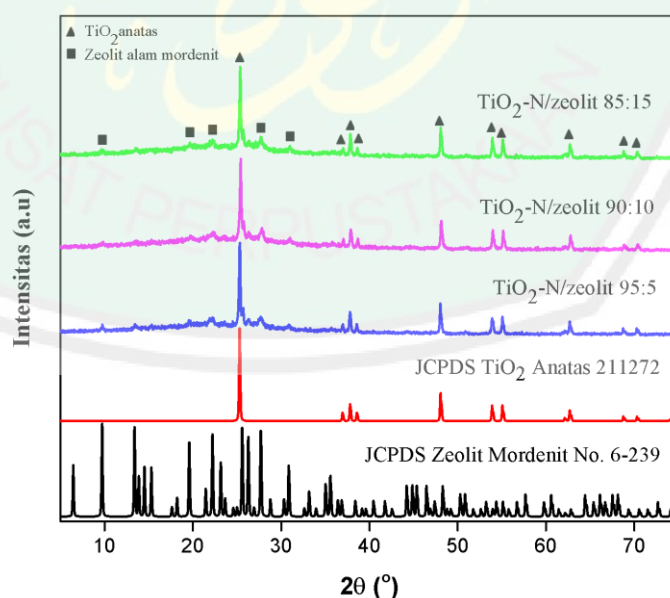
Tabel 4.1 Perbandingan serapan gugus fungsional dari zeolit alam dan TiO₂-N/zeolit

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)			Interpretasi
Zeolit alam	TiO ₂ -N/zeolit	Referensi	
3444	3432-3441	3200-3600	Vibrasi ulur O-H (Ansari, dkk., 2016)
1635	1633-1646	1645-1650	Vibrasi tekuk O-H (Ansari, dkk., 2016)
-	1453-1457	1080-1454	Ikatan TiO ₂ -N substitusi (Yang, dkk., 2010)
1058	1057-1061	1056-1064	Vibrasi ulur asimetri Si-O-Si (Yan, dkk., 2012)
795	-	820-650	Vibrasi ulur simetris eksternal O-Ti-O (T= Si dan Al) (Sene, dkk., 2017)
-	661-685	600-790	Vibrasi ulur Ti-O (Rahman, 2018)
676	-	680-692	Vibrasi ikatan Si-O-Al (Yan, dkk., 2012)
-	566-572	505-680	Ikatan TiO ₂ -N intertisi (Alfina, dkk., 2015)
461	450-460	462	Vibrasi bonding Si-O (Alfina, dkk., 2015)

Gambar 4.3 Spektta FTIR zeolit alam, TiO₂-N/zeolit 95:5, TiO₂-N/zeolit 90:10, dan TiO₂-N/zeolit 85:15

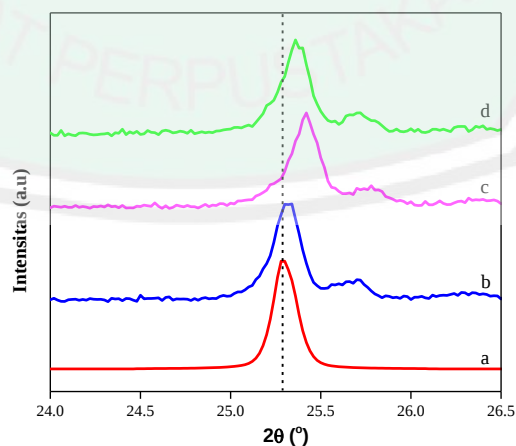
4.3.2 Identifikasi Struktur Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan Difraksi Sinar-X

Identifikasi karakteristik senyawa hasil sintesis menggunakan XRD bertujuan untuk menentukan struktur kristal fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan cara dibandingkan dengan standar dari JCPDS (*Join Committee on Powder Diffraction Standard*). Tingkat keberhasilan dapat dilihat melalui struktur maupun fasa yang dihasilkan pada difraktogram. Hasil karakterisasi XRD dari $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dapat dilihat pada Gambar 4.4. Identifikasi fasa dari $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dilakukan dengan cara membandingkan difraktogram $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan standar TiO_2 anatas (JCPDS No. 211272) yang memiliki puncak 2θ $25,28^\circ$, $36,95^\circ$, $37,80^\circ$, $48,05^\circ$, $53,98^\circ$, $55,06^\circ$, $63,12^\circ$, $62,69^\circ$, $70,31^\circ$, dan $74,03^\circ$. Selain itu sampel juga dibandingkan dengan standar zeolit alam mordenit (JCPDS No. 6-239) yang sudah diimpergnasikan saat proses sintesis.



Gambar 4.4 Spektra XRD TiO_2 -N/zeolit dengan variasi komposisi nitrogen (a) TiO_2 -N/zeolit 95:5 (b) TiO_2 -N/zeolit 90:10 (c) TiO_2 -N/zeolit 85:15

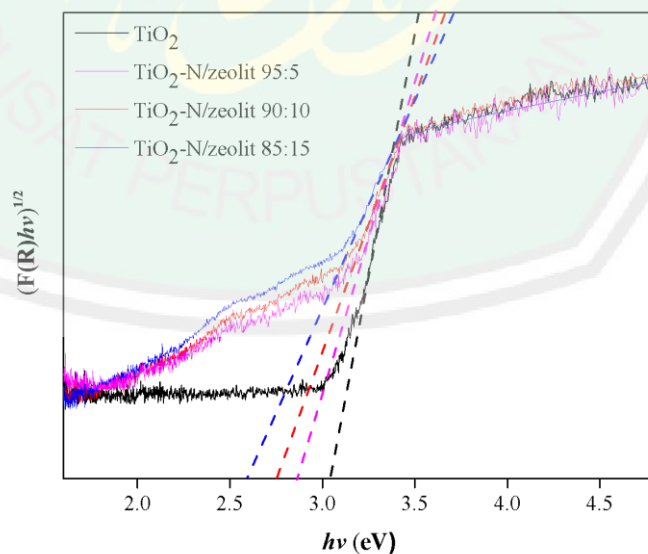
Berdasarkan Gambar 4.4 TiO_2 -N/zeolit komposisi 95:5, 90:10, dan 85:15 memiliki puncak karakteristik dari TiO_2 anatas yaitu pada 2θ 25° , 37° , 38° , 48° , 53° , 55° , 62° , 68° , dan 70° , dengan adanya puncak tersebut sampel hasil sintesis mengandung TiO_2 fase anatas. Selain itu terdapat puncak pada 2θ $9,7^\circ$, $19,6^\circ$, $22,2^\circ$, $27,9^\circ$, dan 31° menunjukkan sampel hasil sintesis mengandung zeolit alam mordenit. Pengaruh dopan dapat diamati pada Gambar 4.5. Dopan nitrogen yang ditambahkan tidak memunculkan puncak baru dalam difraktogram, melainkan menyebabkan pergeseran pada puncak utama pada 2θ 25° . Komposisi 95:5, 90:10, dan 85:15 secara berurutan mengalami pergeseran puncak menjadi $25,32^\circ$; $25,39^\circ$; dan $25,37^\circ$. Sehingga dengan adanya pergeseran puncak menandakan bahwa dopan yang ditambahkan telah masuk dalam kisi TiO_2 . Selain itu adanya dopan tidak merubah fasa dari TiO_2 , hal ini dibuktikan tidak adanya puncak dari rutil pada difraktogram. Penelitian terdahulu oleh Cheng, dkk. (2012) yang menyatakan adanya perubahan puncak disebabkan adanya dopan nitrogen yang sudah masuk dalam kisi TiO_2 baik secara substitusi maupun intertisi.



Gambar 4.5 Pergeseran puncak akibat penambahan dopan (a) TiO_2 anatas (b) TiO_2 -N/zeolit 95:5 (c) TiO_2 -N/zeolit 90:10 dan (d) TiO_2 -N/zeolit 85:15

4.3.3 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi *Band Gap* Menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy*

Karakterisasi UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui energi *band gap* dan daerah serapan sinar senyawa hasil sintesis. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS disajikan pada Gambar 4.6. Berdasarkan spektra tersebut menunjukkan adanya penambahan dopan nitrogen secara signifikan menyebabkan turunnya energi *band gap* dari TiO_2 tanpa dopan. Turunnya energi *band gap* disebabkan karena adanya pencampuran antara orbital sub kulit 2p pada nitrogen dengan orbital sub kulit 2p pada oksigen sehingga akan membentuk *mid gap* di atas pita valensi (Tao, dkk., 2019). Perbedaan penambahan konsentrasi dopan menyebabkan berubahnya pola pencampuran orbital 2p dari N, sehingga energi *band gap* TiO_2 anatase (3,04 eV) > $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 95:5 (2,87 eV) > $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 90:10 (2,76 eV) > $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 85:15 (2,60 eV).

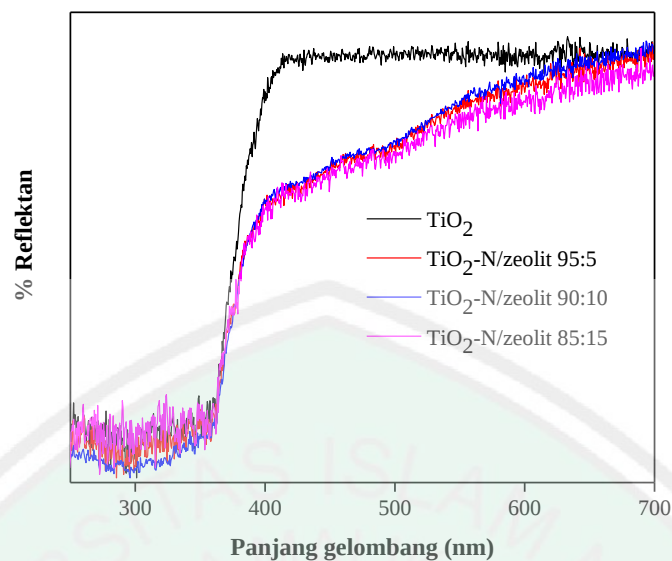


Gambar 4.6 Energi *band gap* TiO_2 tanpa dopan, $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ (95:5, 90:10, 85:15)

Pengaruh dopan terhadap sifat optis suatu fotokatalis dapat ditunjukkan melalui perubahan adsorpsi UV-Vis. Spektra adsorpsi UV-Vis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ ($\text{TiO}_2\text{:N}$ 95:5, 90:10, dan 85:15) ditampilkan pada Gambar 4.7 dengan sumbu Y merupakan nilai panjang gelombang (nm) dan sumbu x merupakan % reflektan. Perbedaan komposisi (95:5, 90:10, dan 85:15) memiliki panjang gelombang yang berbeda signifikan dari TiO_2 anatas tanpa dopan. Serapan panjang gelombang TiO_2 anatas dan senyawa hasil sintesis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 95:5, $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 90:10, $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 85:15 secara berturut-turut yaitu 408 nm, 432 nm, 450 nm, dan 467 nm. Semakin tinggi konsentrasi dopan nitrogen yang ditambahkan menjadikan daerah serapan panjang gelombang meningkat (*red shift*) Tabel 4.2. Hal ini menunjukkan bahwa semakin kecil energi *band gap* suatu fotokatalis maka panjang gelombang akan bergeser ke daerah sinar tampak. Senthilnathan dan Philip (2010) menyatakan tingginya penambahan rasio penambahan N meningkatkan penyerapan pada panjang gelombang dari 400-600 nm. sehingga menjadikan fotokatalis akan memiliki daerah aktivitas yang lebih luas dibandingkan fotokatalis TiO_2 murni.

Tabel 4.2 Nilai energi *band gap* dan serapan panjang gelombang $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

Material	Energi <i>band gap</i> (eV)	Panjang gelombang (nm)
TiO_2	3,04	408
$\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 95:5	2,87	432
$\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 90:10	2,76	450
$\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ 85:15	2,60	467



Gambar 4.7 Panjang gelombang TiO_2 tanpa dopan dan TiO_2 -N/zeolit (95:5, 90:10, 85:15)

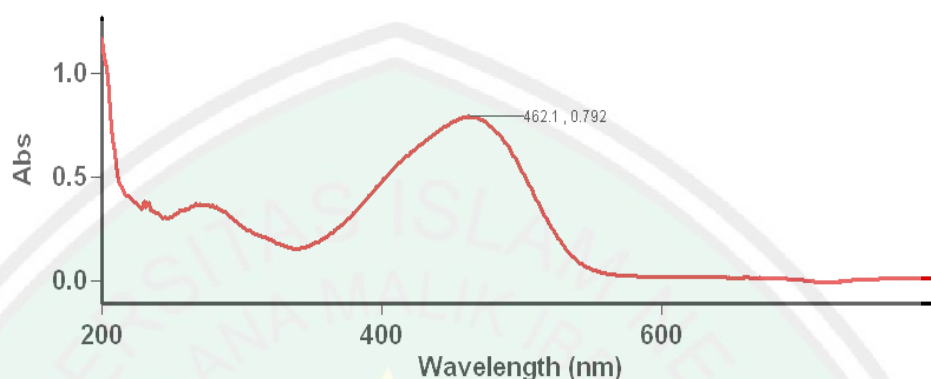
4.4 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO_2 -N/zeolit untuk Mendegradasi Zat Warna

Methyl orange

4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *methyl orange*

Penentuan panjang gelombang maksimum pada penelitian ini dilakukan pada sinar ultraviolet 200 nm sampai sinar tampak 800 nm. Hal ini dikarenakan *methyl orange* merupakan senyawa kompleks yang memiliki kromofor yang memberikan transisi dari π ke π^* sehingga menyerap pada panjang gelombang sekitar 200 nm. Sedangkan sistem tekongjugasi pada benzena dan gugus $\text{N}=\text{N}$ memberikan transisi n ke π^* yang menyerap panjang gelombang di atas 300 nm. (Dachriyanus, 2004). Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan untuk menentukan absorbansi maksimum dari *methyl orange*. Berdasarkan hasil penelitian panjang gelombang maksimum *methyl orange* ditunjukkan pada Gambar 4.8. Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan panjang gelombang maksimum *methyl orange* yaitu 462 nm yang terdapat pada puncak tertinggi dari

spektra. Panjang gelombang maksimum digunakan untuk pengukuran absorbansi kurva standar *methyl orange* sesudah didegradasi.

