

**PENGARUH VARIASI pH DAN KONSENTRASI H₂O₂ TERHADAP
PROSES FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA
MENGUNAKAN FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

**Oleh:
HALIMAH AL'ADAWIYYAH
NIM. 17630032**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2022**

**PENGARUH VARIASI pH DAN KONSENTRASI H₂O₂ TERHADAP
PROSES FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA
MENGUNAKAN FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

**Oleh:
HALIMAH AL'ADAWIYYAH
NIM. 17630032**

**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)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2022**

**PENGARUH VARIASI pH DAN KONSENTRASI H₂O₂ TERHADAP
PROSES FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA
MENGUNAKAN FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

Oleh:
HALIMAH AL'ADAWIYYAH
NIM. 17630032

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 21 Juni 2022

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Okky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIP. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui,

Ketua Program Studi



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

**PENGARUH VARIASI pH DAN KONSENTRASI H₂O₂ TERHADAP
PROSES FOTODEGRADASI ZAT WARNA METIL JINGGA
MENGUNAKAN FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

Oleh:
HALIMAH AL'ADAWIYYAH
NIM. 17630032

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 21 Juni 2022**

Ketua Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

()

Anggota Penguji I : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012

()

Anggota Penguji II : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIDT. 19900906 20180201 2 239

()

Anggota Penguji III : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIP. 19890113 20180201 1 244

()

**Mengesahkan,
Ketua Program Studi**

()

Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Nama : Halimah Al'adawiyah
NIM : 17630032
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : "Pengaruh Variasi pH dan Konsentrasi H₂O₂ Terhadap Proses Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam"

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

Malang, 24 Juni 2022
Yang membuat pernyataan,



Halimah Al'adawiyah
NIM.17630032

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Sosok yang sangat luar biasa dan berharga bagi saya, yaitu orang tua, Abah Mokhammad Agus Solkhan dan Umi Mustofiyah yang telah mencurahkan kasih sayang yang tak terhingga kepada saya selama ini dan senantiasa memberikan dukungan dan doa serta pelajaran hidup yang sangat membantu saya dalam menghadapi segala permasalahan dalam hidup.

Adik-adik saya Hasanatul Usna, Muhammad Muthohhar Addamawiy, Muhammad Thohir Azzakiy, Durrotush Sholihah, dan Umamatus Shidqiyya yang saya sayangi dan selalu mewarnai kehidupan saya.

Terakhir untuk diri saya sendiri yang telah berjuang, berusaha melakukan yang terbaik, dan bertahan hingga bisa sampai di titik ini.

MOTTO

"Just Let It Flow and Enjoy Your Life"

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah rabbil'alamin, puji syukur penulis haturkan kehadirat Allah Swt. atas berkah rahmat, hidayah dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pengaruh Variasi pH dan Konsentrasi H₂O₂ Terhadap Proses Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam”**. Shalawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW beserta sahabat-sahabatnya. Penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan, arahan dan keterlibatan berbagai pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc, selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasihat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I, selaku dosen pembimbing II yang selalu memberikan bimbingan dan masukan sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.

6. Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P selaku dosen pembimbing akademik atas setiap bimbingan, motivasi, dan segala masukan selama menjalani perkuliahan.
7. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen penguji skripsi yang telah memberikan banyak masukan dan wawasan.
8. Seluruh dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
9. Seluruh laboran dan staf administrasi Jurusan Kimia atas segala kontribusinya.
10. Orang tua serta keluarga penulis yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
11. Rekan-teman Jurusan Kimia yang telah memberikan semangat, doa, dan motivasinya kepada penulis.
12. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu, yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini.
13. *Last but not least, I wanna thank me, for believing in me, for doing all this hard work, for having no days off, for never quitting, for just being me at all times. Thank you for surviving this far, me and myself.*

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu serta semua pihak yang membantu dalam proses penyelesaian skripsi ini diridhoi oleh Allah Swt. dan dicatat sebagai amal sholeh. Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi penyempurnaan

skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua, khususnya bagi penulis dan bagi pembaca pada umumnya. Amin.

Malang, 20 Mei 2022

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
ABSTRAK	xvi
ABSTRACT	xvii
مستخلص البحث.....	xviii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	8
1.3 Tujuan.....	8
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat.....	9
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	10
2.1 Zat Warna Metil Jingga	10
2.2 Fotokatalitik.....	12
2.3 Material Semikonduktor TiO ₂ Sebagai Fotokatalis.....	14
2.4 Zeolit Alam.....	17
2.5 Sintesis Material TiO ₂ -Zeolit dengan Metode Sonikasi.....	20
2.6 Karakterisasi Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit.....	23
2.6.1 Karakterisasi Menggunakan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	23
2.6.2 Karakterisasi Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	25
2.6.3 Karakterisasi Menggunakan <i>UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS).....	28
2.7 Pengaruh Variasi pH dan Konsentrasi H ₂ O ₂ Terhadap Fotodegradasi Limbah Zat Warna	31
BAB III METODE PENELITIAN	36
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	36
3.2 Alat dan Bahan	36
3.2.1 Alat.....	36
3.2.2 Bahan.....	36
3.3 Rancangan Penelitian	36
3.4 Tahapan Penelitian	37
3.5 Prosedur Penelitian	37
3.5.1 Preparasi Zeolit	37

3.5.2	Aktivasi Zeolit.....	38
3.5.3	Sintesis TiO ₂ -Zeolit.....	38
3.5.4	Karakterisasi TiO ₂ -Zeolit.....	39
3.5.4.1	Karakterisasi dengan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)...	39
3.5.4.2	Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	39
3.5.4.3	Karakterisasi dengan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (UV-Vis DRS).....	40
3.5.5	Pembuatan Larutan Standar dan Sampel Metil Jingga	40
3.5.5.1	Pembuatan Larutan Induk Metil Jingga 100 ppm	40
3.5.5.2	Pembuatan Larutan Standar Metil Jingga	40
3.5.5.3	Pembuatan Larutan Sampel Metil Jingga	41
3.5.6	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga	41
3.5.7	Pembuatan Kurva Standar Metil Jingga.....	41
3.5.8	Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Jingga.....	42
3.5.8.1	Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Jingga dengan Variasi pH.....	42
3.5.8.2	Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Jingga dengan Variasi Konsentrasi H ₂ O ₂	42
3.5.8.3	Uji Efektivitas Fotodegradasi Metil Jingga	43
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	44