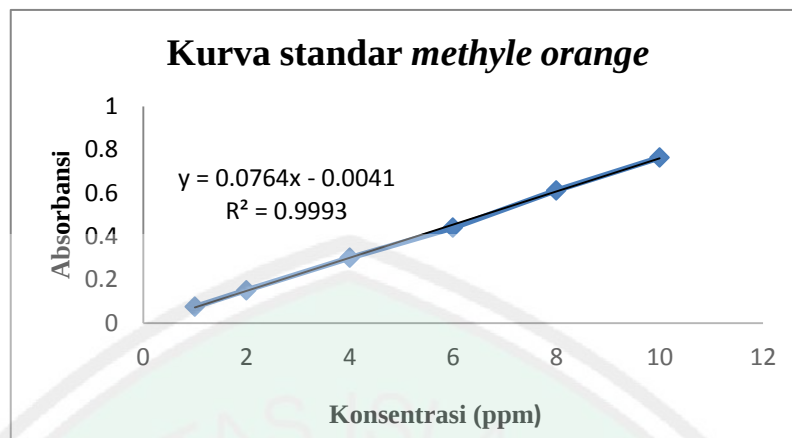


Gambar 4.8 Panjang gelombang maksimum *methyl orange*

4.4.2 Pembuatan Kurva Standar *Methyl orange*

Penentuan kurva standar *methyl orange* dimulai dari pembuatan larutan induk *methyl orange* 100 ppm. Kemudian dari larutan induk tersebut dibuat larutan standar konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Larutan standar diukur absorbansinya menggunakan panjang gelombang maksimum 462 nm dengan menggunakan akuades sebagai blanko.

Hasil nilai absorbansi larutan *methyl orange* dibuat grafik hubungan antara konsentrasi *methyl orange* dengan absorbansi. Sehingga akan menghasilkan persamaan regresi linier yang dinyatakan dalam $y = ax + b$, dengan y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi *methyl orange*. Dari Gambar 4.9 diperoleh persamaan regresi $y = 0,0764x + 0,0041$. Persamaan regresi tersebut digunakan untuk menghitung besarnya *methyl orange* sisa setelah dilakukan degradasi menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$.



Gambar 4.9 Grafik kurva larutan standar *methyl orange*

4.4.3 Pengaruh Komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ terhadap Fotodegradasi *Methyl Orange* menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

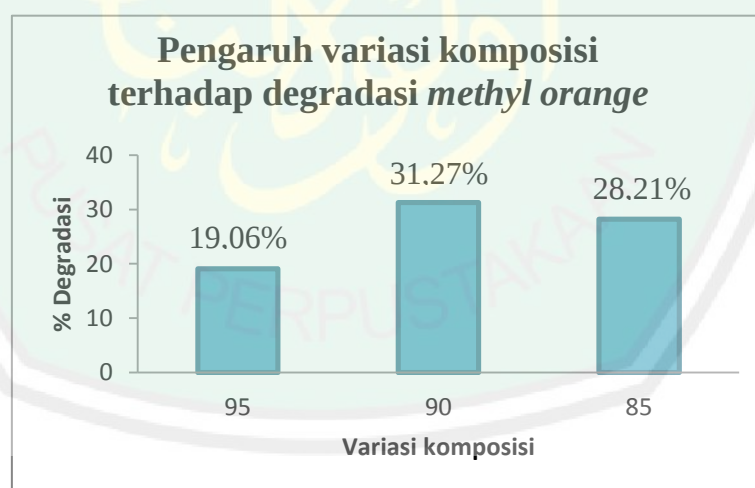
Pada penelitian dilakukan uji fotodegradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan variasi dopan $\text{TiO}_2\text{:N}$ 95:5, 90:10, dan 85:15. Komposisi optimum ditentukan dari turunya konsentrasi *methyl orange* setelah dilakukan fotodegradasi atau dapat ditentukan dari persen degradasi tertinggi dari ketiga komposisi tersebut. Uji aktivitas dilakukan dengan 25 mL *methyl orange* 10 ppm ditambahkan fotokatalis sebanyak 50 mg masing-masing komposisi. Setelah itu dilakukan penyinaran menggunakan lampu UV dalam fotoreaktor selama 100 menit, ketika penyinaran dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 100 rpm. Pengadukan bertujuan agar memaksimalkan proses degradasi.

Larutan *methyl orange* yang sudah didegradasi dimasukkan dalam *makrotube* untuk di *sentrifuge* dengan kecepatan 2000 rpm selama 10 menit untuk mengendapkan fotokatalis. Setelah di *sentrifuge* didapatkan larutan *methyl orange*

yang tidak keruh. Larutan *methyl orange* dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis secara *triplo* pada panjang gelombang 462 nm. Data yang diperoleh yaitu berupa absorbansi dari masing-masing sampel, di mana absorbansi sampel setara dengan konsentrasi sisa dari *methyl orange*. Hasil absorbansi dan persen degradasi dari *methyl orange* dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.10.

Tabel 4.3 Hasil degradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ variasi komposisi

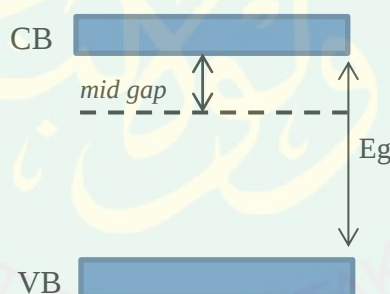
Variasi Komposisi ($\text{TiO}_2\text{:N}$)	Konsentrasi <i>methyl orange</i> (ppm)		% Degradasi
	Sebelum degradasi	Sesudah degradasi	
95 : 5	10	8,09	19,06%
90 : 10	10	6,77	31,27%
85 : 15	10	7,18	28,21%



Gambar 4.10 Grafik pengaruh variasi komposisi terhadap degradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

Hasil penelitian menunjukkan bahwa aktivitas degradasi *methyl orange* sangat dipengaruhi oleh konsentrasi dopan yang ditambahkan dalam TiO_2 . Persen

degradasi naik dari 19,06% menjadi 31,27% dengan meningkatnya konsentrasi nitrogen yang ditambahkan. Hal ini disebabkan dopan nitrogen berfungsi untuk mengurangi rekombinasi elektron dari pita konduksi ke pita valensi, dengan kecilnya rekombinasi pembentukan $\cdot\text{OH}$ akan maksimal dan menyebabkan degradasi yang terjadi semakin efisien (Tao, dkk., 2019). Aktivitas fotodegradasi menurun pada konsentrasi 85:15 menjadi 28,21%, hal ini dikarenakan tingginya dopan nitrogen yang ditambahkan menyebabkan aglomerasi pada permukaan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. Selain itu penurunan persen degradasi pada komposisi 85:15 juga dipengaruhi dari kecilnya energi *band gap*, dengan kecilnya energi *band gap* pembentukan pita baru (*mid gap*) terlalu dekat dengan pita konduksi. Hal ini dapat diilustrasikan pada Gambar 4. 11.



Gambar 4.11 Pembentukan energi *band gap* pada $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ komposisi 85:15

Berdasarkan Gambar 4.11 kecilnya energi *band gap* menyebabkan elektron tereksitasi dengan cepat yang menyebabkan pembentukan $\text{O}_2\cdot^-$. Pembentukan $\text{O}_2\cdot^-$ yang cepat menyebabkan $\text{O}_2\cdot^-$ bereaksi dengan elektron yang terus tereksitasi dan $\text{OH}\cdot$ membentuk H_2O yang tidak bisa mendegradasi *methyl orange* (Du, dkk., 2015). Sehingga dapat disimpulkan ketika energi *band gap* dari

suatu fotokatalis terlalu kecil maka pembentukan $O_2\cdot$ dan $OH\cdot$ tidak maksimal yang menyebabkan turunya aktivitas dari TiO_2 -N/zeolit komposisi 85:15.

4.4.4 Penentuan pH optimum degradasi *Methyl Orange* Menggunakan fotokatalis TiO_2 -N/zeolit

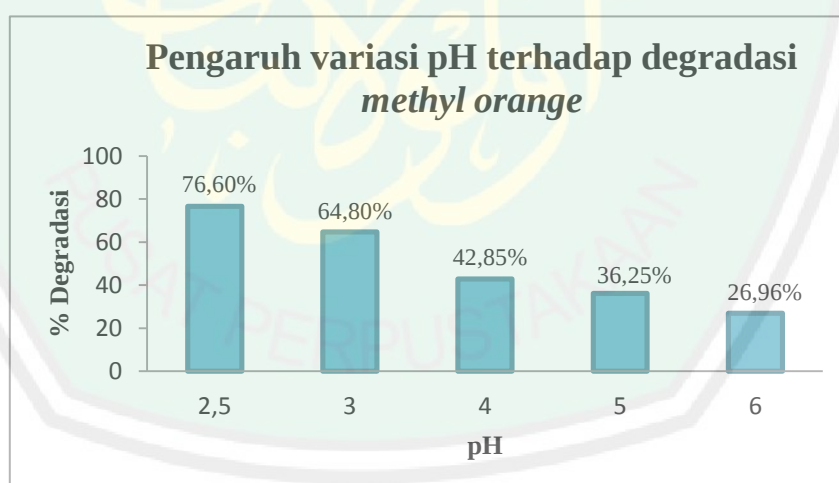
Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas suatu fotokatalis yaitu pH. Penentuan pH optimum dilakukan untuk mengetahui efektivitas degradasi *methyl orange* pada range pH tertentu. Penentuan pH optimum dilakukan menggunakan fotokatalis komposisi 90:10. Tahap awal dari tahap ini yaitu pengaturan larutan *methyl orange* pada pH 2,5; 3; 4; 5; dan 6. Larutan *methyl orange* 10 ppm sebanyak 100 mL dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL untuk diatur pH dengan menambahkan larutan HCl 0,1 M. Pengaturan pH 2,5; 3; dan 4 dilakukan dengan penambahan HCl dalam buret dan dihentikan jika pH sudah mendekati, sedangkan untuk pH 5 dan 6 ditambahkan HCl sedikit demi sedikit. Larutan HCl digunakan saat pengaturan pH karena bersifat stabil saat terjadi proses fotokatalitik, sedangkan jika menggunakan larutan buffer saat pengaturan pH dapat terdegradasi oleh TiO_2 sehingga menyebabkan terganggunya proses degradasi *methyl orange*.

Larutan *methyl orange* yang sudah diatur pH masing-masing dimasukkan dalam gelas kimia sebanyak 25 mL dan ditambahkan 50 mg fotokatalis TiO_2 -N/zeolit. Langkah selanjutnya yaitu dilakukan penyinaran dalam fotoreaktor selama 100 menit dengan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah dilakukan penyinaran, larutan *methyl orange* dimasukkan dalam *makrotube* untuk di *sentrifuge* yang dapat memisahkan larutan *methyl orange* dengan sisa fotokatalis. Pemisahan dilakukan agar proses fotodegradasi tidak berlanjut selain

itu jika masih ada residu fotokatalis dapat mempengaruhi absorbansi. Kemudian larutan *methyl orange* diukur absorbansinya secara *triplo* pada panjang gelombang 462 nm. Hasil persen degradasi dari *methyl orange* pengaruh pH dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.11.

Tabel 4.4 Hasil penentuan pH optimum degradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

Variasi pH	Konsentrasi <i>methyl orange</i> (ppm)		% Degradasi
	Sebelum degradasi	Sesudah degradasi	
2,5	10	2,33	76,60%
3	10	3,52	64,80%
4	10	5,79	42,85%
5	10	6,36	36,25%
6	10	7,30	26,96%



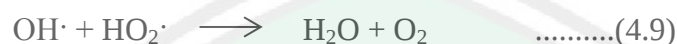
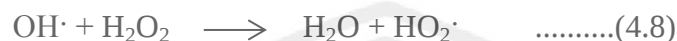
Gambar 4.12 Grafik pengaruh pH terhadap fotodegradasi *methyl orange*

Dari Gambar 4.12 dapat diketahui bahwa degradasi *methyl orange* tertinggi pada pH 2,5 sebesar 76,60%. Hal ini dapat dijelaskan melalui pH_{pzc}, permukaan TiO_2 akan bermuatan positif membentuk TiOH_2^+ saat kondisi asam

(pH < 6,8) sedangkan pada pH basa (pH > 6,8) akan bermuatan negatif TiO^- (Barka, dkk., 2008). Hal tersebut dapat dijelaskan melalui reaksi 4.3 dan 4.4 berikut :



Methyl orange merupakan salah satu zat warna anionik karena mengandung gugus sulfonat yang bermuatan negatif. Ketika pH semakin asam akan menunjukkan aktivitas fotodegradasi yang tinggi yang ditunjukkan pada pH 2,5 dengan persen degradasi sebesar 76, 60% di mana akan terjadi gaya tarik menarik antara permukaan TiO_2 yang bermuatan positif dengan *methyl orange* yang memiliki muatan negatif. Safni, dkk. (2007) menyatakan pada pH asam pembentukan H^+ akan meningkat yang kemudian akan bereaksi dengan O_2^- membentuk H_2O_2 sehingga akan membentuk OH^- , semakin banyak OH^- yang terbentuk akan meningkatkan jumlah radikal hidroksil. Pembentukan radikal hidroksil dari H_2O_2 ditunjukkan pada persamaan 4.5 - 4.9. Persen degradasi semakin menurun seiring bertambahnya pH di mana berdasarkan penelitian persen degradasi terendah pada pH 6 sebesar 26,96%, lemahnya gaya tarik menarik permukaan TiO_2 dengan zat warna menyebabkan rendahnya persen degradasi. Penelitian ini sesuai dengan Hadi dan Wahab (2015) yang menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ untuk mendegradasi *methyle orange* variasi pH 2,5; 3; 4; 7; dan 9 menunjukkan aktivitas optimum pada pH 2,5. Huang, dkk. (2008) juga mendegradasi *methyl orange* menggunakan $\text{TiO}_2\text{-Pt/zeolit}$ optimum pada pH 2,5.



4.5 Pandangan Islam tentang Fotokatalisis sebagai Metode Pengolahan Zat

Warna *Methyl Orange*

Penelitian pemanfaatan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ sebagai material pendegradasi zat warna *methyl orange* terbukti dapat mendegradasi zat warna *methyl orange* menjadi senyawa lebih aman bagi lingkungan. Bentuk usaha untuk mesintesis material tersebut salah satu kunci bahwasannya manusia diberkahi Allah akal dan fikiran atau yang di sebut *ulul albab*. Allah berfirman pada Surah Al Imran ayat 190:

أَنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi dari silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda orang yang berakal*” (Q.S Al Imran ayat 190).

Menurut Tafsir Ibnu Katsir (2004) kata “*ulul albab*” memiliki arti mereka yang mempunyai akal yang bersih yang mengetahui hakikat banyak hal secara nyata. Melalui akal dan fikiran tersebut manusia dapat merenungkan segala ciptaan Allah yang ada di bumi. Bukan hanya cukup merenungkan saja melalui akal dan fikiran tersebut, Allah SWT juga memerintahkan manusia untuk

bertindak atau yang di sebut dengan amal sholeh. Salah satu tindakan amal sholeh yaitu menjaga lingkungan dari polutan limbah. Berdasarkan hasil penelitian fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ memiliki potensi mampu mendegradasi zat warna *methyl orange* menjadi senyawa yang lebih aman bagi lingkungan sehingga dapat mencegah kerusakan lingkungan. Sebagaimana perintah Allah SWT memerintahkan manusia untuk menjaga lingkungan pada Surah Ar Rum 41:

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

Artinya: “Telah Nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar kembali (kejalan yang benar)” (Q.S Ar Rum 41).

Berdasarkan Tafsir Ibnu Katsir (2004) kerusakan alam baik di bumi dan laut merupakan ulah dari tangan manusia, sehingga Allah akan memberikan balasan berupa kekurangan harta, jiwa dan buah-buahan sehingga agar mereka kembali ke jalan yang benar. Makna dari “لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ” agar manusia kembali lagi untuk menjaga lingkungan dari kerusakan. Salah satu untuk upaya menjaga lingkungan agar tidak tercemar yaitu mengolah limbah cair dengan tepat dan efisien.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dikerjakan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Data FTIR menunjukkan adanya dopan nitrogen membentuk ikatan substitusi dan intertisis pada bilangan gelombang $1455\text{-}1457\text{ cm}^{-1}$ dan $566\text{-}572\text{ cm}^{-1}$. Hasil XRD menunjukkan karakteristik kristal TiO_2 pada sampel yaitu anatase. Tidak ditemukan fasa pengotor yang mengindikasikan terbentuknya fasa tunggal $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. Pengaruh dopan N teramati pada pergeseran puncak 2θ $25,28^\circ$. Data UV-Vis DRS menunjukkan energi *band gap* TiO_2 anatase $> \text{TiO}_2\text{-N/zeolit } 95:5 > \text{TiO}_2\text{-N/zeolit } 90:10 > \text{TiO}_2\text{-N/zeolit } 85:15$.
2. Aktivitas fotokatalitik $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ untuk mendegradasi zat warna methyl orange optimum pada komposisi $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit } 90:10$ sebesar 31,27%
3. Aktivitas fotokatalitik $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ secara signifikan dipengaruhi oleh pH aktivitas tertinggi terjadi pada pH 2,5 sebesar 76,60%.

5.2 Saran

1. Perlu adanya karakterisasi lanjut seperti SEM untuk mengetahui perubahan morfologi fotokatalis TiO_2 setelah ditambahkan dopan nitrogen dan diimbangkan pada zeolit.
2. Perlu adanya identifikasi lanjut terhadap *methyl orange* setelah didegradasi sehingga mekanisme lebih jelas antara $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ dengan *methyl orange*.

3. Perlu adanya ketelitian ketika pembuatan kurva standar zat warna terlebih lagi dalam konversi perhitungan dan saat penimbangan
4. Ketika tahap fotodegradasi diusahakan tidak ada sinar yang masuk selain sinar UV dari fotoreaktor.



DAFTAR PUSTAKA

- Ackley, M., Rege, S., dan Saxena, H. 2003. Application of Natural Zeolites in The Purification and Separation of Gases. *MICROPOROUS AND MESOPOROUS MATERIAL*. No. 61. Hal. 25-42.
- ‘Adany, F. 2017. Review: Proses Pengolahan Air Limbah secara Fisika, Kimia dan Biologi. Bandung: Institut Teknologi Sepuluh November.
- Alfina, B., Wardhani, S., dan Triandi, R. 2015. Sintesis TiO_2 -N/zeolit untuk Mendegradasi Metilen Biru. *KIMIA STUDENT JOURNAL*. Vol. 1. No. 1.
- Ansari, S., Sariatun, dan Pardoyo. 2016. Modifikasi Zeolit Alam Menggunakan TiO_2 sebagai Fotokatalis Zat Pewarna Indigo Carmine. *Jurnal Kimia dan Aplikasi*. No. 2. Hal. 68-71.
- A’yun, Q., Baiti, I. F., 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*. Vol.1. No. 1.
- Afrozi, A. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air. *Skripsi*. Jakarta: Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.
- Amalina, E., S., Harjito, dan Priatmoko, S. 2016. Pengaruh Doping-N pada Aktivitas Fotokatalis TiO_2 untuk Mendegradasi *Methyl Orange*. *Indonesian Journal of Cgwmical Science*. Vol. 5.
- Andari, N., dan Wardhani, S. 2014. Fotokatalisis TiO_2 -Zeolit untuk Degradasi Metilen Biru. *Chem. Prog*. Vol. 7. No. 1.
- Andarini, N. R., Wardhani, S., dan Khunur, M. M. 2013. Fotodegradasi Zat Warna Jingga Metil Menggunakan TiO_2 -zeolit dengan Penambahan Anion Anorganik NO_3^- . *Kimia. Student Journal*. Vol. 1. No. 1.
- Andayani, W., Sumartono, A., dan Lindu, M. 2012. Penguraian Zat Organik terlarut dalam Air Tanah secara Fotokatalis menggunakan Lapisan Tipis TiO_2 pada Plat *Stainless Steel*. *Jurnal Ilmiah Apikasi Isotop dan Radiasi*. No.1. Vol.8.
- Ardhiarisca. 2013. Karakterisasi Optik dan Struktur Kristal Film Tipis TiO_2 : Au Ditumbuhkan dengan Metode *Spin Coating*. *Skripsi*. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

- Astuti, dan Ningsi, S. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Titanium Dioksida (TiO_2) Menggunakan Metode Sonokimia. *Jurnal Ilmu Fisika*. Vol. 9 .No. 1.
- Atikah, W. S. 2017. Potensi Zeolit Alam Gunung Kidul Terktivasi sebagai Media Adsorben Pewarna Tekstil. *Arena Tekstil*. Vol. 32. No. 1.
- Barka, N., Assabbane, A., Nonnah, A., Dussaud, J., dan Ichou, Y. 2008. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange with Immobilized TiO_2 Nanoparticles: Effect of pH and Some Inorganik Anion. *Physical Chemistry News*. No. 41. Hal 85-88.
- Chainarong, S., Sikong, L., Pavasupree, S., dan Niyomwas, S. 2011. Synthesis and Characterization of Nitrogen-doped TiO_2 Nanomaterials for Photocatalytic Activities Under Visible Light. *SciVerse ScienceDirect*. Hal. 418-427.
- 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. *SciVerse ScienDirect*. Hal. 598-605.
- Choi, J., Park, H., dan Hoffmann, M. R. 2010. Effects of Single Metal-Ion Doping on the Visible-Light Photoreactivity of TiO_2 . *Phys. Chem*. Vol. 114. Hal 783-792.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi Universitas Andalas.
- Dai, K., Chen, H., Peng, T., Ke, D., dan Yi, H. 2007. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous Suspension of Mesoporous Titania Nanoparticles. *Science Direct*. Hal. 1361-1367.
- Dewi, T. K. 2016. Pengaruh Rasio Reaktan pada Impregnasi dan Suhu Reduksi terhadap Karakter Katalis Kobalt/Zeorlit Alam Aktif. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 22. No. 3.
- Du, X., Du, H., Shi, X., Wang, J., dan He, J., 2015. Photocatalytic Activity of Solar-light-active N-doped TiO_2 by Sol-gel Combustion Method. *Material Science Forum*. Vol. 809-810. Hal. 800-806.
- Dunnill, C. W., Ansari, Z., Kafizaz, A., Perni, S., Morgan, D. J., Wilson, M., dan Parkin, I. P. 2011. Visible Light Photocatalysts-N-doped TiO_2 by Sol-Gel Enhanced with Surface Bound Silver Nanoparticle Island. *Journal Materials Chemistry*. Vol 2.

- Fatimah, I., dan Wijaya, K. 2005. Sintesis TiO_2 /Zeolit sebagai Fotokatalisis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *TEKNOIN*. Vol.10 No.4. Hal. 257-267.
- Fraditsari, R., Wardhani, S., dan Khunur, M. 2015. Degradasi *Methyl Orange* Menggunakan Fotokatalis TiO_2 -N: Kajian Pengaruh Sinar dan Konsentrasi TiO_2 -N. *Kimia. Student Journal*. Vol. 1. No.1.
- Ghoffar, M. A. 2004. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Goldberg, D. E. 2004. *Foundamental of Chemistry*. New York: McGraw Hill Publisher.
- Gurkan, Y., Turkten, N., Hatipoglu, A., dan Cinar, Z. 2012. Photocatalytic Degradation of Cefazolin Over N-doped TiO_2 Under UV and Sunlight Irradiation: Prediction of the Reaction Path Via Conceptual DFT. *Chemical Engineering Journal*. Hal. 113-124.
- Hussein, H., dan Wahab, S. 2015. Visible Light Photocatalytic Decolourization of Methyl Orange Using N-Doped TiO_2 Nanoparticles. *Journal of Al-Nahrain University*. Vol. 18. No. 3.
- Hidayanto, E., Susanto, H., Mukholit, dan Wibowo, S. 2017. Morphology and Degradation Kinetics of N-Doped TiO_2 Nano Particle Synthesized Using Sonochemical Method. *Solid State Phenomena*. Vol. 266.
- Huang, M., Xu, C., Huang, Y., Lin, J., dan Wu, J. 2008. Photocatalytic Discolorization of Methyl Orange Solution by Pt Modified TiO_2 Loaded on Natural Zeolite. *Dyes and Pigments*. Hal. 327-334.
- Karim, S., Pardoyo, dan Subagyo, A. 2016. Sintesis dan Karakterisasi TiO_2 Terdoping Nitrogen (N-Doped) dengan Metode Sol-Gel. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. Vol 2. Hal. 63-67.
- Kim, T. K., Lee, M. N., Lee, S. H. Park, Y. C., Jung, C. K., dan Boo, J. H. 2005. Development of Surface Coating Technology of TiO_2 Powder and Improvement of Photocatalytic Activity by Surface Modification. *Scient Direct*. Hal 171-177.
- Kuo, C., Jheng, H., dan Syu, S. 2019. Effect of Non-metal Doping on the Photocatalytic Activity of Titanium Dioxide on The Photodegradation of Aqueous Bisphenol A. *Enviromental Technology*.
- Kustiningsih, I., Mareta, H., Mustofa, D., Slamet, dan Purwanto, W. W. 2010. Pengaruh Morfologi TiO_2 dan *Dopant* Platina terhadap Produksi Hidrogen dari Air dengan Metode Fotokatalisis. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 14, No. 1.

- Lestari, Y. D., Wardhani, S., Khunur, M. 2015. Degradasi *Methylene Blue* Menggunakan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$. *Kimia Student Journal*. Vol. 1. No. 1.
- Liu, S., Lim, M., dan Amal, R. 2014. TiO_2 -coated Natural Zeolite: Rapid Humic Adsorption and Effective Photocatalytic Regeneration. *Chemical Engineering Science*. Vol. 105.
- Marunung, R., Hasibuan, R., dan Irvan. 2004. Perombakan Zat Warna Azo Reaktif secara Anaerob-aerob, e-USU, Universitas Sumatera Utara: Medan.
- Mehrabadi, Z., dan Faghihian, H. 2018. Elimination of Highly Consumed Herbicide; 2,4-dichlorophenoxyacetic acid from Aqueous Solution by TiO_2 Imregnated Clinoptilolite, Study of Degradation Pathway. *Spectrochimica Acta*.
- Mokhalkar, S. J., dan Ingole, N. W. 2016. Efficiency Evalution of Sonication for Treatment of Waste Water. *International Journal of Innovative and Emerging Research in Engineering*. Vol. 3 .No. 1.
- Munasir, Triwikantoro, Zainuri, M., dan Darminto. 2012. Uji XRD dan XRF pada Bahan Mineral (Batuan dan Pasir) sebagai Sumber Material Cerdas (CaCO_3 dan SiO_2). *Jurnal Penelitian dan Aplikasinya*. Vol. 2. No. 1.
- Muttaqi, M., Birawidha, D. C., Isnugroho, K., Amin, M., Hendronursito, Y., Istiqomah, A. D., dan Dewangga, D. P. 2019. Pengaruh Aktivasi secara Kimia menggunakan Larutan Asam dan Basa terhadap Karakteristik Zeolit Alam. *Jurnal Riset Teknologi Industri*. Vol. 13. No. 2.
- Ngapa, Y. D. 2017. Kajian Pengaruh Asam-Basa pada Aktivasi Zeolit dan Karakterisasinya sebagai Adsorben Pewarna Biru Metilena. *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*. Vol. 2. No. 2.
- Niu, P. 2013. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO_2 Suspension. *Asian Journal of Chemistry*. Vol. 25. No. 2.
- Nolan, N., Synnott, D., Seery, M., Hinder, J., Wassenhoven, A., dan Pillai, S. 2012. Effect of N-Doping on the Photocatalytic of sol-gel TiO_2 . *Journal of Hazardous Materials*. Hal. 88-94.
- Pangabea, S. M. dan Suseno, H. 2002. Degradasi Simulasi Limbah Organik Cair menggunakan Suspensi Fotokatalisis TiO_2 . *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan*. 22-23 Oktober 2002.

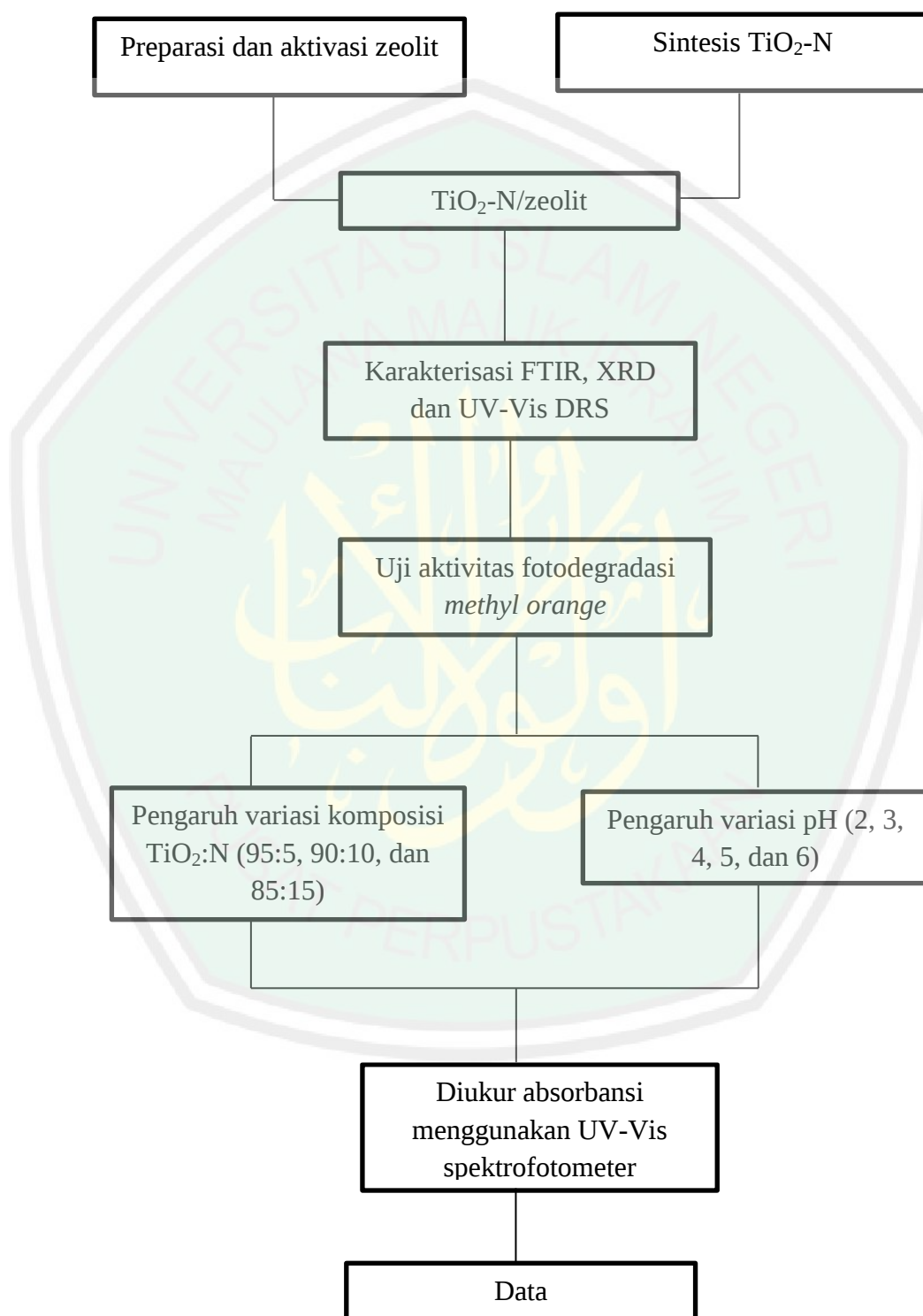
- Panggabean, J., Rohanah, A., Rindang, A., dan Susanto, E. 2013. Uji Beda Ukuran Mesh Terhadap Mutu pada Alat Penggiling Multifuser. *Ilmu dan Teknologi Pangan*. Vol. 1. No.2.
- Poluakan, M. 2015. Aktivitas Fotokatalitik TiO_2 -Karbon Aktif dan TiO_2 -Zeolit pada Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Yellow*. *Jurnal MIPA UNSTRAT*. Vol. 4. No.2.
- Rahma, C. 2018. Efek Doping terhadap Aktivitas Fotokatalis $\text{Na}_2\text{Ti}_6\text{O}_{13}$ dalam Mendegradasi Limbah Cair *Methylene Blue* pada Industri Tekstil. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian pada Masyarakat*. 2 Oktober 2018.
- Rahman, A., Nurjayadi, M., Wartilah, R., Kusrini, E., Prasetyo, E., dan Degermenci, V., 2018. Enhanced Activity of TiO_2 /Natural Zeolite Composite for Degradation of Methyl Orange Under Visible Light Irradiation. *International Journal of Technology*. Hal. 1159-1167.
- Rahman, T., Fadhulloh, M. A., Nandiyanto, A. B. D., dan Mudzkir. 2014. Review: Sintesis Titanium Dioksida Nanopartikel. *Jurnal Integrasi Proses*. Vol. 5. No. 1. Hal 15-29.
- Rashed, M. dan Amin, A. 2007. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO_2 under Different Solar Irradiation Sources. *International Journal of Physical Sciences*. Vol. 2. No.3.
- Rismiati, Z, Yuniati, Y., dan Alfanaar, R. 2016. Penerapan Metode Sonikasi terhadap Adsorpsi Fe(III) pada Zeolit Alam Teraktivasi. *Alchemy Journal of Chemistry*. Vol. 5. No. 2.
- Riyani, K., Setyaningtyas, T., dan Dwiasih, D. W. 2012. Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO_2 -Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari. *Valensi*. Vol.2. No.5.
- Safni, Sari, F., Maizatisna, dan Zulfarman. 2007. Degradasi Zat Warna Methanil Yellow secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO_2 Anatase. Vol. 11 No. 1. Hal. 47-51.
- Salim, S., dan Sundaryanto. 2016. Penambahan pada TiO_2 dan Pengaruhnya pada Energi *Band Gap* TiO_2 sebagai Bahan Pengolahan Limbah. *Prosiding Seminar Nasional Teknologi dan Aplikasi Reaktor Nuklir*. Agustus 2016.
- Saputra, R. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. *Buletin IPT*. Vol. 2 No. 8.
- Sene, R., Moradi, G., dan Sharifnia, S. 2017. Sono-dispersion of TiO_2 Nanoparticles Over Clinoptilolite Used in Photocatalytic Hydrogen

- Production: Effect of Ultrasound Irradiation During Conventional Synthesis Methods. *Ultrasonics Sonochemistry*. Hal. 490-501.
- Senthilnathan, J., dan Philip, L. 2010. Photocatalytic Degradation of Lindane Under UV and Visible Light Using N-doped TiO₂. *Chemical Engineering Journal*. Hal. 83-92.
- Shengmin, S., dan Qian, N., 2011. Kinetics of NitrogenDoped for Degradation of Rhodamine B. *Advanced Materials Research*. Vol. 183-185.
- Sucahya, T. N., Permatasari, N., dan Nandiyanto, A. B. 2016. Review: Fotokatalisis untuk Pengolahan Limbah Cair. *Jurnal Integrasi Proses*. Vol.6. No. 1. Hal 1- 15.
- Supriyanto, E., Holikim, A., dan Suwardiyanto. 2014. Pengaruh *Thermal Annealing* terhadap Struktur Kristal dan Morfologi Bubuk Titanium Dioksida (TiO₂). *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol 15. No 1. Hal. 37-41.
- Suseno, J. T. dan Firdausi K. S. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi. *Berkala Fisika*. Vol. 11. No. 1.
- Tao, X., Mo, W., dan Tong, W. 2019. Effects of N Doping on the Microstructures and Optical Properties of TiO₂. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed*. Vol. 34. No. 1.
- Titdoy, S., Wuntu, A. D., dan Kamu, V. S. 2016. Kinetika Fotodegradasi *Remazol Yellow* Menggunakan Zeolit A Terimpregnasi TiO₂. *Jurnal MIPA UNSRAT*. Vol. 5. No. 1.
- Tjahjanto, R. dan Gunlazuardi, J. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalisis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Makara, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*. Vol 5. No 2. Hal 81-91.
- Trisunaryanti, W. 2018. *Material Katalis dan Karakternya*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono, dan Sugiharto, E. 2006. Preparasi dan Karakterisasi TiO₂-Zeolit Serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik. *Indo. J. Chem*. Vol. 6. No. 3.
- Wahatmanti, F. W., dan Sumarni, W. 2003. Kajian Termodinamika Penyerapan Zat Warna Metil Orange (MO) dalam Larutan Air oleh Kitosan. *Kajian Termodinamika Penyerapan*. Vol. 4. No.2.

- Wardhani, S., Bahari, A., dan Khunur, M. M. 2016. Aktivitas Fotokatalitik *Beads* $\text{TiO}_2\text{-N/Z}$ Zeolit-Kitosan pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembangan, Sumber Sinar dan Lama Penyinaran). *Journal of Enviromental Engineering & Sustainable Technology*. Vol.3. No.2.
- Wardiyati, S., Fisli, A., dan Yusug, S. 2012. Sintesis Nanokatalis TiO_2 Anatas dalam Larutan Elektrolit dengan Metode Sol Gel. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 15.
- Wibowo, S. dan Susanto, H. 2013. Sintesis Nanomaterial TiO_2 menggunakan Metode Sonokimia dan Aplikasinya untuk Fotodegradasi *Methylene Blue*. *Seminar Nasional*. November 2013.
- Widhihati, I. A. G., Diantariani, N. P., dan Nikmah, Y. F. 2011. Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al_2O_3 . *Jurnal Kimia*. Vol. 5. No. 1.
- Widjajanti, E., Tutik, R., dan Utomo, P. 2011. Pola Adsorpsi Zeolit terhadap Pewarna Azo Metil Merah dan Metil Jingga. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan, dan Penerapan MIPA*. Yogyakarta: 14 Mei 2011. Hal. 115-122.
- Windati, W. 2012. Impregnasi Zeolit Alam dengan TiO_2 untuk Degradasi Jingga Metil secara Fotokatalitik. *Skripsi*. Surabaya: Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
- Yan, W., Liu, D., Tan, D., Yuan, P., dan Chen, M. 2012. FTIR Spectroscopy Study of The Structure Changes of Polygonskite Under Heating. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. No. 97. Hal. 1052-1057.
- Yang, G., Jiang, Z. Shi, H., Xiao, T., dan Yan, Z. 2010. Preparation Of Highly Visible-Light Active N-Doped TiO_2 Photocatalyst. *J. Mater. Chem*. Hal. 5301-5309.
- Yener, H., Yilmaz, M., Deliismail, O., Ozkan, S., dan Helvaci, S. 2017. Clinoptilolite supported rutile TiO_2 Composites: Synthesis, Characterization, and Photocatalytic Activity on The Degradation of Terephthalic Acid. *Separation And Purification Technology*. Hal. 173.
- Zhang, H., Sun, L., dan Qinhu, S. 2015. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange Over Nitrogen-doped TiO_2 Prepared by Ultrasonic Method. *International Power, Electronics and Materials Engineering Conference*. Atlantis Press.

LAMPIRAN

Lampiran 1 Kerangka Penelitian



Lampiran 2 Perhitungan Pembuatan Larutan

L.1.1 Menghitung larutan HCl 0,1M

P : 1,19 g/mL

M_r : 36,46 g/mol

$$[\text{HCl } 37\%] = \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,46 \text{ g/mol}} \times \frac{37}{100} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}}$$

$$= 12,06 \text{ M}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2 \qquad M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12,06 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL} \qquad 1 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,3 \text{ mL} \qquad V_1 = 10 \text{ mL}$$

L.1.2 Menghitung larutan induk 1000 ppm

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{\text{mg}}{1 \text{ L}}$$

$$g = 1 \text{ gram}$$

L.1.3 Pengenceran 100 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \times V_2 = 100 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_2 = 10 \text{ mL}$$

L.1.4 Pembuatan larutan kurva standar

a) 1 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

b) 2 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

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

c) 4 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

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

d) 6 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

e) 8 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

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

f) 10 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

L1.4 Larutan sampel *methyl orange* 10 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 10 \text{ ppm} \cdot 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = 50 \text{ mL}$$

Lampiran 3 Perhitungan dalam Sintesis Material TiO₂-N

Diketahui:

$$\text{Mr TiO}_2 : 79,8658$$

$$\text{Mr CH}_4\text{N}_2\text{O} : 60,0551$$

$$\text{Target sintesis} : 5 \text{ gram}$$

L.3.1 Perhitungan massa TiO₂:N

a. Menghitung komposisi 95:5

$$\begin{aligned}\text{Mr TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} &= 47,9 + (16 \times 1,95) + (14 \times 0,05) \\ &= 47,9 + 31,2 + 0,7 \\ &= 79,8 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$\text{Mol TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} = \frac{5 \text{ g}}{79,8 \text{ g/mol}} = 0,0627 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} \times 95\% \\ &= 0,0627 \times 0,95 \\ &= 0,0596 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa TiO}_2 &= \text{mol} \times \text{Mr TiO}_2 \\ &= 0,0596 \text{ mol} \times 79,8658 \text{ g/mol} \\ &= 4,7600 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol Urea} &= \text{Mol TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} \times 5\% \\ &= 0,0627 \text{ mol} \times 0,05 \\ &= 0,0031 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Urea} &= \text{mol} \times \text{Mr CH}_4\text{N}_2\text{O} \\ &= 0,0031 \text{ mol} \times 60,0551 \text{ g/mol} \\ &= 0,1862 \text{ gram}\end{aligned}$$

b. Menghitung komposisi 90:10

$$\begin{aligned}\text{Mr TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} &= 47,9 + (16 \times 1,9) + (14 \times 0,1) \\ &= 47,9 + 30,4 + 1,4 \\ &= 79,7 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$\text{Mol TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} = \frac{5 \text{ g}}{79,7 \text{ g/mol}} = 0,0627 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} \times 90\% \\ &= 0,0627 \text{ mol} \times 0,9 \\ &= 0,0564 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa TiO}_2 &= \text{mol} \times \text{Mr TiO}_2 \\ &= 0,0564 \text{ mol} \times 79,8658 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$= 4,5044 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Urea} = \text{Mol TiO}_{1,9} \text{ N}_{0,1} \times 10\%$$

$$= 0,0627 \text{ mol} \times 0,1$$

$$= 0,0063 \text{ mol}$$

$$\text{Massa Urea} = \text{mol} \times \text{Mr CH}_4\text{N}_2\text{O}$$

$$= 0,0063 \text{ mol} \times 60,0551 \text{ g/mol}$$

$$= 0,3783 \text{ gram}$$

c. Menghitung komposisi 85:15

$$\text{Mr TiO}_{1,85} \text{ N}_{0,15} = 47,9 + (16 \times 1,85) + (14 \times 0,15)$$

$$= 47,9 + 29,6 + 2,1$$

$$= 79,6 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol TiO}_{1,85} \text{ N}_{0,15} = \frac{5 \text{ g}}{79,6 \text{ g/mol}} = 0,0628 \text{ mol}$$

$$\text{Mol TiO}_2 = \text{Mol TiO}_{1,85} \text{ N}_{0,15} \times 85\%$$

$$= 0,0628 \text{ mol} \times 0,85$$

$$= 0,0533 \text{ mol}$$

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

$$= 0,0533 \text{ mol} \times 79,8658 \text{ g/mol}$$

$$= 4,2568 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Urea} = \text{Mol TiO}_{1,85} \text{ N}_{0,15} \times 15\%$$

$$= 0,0628 \text{ mol} \times 0,15$$

$$= 0,0094 \text{ mol}$$

$$\text{Massa Urea} = \text{mol} \times \text{Mr CH}_4\text{N}_2\text{O}$$

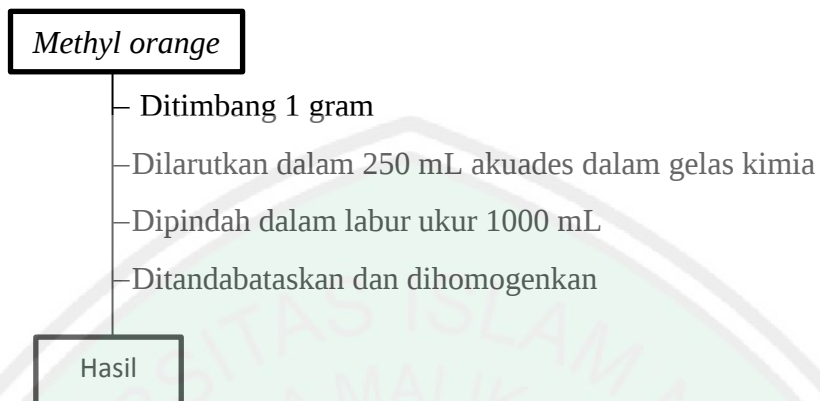
$$= 0,0094 \text{ mol} \times 60,0551 \text{ g/mol}$$

$$= 0,5645 \text{ gram}$$

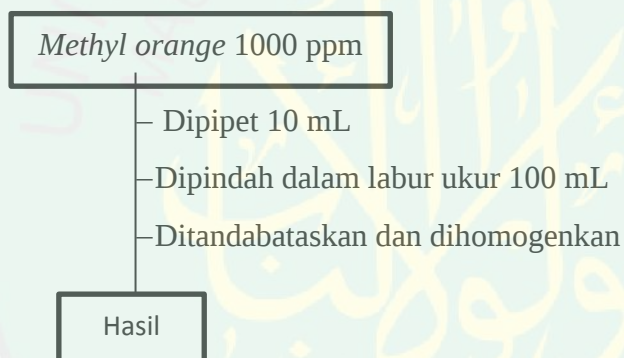
Lampiran 4 Diagram Alir Penelitian

L.4.1 Pembuatan larutan *methyl orange*

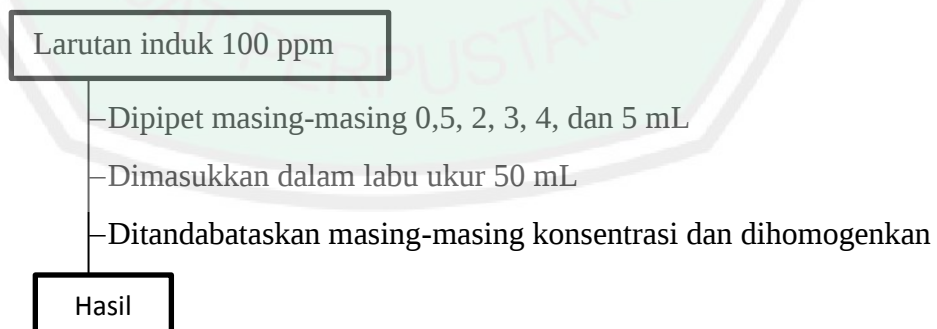
a. Larutan induk *methyl orange* 1000 ppm



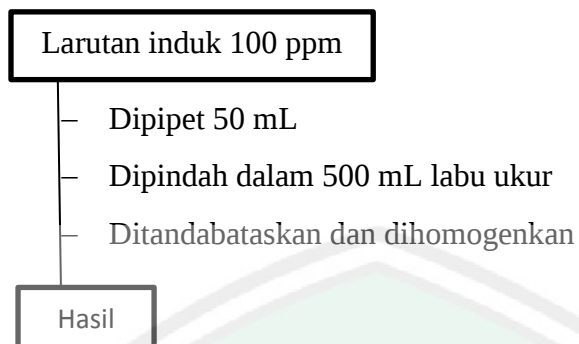
b. Larutan Induk *methyl orange* 100 ppm



c. Pembuatan larutan kurva standar konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm

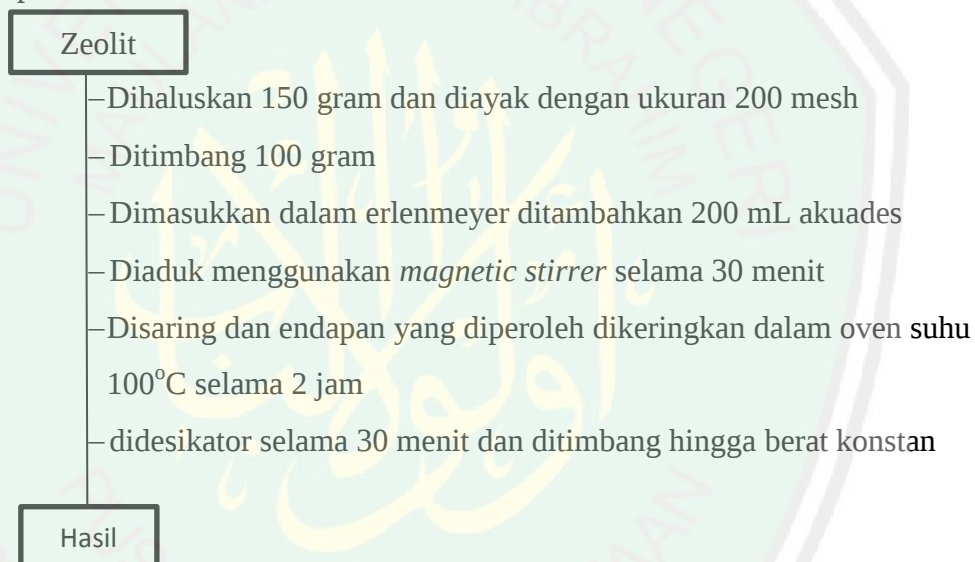


d. Pembuatan larutan sampel *methyl orange*



L.4.2 Pembuatan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

a. Preparasi zeolit



b. Aktivasi zeolit

Zeolit alam preparasi

- Ditimbang sebanyak 30 gram dan direndam dalam HCl 6 M sebanyak 60 mL
- Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam
- Disaring dan dicuci dengan akuades hingga filtrat netral
- Residu zeolit dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada temperatur 100°C
- Dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 500 °C

Hasil

c. Sintesis TiO₂-NTiO₂-N 95:5 90:10 85:15

- Ditimbang 4,85 : 0,19; 4,69 : 0,39; 4,53 : 0,60 gram
- Disuspensikan dalam 10 mL akuaDM
- Dimasukkan dalam sonikator selama 30 menit
- Dioven suhu 110°C selama 3 jam dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam

Hasil

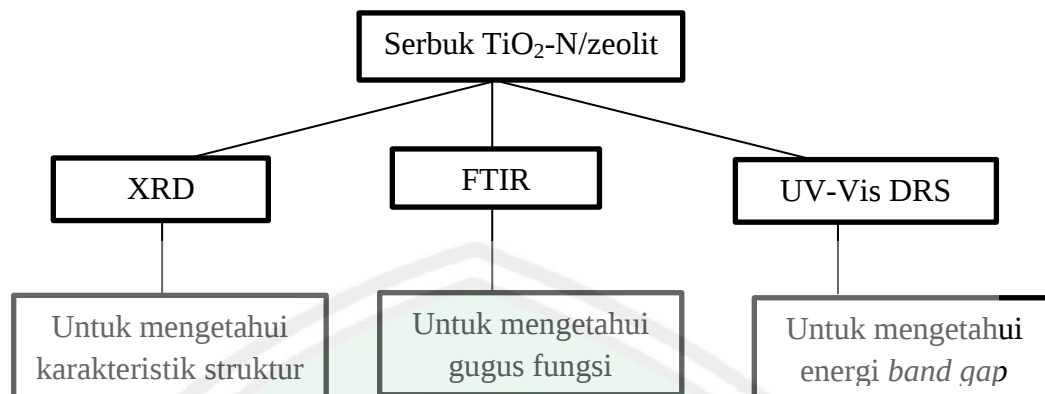
d. Impregnasi zeolit

TiO₂-N : Zeolit

- Ditimbang TiO₂-N 1,8 gram dengan zeolit sebanyak 3 gram
- Ditambahkan etanol 96% 10 mL dalam gelas kimia 250 mL
- Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam
- Dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 110°C
- Dikalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam.

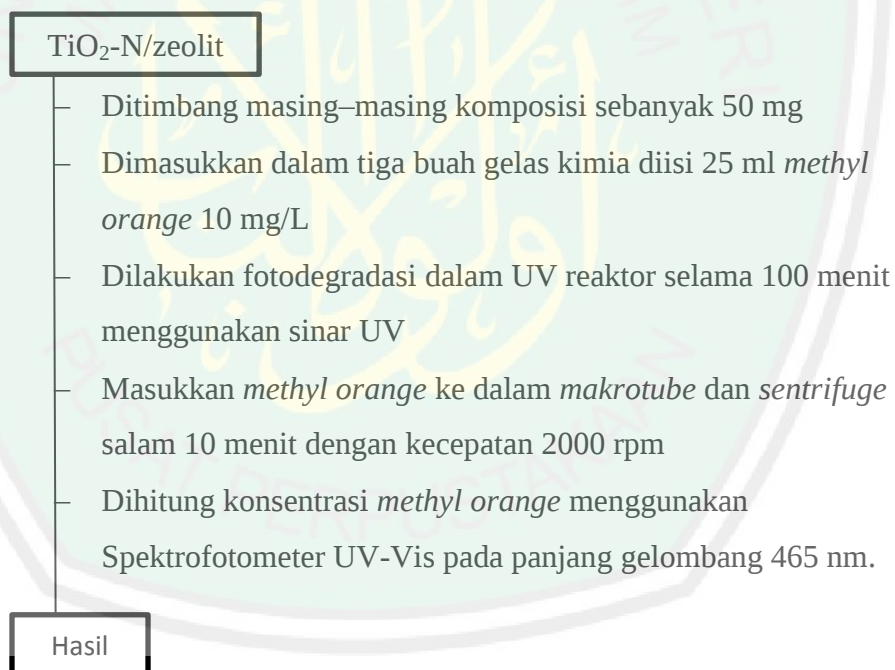
Hasil

L.3.3 Karakterisasi fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$



L.3.4 Uji aktifitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

- a. Pengaruh perbandingan komposisi $\text{TiO}_2\text{:N}$ pada fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ untuk mendegradasi *methyl orange*



- b. Pengaruh pH terhadap fotodegradasi *methyl orange* menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

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

- Dipipet 25 ml *methyl orange* 10 mg/L dan dimasukkan dalam 6 buah gelas kimia
- Diatur pH menggunakan HCl 0,1 M menjadi pH 2,5; 3; 4; 5; dan 6
- Ditimbang $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$ optimum 90:10 sebanyak 50 mg
- Dimasukkan dalam UV reaktor dengan waktu penyinaran selama 100 menit menggunakan sinar UV
- Masukkan *methyl orange* ke dalam makrotube dan sentrifuge selama 10 menit dengan kecepatan 2000 rpm
- Dihitung konsentrasi *methyl orange* menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 465 nm.

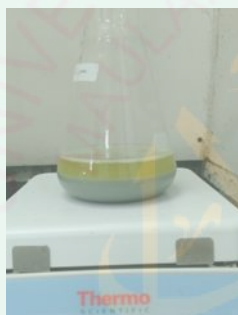
Hasil

Lampiran 5 Dokumentasi Hasil Sintesis dan Uji Fotodegradasi TiO₂-N/zeolit

Zeolit alam dihaluskan



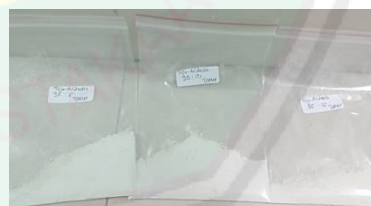
Proses pencucian zeolit alam menggunakan akuades

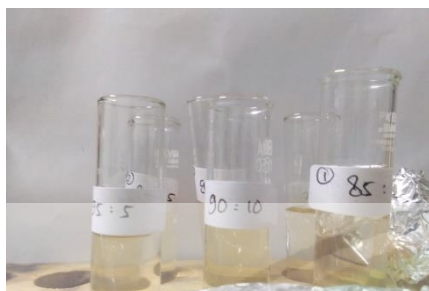


Proses aktivasi zeolit alam menggunakan HCl



Proses penetralan zeolit alam setelah aktivasi

Proses sonikasi TiO₂-NHasil sintesis TiO₂-N/zeolit (95:5, 90:10, dan 85:15)



Hasil degradasi *methyl orange* variasi komposisi (95:5, 90:10, dan 85:15)

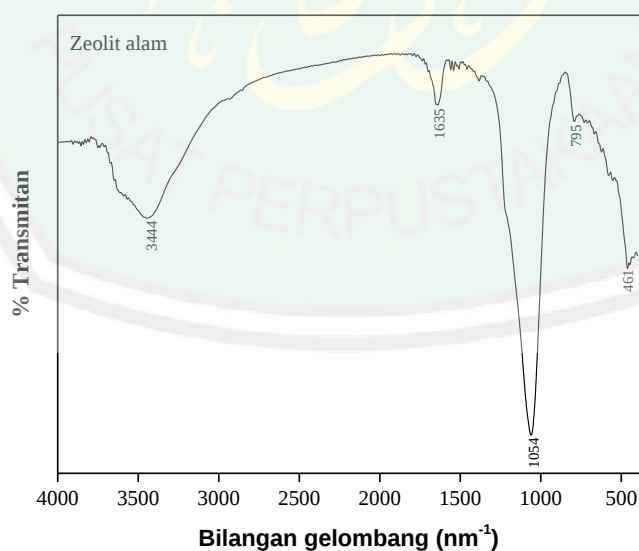


Hasil degradasi *methyl orange* variasi pH 2,5; 3; 4; 5; dan 6

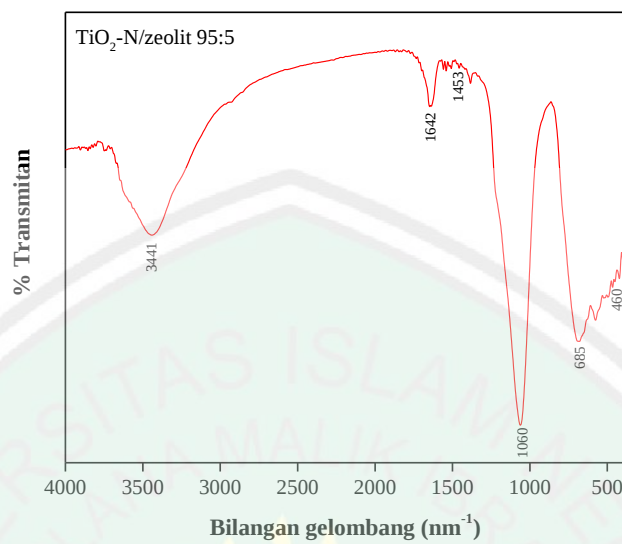
Lampiran 6 Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

L.6.1 Karakterisasi FTIR

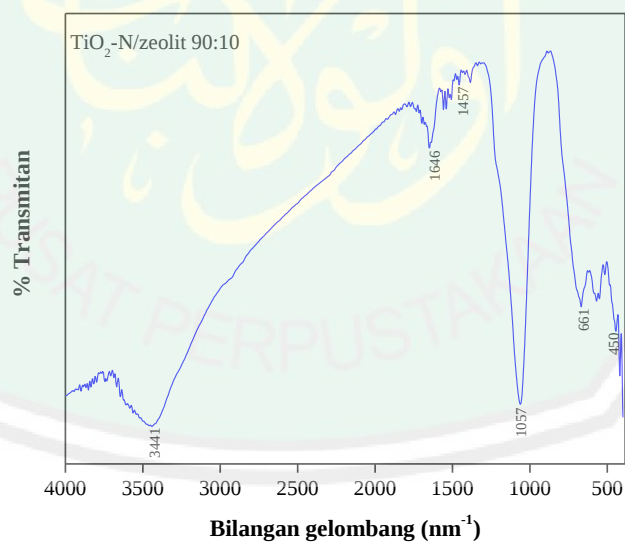
- Zeolit alam



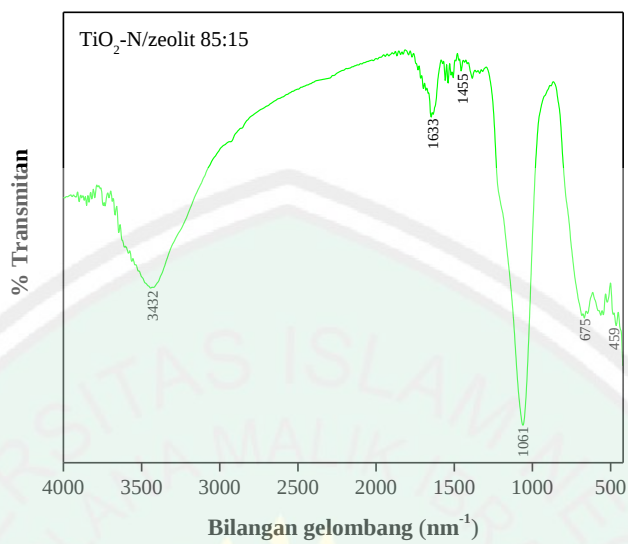
- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 95:5}$



- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 90:10}$

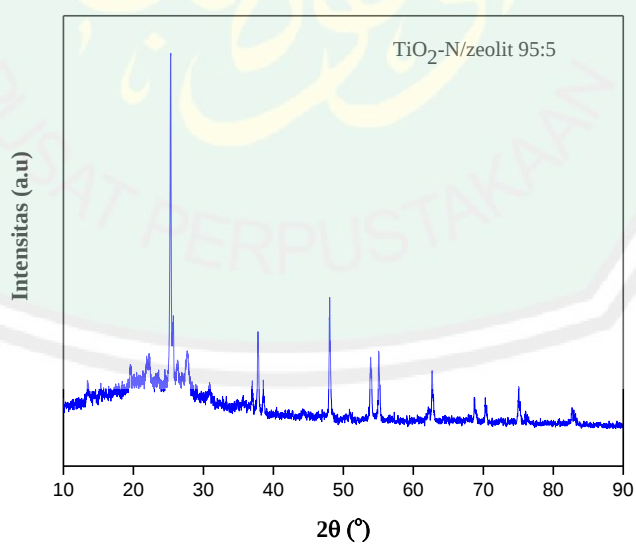


- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 85:15}$

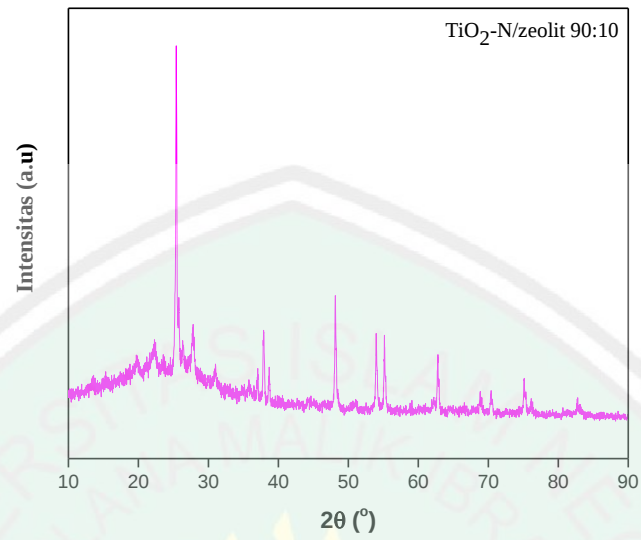


L.6.2 Karakterisasi XRD

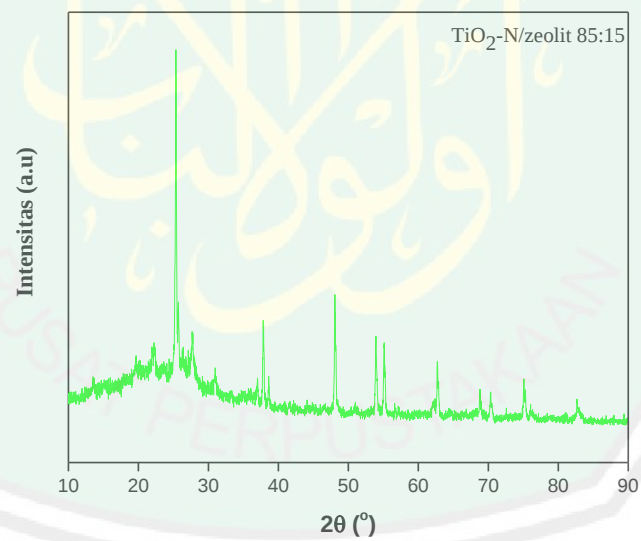
- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 95:5}$



- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 90:10}$

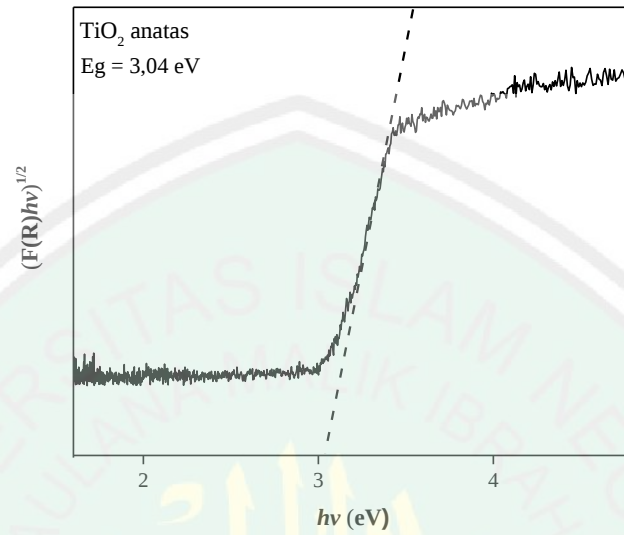


- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 85:15}$



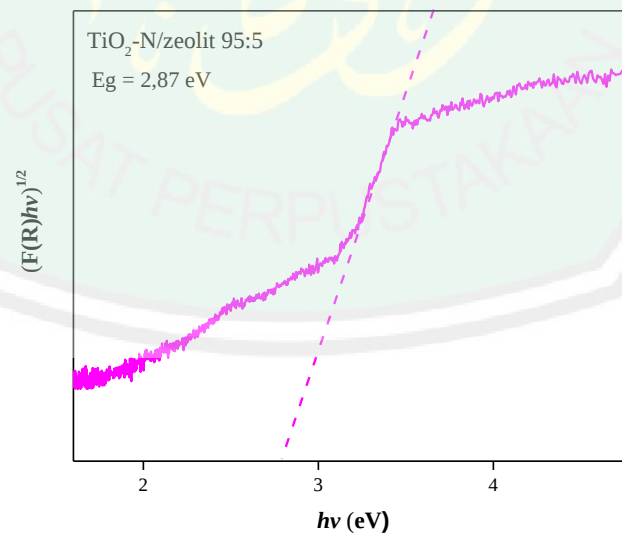
L.6.3. Karakterisasi UV-Vis DRS

- TiO_2 anatas



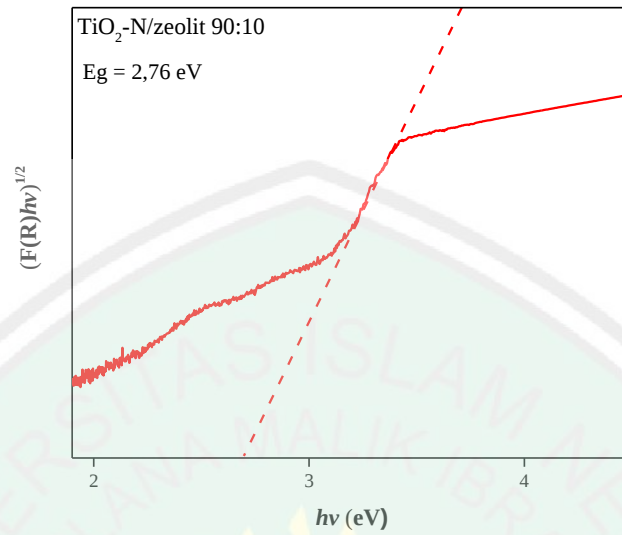
$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,04 \text{ eV}} = 408 \text{ nm}$$

- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 95:5}$



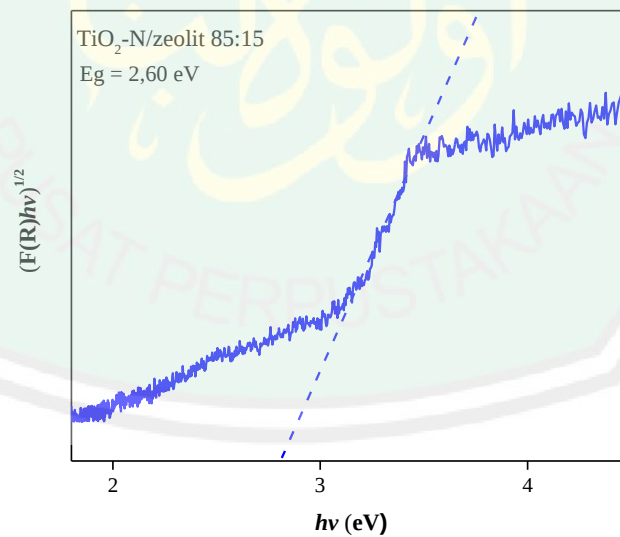
$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,87 \text{ eV}} = 432 \text{ nm}$$

- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 90:10}$



$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,76 \text{ eV}} = 450 \text{ nm}$$

- $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit 85:15}$



$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,60 \text{ eV}} = 467 \text{ nm}$$

Lampiran 7 Pengolahan Data Karakterisasi

L.7.1 FTIR

	A(X1)	B(Y1)	C(Y1)	D(X2)	E(Y2)	F(X3)	G(Y3)	H(X4)	I(Y4)	J(Y4)	K(Y4)	L(Y4)
1	399.26397	51.21147	0.46944	399.26397	54.66947	399.26397	44.2113	399.26397	40.56535	0.43013	0.02406	0.11171
2	401.19278	51.37341	0.47299	401.19278	55.03694	401.19278	45.39877	401.19278	40.84516	0.43856	0.06394	0.12136
3	403.1216	51.49878	0.47574	403.1216	55.40274	403.1216	46.87567	403.1216	41.27862	0.44695	0.11354	0.1363
4	405.05041	51.61065	0.4782	405.05041	55.72923	405.05041	48.51039	405.05041	41.87904	0.45443	0.16844	0.157
5	406.97922	51.65894	0.47925	406.97922	55.97348	406.97922	49.84123	406.97922	42.61782	0.46004	0.21313	0.18247
6	408.90803	51.65759	0.47922	408.90803	55.9673	408.90803	50.7194	408.90803	43.36765	0.45989	0.24263	0.20831
7	410.83684	51.56539	0.4772	410.83684	55.57901	410.83684	50.93634	410.83684	43.78644	0.45097	0.24655	0.22275
8	412.76565	51.48452	0.47543	412.76565	55.06358	412.76565	50.3246	412.76565	43.52442	0.43917	0.22937	0.22406
9	414.69446	51.39555	0.47348	414.69446	54.496	414.69446	49.42307	414.69446	43.50948	0.42615	0.19909	0.2132
10	416.62328	51.24416	0.47016	416.62328	53.85081	416.62328	48.32347	416.62328	42.88493	0.41136	0.16216	0.19167
11	418.55209	51.10152	0.46703	418.55209	53.3169	418.55209	47.5157	418.55209	42.24424	0.39911	0.13503	0.16959
12	420.4809	51.04205	0.46572	420.4809	53.03445	420.4809	47.51816	420.4809	41.9325	0.39264	0.13505	0.15884
13	422.40971	50.98845	0.46455	422.40971	52.94201	422.40971	48.25085	422.40971	42.0226	0.39052	0.15972	0.16195
14	424.33852	50.96624	0.46411	424.33852	53.0196	424.33852	49.42168	424.33852	42.49534	0.3923	0.19904	0.17824
15	426.26733	51.03115	0.46549	426.26733	53.22489	426.26733	50.73007	426.26733	43.17818	0.397	0.24298	0.20178
16	428.19615	51.08041	0.46613	428.19615	53.43539	428.19615	51.7631	428.19615	43.78546	0.40183	0.27768	0.22272
17	430.12496	51.05959	0.46611	430.12496	53.63408	430.12496	52.26647	430.12496	44.25928	0.40639	0.29458	0.23905
18	432.05377	51.10753	0.46716	432.05377	53.79378	432.05377	52.35345	432.05377	44.57148	0.41005	0.29751	0.24981
19	433.98258	51.10219	0.46704	433.98258	53.86143	433.98258	52.19103	433.98258	44.65698	0.4116	0.29205	0.25276
20	435.91139	51.0332	0.46553	435.91139	53.90021	435.91139	51.95616	435.91139	44.67833	0.41267	0.28416	0.2535
21	437.8402	50.95768	0.46387	437.8402	53.95135	437.8402	51.75961	437.8402	44.75002	0.41366	0.27753	0.25697
22	439.76901	50.78185	0.46002	439.76901	53.88006	439.76901	51.50692	439.76901	44.8309	0.41203	0.26907	0.25876
23	441.69783	50.52241	0.45433	441.69783	53.70229	441.69783	51.2108	441.69783	44.9213	0.40795	0.25913	0.26363
24	443.62664	50.33678	0.45026	443.62664	53.48267	443.62664	51.04849	443.62664	45.21485	0.40292	0.25368	0.27199
25	445.55545	50.22542	0.44781	445.55545	53.1404	445.55545	51.03959	445.55545	45.49164	0.39607	0.25338	0.28154
26	447.48426	50.17693	0.44675	447.48426	52.77174	447.48426	51.12389	447.48426	45.76735	0.38661	0.25621	0.29104
27	449.41307	50.25475	0.44846	449.41307	52.602	449.41307	51.34679	449.41307	45.97327	0.39272	0.2637	0.29814
28	451.34188	50.36078	0.45079	451.34188	52.58822	451.34188	51.65251	451.34188	46.04256	0.3824	0.27396	0.30053
29	453.27069	50.33963	0.45032	453.27069	52.6314	453.27069	51.86695	453.27069	45.99632	0.38339	0.28117	0.29893
30	455.1995	50.18785	0.44721	455.1995	52.75268	455.1995	51.04296	455.1995	45.82829	0.38617	0.28372	0.29314

L.7.2 XRD

	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)	E(X3)	F(Y3)	G(X4)	H(Y4)	I(X5)	J(Y5)	K(Y5)	L(Y5)	M(Y5)	N(Y5)	O(Y5)
1	5	600	5	600	5	466.66667	5	458.33333	5	550	0	0	0.04086	0.04819	0.05981
2	5.02	600	5.02	600	5.02	433.33333	5.02	383.33333	5.02	483.33333	0	0	0.03677	0.03735	0.05024
3	5.04	600	5.04	600	5.04	533.33333	5.04	416.66667	5.04	458.33333	0	0	0.04903	0.04217	0.04665
4	5.06	600	5.06	600	5.06	433.33333	5.06	525	5.06	500	0	0	0.03677	0.05783	0.05263
5	5.08	600	5.08	600	5.08	558.33333	5.08	433.33333	5.08	491.66667	0	0	0.05209	0.04458	0.05144
6	5.1	600	5.1	600	5.1	586.66667	5.1	441.66667	5.1	433.33333	0	0	0.05312	0.04578	0.04306
7	5.12	600	5.12	600	5.12	483.33333	5.12	475	5.12	525	0	0	0.0439	0.0506	0.05622
8	5.14	600	5.14	600	5.14	425	5.14	433.33333	5.14	491.66667	0	0	0.03575	0.04458	0.05144
9	5.16	600	5.16	600	5.16	491.66667	5.16	433.33333	5.16	458.33333	0	0	0.04392	0.04458	0.04665
10	5.18	600	5.18	600	5.18	441.66667	5.18	458.33333	5.18	458.33333	0	0	0.03779	0.04819	0.04665
11	5.2	600	5.2	600	5.2	441.66667	5.2	358.33333	5.2	433.33333	0	0	0.03779	0.03373	0.04306
12	5.22	600	5.22	600	5.22	375	5.22	391.66667	5.22	466.66667	0	0	0.02962	0.03855	0.04785
13	5.24	600	5.24	600	5.24	516.66667	5.24	491.66667	5.24	466.66667	0	0	0.04699	0.05301	0.04785
14	5.26	600	5.26	600	5.26	600	5.26	466.66667	5.26	416.66667	0	0	0.0572	0.0494	0.04067
15	5.28	600	5.28	600	5.28	508.33333	5.28	383.33333	5.28	525	0	0	0.04597	0.03735	0.05622
16	5.3	600	5.3	600	5.3	558.33333	5.3	391.66667	5.3	591.66667	0	0	0.05209	0.03855	0.0579
17	5.32	600	5.32	600	5.32	458.33333	5.32	458.33333	5.32	458.33333	0	0	0.03984	0.04819	0.04665
18	5.34	600	5.34	600	5.34	466.66667	5.34	425	5.34	450	0	0	0.04086	0.04337	0.04545
19	5.36	600	5.36	600	5.36	516.66667	5.36	508.33333	5.36	441.66667	0	0	0.04699	0.05542	0.04426
20	5.38	600	5.38	600	5.38	525	5.38	466.66667	5.38	450	0	0	0.04801	0.0494	0.04545
21	5.4	600	5.4	600	5.4	433.33333	5.4	541.66667	5.4	500	0	0	0.03677	0.06024	0.05263
22	5.42	600	5.42	600	5.42	550	5.42	500	5.42	516.66667	0	0	0.05107	0.06422	0.05502
23	5.44	600	5.44	600	5.44	366.66667	5.44	458.33333	5.44	558.33333	0	0	0.0296	0.04819	0.061
24	5.46	600	5.46	600	5.46	483.33333	5.46	433.33333	5.46	475	0	0	0.0429	0.04458	0.04904
25	5.48	600	5.48	600	5.48	558.33333	5.48	483.33333	5.48	408.33333	0	0	0.05209	0.05181	0.03947
26	5.5	600	5.5	600	5.5	508.33333	5.5	541.66667	5.5	416.66667	0	0	0.04597	0.06024	0.04067
27	5.52	600	5.52	600	5.52	483.33333	5.52	433.33333	5.52	541.66667	0	0	0.0429	0.04458	0.05861
28	5.54	600	5.54	600	5.54	441.66667	5.54	441.66667	5.54	425	0	0	0.04903	0.04578	0.04187
29	5.56	600	5.56	600	5.56	508.33333	5.56	483.33333	5.56	466.66667	0	0	0.04597	0.05181	0.04785
30	5.58	600	5.58	600	5.58	391.66667	5.58	375	5.58	583.33333	0	0	0.03166	0.03615	0.04458

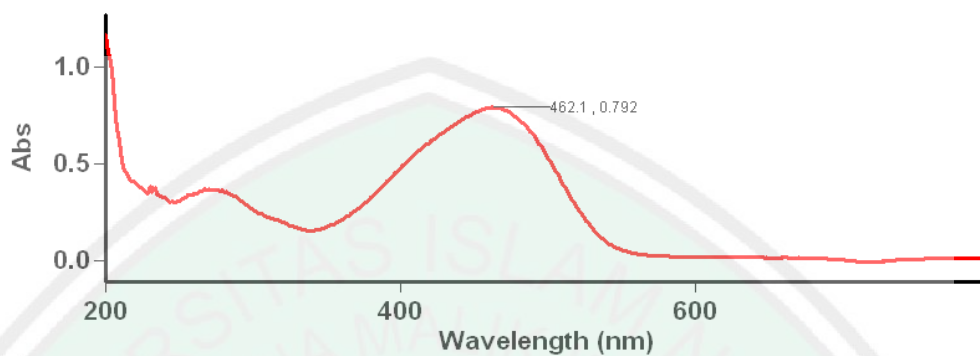
L.7.3 UV-Vis DRS

Wavelength nm.	%K	K	F(R)= (1-R) ² /(2R)	h (eV)	ν=1/λ(nm)	λ = hc/ν (eV)	γ= (R) ² /hν	hν2	hν2.5	hν2.10	hν2.15	Y hν2	Y hν2.5	Y hν2.10	Y hν2.15
800	102.967759	1.02967759	0.000453449	4.13608E-15	3.75E+14	1.551029963	0.026520051	98.246997	99.7757	98.1661	102.968	0.0153	0.00197	0.016	0.02652
799.5	100.239952	1.00239952	2.88576E-06	4.13608E-15	3.75235E+14	1.551999963	0.002116292	99.977933	100.37	96.0197	100.24	1.94E-04	0.00326	0.03436	0.00212
799	100.139692	1.00139692	9.77056E-07	4.13608E-15	3.75469E+14	1.552971177	0.001231803	94.972164	97.4113	92.9798	100.14	0.04318	0.02251	0.05965	0.00123
798.5	99.734506	0.99734506	3.515E-06	4.13608E-15	3.75704E+14	1.553943607	0.002337115	97.038047	96.3543	94.0065	99.7345	0.02571	0.03154	0.05122	0.00234
798	102.917733	1.02917733	0.000438078	4.13608E-15	3.7594E+14	1.554917256	0.026099326	98.649361	102.044	97.2417	102.918	0.01183	0.0182	0.02398	0.0261
797.5	99.154556	0.99154556	3.54366E-05	4.13608E-15	3.76176E+14	1.555892125	0.007425333	96.824496	98.0663	94.4852	99.1546	0.02756	0.01689	0.04728	0.00743
797	97.692829	0.97692829	0.000260011	4.13608E-15	3.76412E+14	1.556868218	0.020119726	97.488138	97.8695	95.2483	97.6928	0.02188	0.0186	0.04092	0.02012
796.5	99.704334	0.99704334	4.358E-06	4.13608E-15	3.76648E+14	1.557845537	0.002605587	96.698053	100.828	96.8614	99.7043	0.02865	0.00793	0.02726	0.00261
796	98.48783	0.9848783	0.000112604	4.13608E-15	3.76884E+14	1.558824083	0.013248767	96.530542	96.9132	93.6133	98.4878	0.03009	0.02683	0.05455	0.01325
795.5	97.883856	0.97883856	0.000219165	4.13608E-15	3.77121E+14	1.559803859	0.018489312	97.328009	101.262	97.1967	97.8839	0.02328	0.01122	0.02441	0.01849
795	99.729029	0.99729029	3.66132E-06	4.13608E-15	3.77358E+14	1.560784968	0.002390508	98.557661	96.5592	92.1856	99.729	0.01265	0.02987	0.06628	0.00239
794.5	96.831737	0.96831737	0.000485993	4.13608E-15	3.77596E+14	1.561767111	0.027550103	96.567821	98.8555	93.7206	96.8317	0.0298	0.01006	0.05372	0.02755
794	100.043731	1.00043731	9.56618E-08	4.13608E-15	3.77834E+14	1.562750592	0.000386647	96.912951	98.5801	93.0251	100.044	0.02686	0.01246	0.05947	3.87E-04
793.5	102.212429	1.02212429	0.000250157	4.13608E-15	3.78072E+14	1.563735312	0.019778248	101.251179	100.597	97.4438	102.212	0.01113	0.0053	0.02231	0.01978
793	100.530819	1.00530819	1.41632E-05	4.13608E-15	3.7831E+14	1.564721274	0.0047076	100.59631	98.4988	98.158	100.531	0.0052	0.01318	0.01614	0.00471
792.5	100.145976	1.00145976	1.067E-06	4.13608E-15	3.78549E+14	1.565700848	0.001292524	99.616712	97.6617	95.5483	100.146	0.00398	0.02045	0.0395	0.00129
792	98.89275	0.9889275	6.06214E-05	4.13608E-15	3.78788E+14	1.566696932	0.009745529	95.527712	95.851	95.3576	98.8928	0.03869	0.03595	0.04012	0.00975
791.5	101.203552	1.01203552	7.32986E-05	4.13608E-15	3.79027E+14	1.567686633	0.010711957	95.536396	98.2094	96.6865	101.204	0.03863	0.01571	0.02885	0.01072
791	99.114095	0.99114095	3.88937E-05	4.13608E-15	3.79267E+14	1.568677585	0.007811001	96.860417	99.5596	93.9078	99.1141	0.02729	0.00389	0.05129	0.00781
790.5	100.095785	1.00095785	4.59178E-07	4.13608E-15	3.79507E+14	1.569669791	0.000848974	98.293029	97.7275	97.2379	100.096	0.01499	0.019	0.02413	8.49E-04
790	98.624002	0.98624002	9.33659E-05	4.13608E-15	3.79747E+14	1.570663253	0.012109763	96.189779	98.3696	94.1418	98.624	0.04159	0.01442	0.05037	0.01211
789.5	101.924744	1.01924744	0.000186797	4.13608E-15	3.79987E+14	1.571657973	0.017225697	97.358224	98.3087	95.652	101.925	0.02311	0.01487	0.0377	0.01723
789	102.801754	1.02801754	0.000403488	4.13608E-15	3.80228E+14	1.572653954	0.025190214	98.144067	100.364	94.6248	102.802	0.0163	0.00323	0.04637	0.02519
788.5	99.157489	0.99157489	3.19420E-05	4.13608E-15	3.80468E+14	1.573651139	0.007089908	97.869316	96.382	95.8825	99.1575	0.01871	0.03151	0.03746	0.00709
788	102.516998	1.02516998	0.000324721	4.13608E-15	3.80711E+14	1.574649708	0.022612434	97.404872	100.074	96.7476	102.517	0.02203	6.60E-04	0.02639	0.02261
787.5	101.483024	1.01483024	0.000111599	4.13608E-15	3.80952E+14	1.575649486	0.015260494	96.642235	99.5379	97.1505	101.483	0.0239	0.00409	0.02493	0.01526
787	100.933488	1.00933488	4.39767E-05	4.13608E-15	3.81194E+14	1.576650534	0.008526819	97.537819	99.1379	97.1901	100.933	0.02159	0.00762	0.0246	0.00853
786.5	99.711453	0.99711453	4.15096E-06	4.13608E-15	3.81437E+14	1.577652854	0.002559056	97.245078	98.86	95.0441	99.7115	0.02413	0.01007	0.04291	0.00256
786	101.016838	1.01016838	5.22237E-05	4.13608E-15	3.81679E+14	1.57865845	0.009079625	97.96769	100.308	95.2211	101.017	0.01787	0.00274	0.04143	0.00908
785.5	101.183112	1.01183112	7.08157E-05	4.13608E-15	3.81922E+14	1.579661324	0.010576619	98.596946	100.501	97.0427	101.183	0.01238	0.00447	0.02509	0.01058

Lampiran 8 Uji Aktivitas $\text{TiO}_2\text{-N/zeolit}$

- Lamdha Maks Metil Jingga 1 ppm

Tanggal Analisa : 10 Agustus 2020



Scan Analysis Report

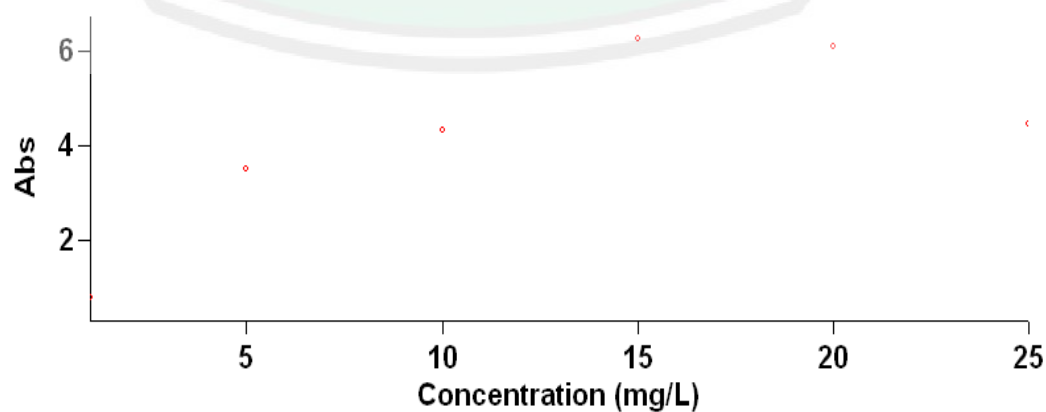
Report Time : Mon 10 Aug 01:41:15 PM 2020
 Method:
 Batch: D:\Amalia\Lamdha Maks Metil Jingga 1 ppm 200-800 nm (10-08-2020).DSW
 Software version: 3.00 (339)
 Operator: Rika

Sample Name: Metil Jingga 1 ppm
 Collection Time 8/10/2020 1:41:36 PM

Peak Table	Peaks
Peak Style	0.0100
Peak Threshold	800.0nm to 199.9nm
Range	

- Penentuan Kurva Standar
Kurva Standar Metil Jingga

Tanggal Analisa : 10 Agustus 2020



Concentration Analysis Report

Report time 8/10/2020 1:44:33 PM
 Method
 Batch name D:\Amalia Firdaus\Kurva Standar Metil Jingga
 (10-08-2020).BCN
 Application Concentration 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 462.1
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Standard/Sample averaging OFF
 Weight and volume corrections OFF
 Fit type Linear
 Min R² 0.95000
 Concentration units mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1038)	462.1

Calibration

Collection time 8/10/2020 1:44:44 PM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						0.7770 0.7775 1.0 0.7774 0.0004 0.05 0.7778
Std 2						3.5663 3.5891 5.0 3.5043 0.1276 3.64 3.3576
Std 3						4.8523 3.8997 10.0 4.3138 0.4883 11.3 4.1895
Std 4						10.0000 4.1356 15.0 6.2671 3.2437 51.7 4.6656
Std 5						4.0662 10.0000 20.0 6.0994 3.3790 55.4 4.2320
Std 6						4.5516 4.2531 25.0 4.4511 0.1714 3.85 4.5485

Calibration eqn Abs = 0.16163*Conc +2.18816
 Correlation Coefficient 0.53599
 Min R2 test failed

Results Flags Legend

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

- Data absorbansi *methyl orange* penentuan komposisi optimum TiO₂-N/zeolit

Variasi Komposisi (TiO ₂ :N)	Absorbansi			Rata-rata absorbansi
	I	II	III	
95 : 5	0,6427	0,6310	0,5693	0,6143
90 : 10	0,5120	0,5353	0,5158	0,5210
85: 15	0,5269	0,5490	0,5573	0,5444

- Data absorpsi *methyl orange* variasi pH

Variasi pH	Absorbansi			Rata-rata absorbansi
	I	II	III	
2,5	0,1658	0,1732	0,1817	0,1736
3	0,2544	0,2628	0,2772	0,2648
4	0,4320	0,4274	0,4381	0,4381
5	0,5022	0,4680	0,4746	0,4816
6	0,5532	0,5321	0,5764	0,5539

- Perhitungan % degradasi *methyl orange* variasi komposisi

Diketahui:

$$\begin{aligned} - y &= 0,0764x - 0,0041 \\ - \text{Abs} &= 0,614 \end{aligned}$$

Ditanya: % degradasi ?

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

$$0,614 = 0,0764x - 0,0041$$

$$0,6181 = 0,0764x$$

$$x = 8,090 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \\ &= \frac{10 \text{ ppm} - 8,090 \text{ ppm}}{10 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 19,06\%. \end{aligned}$$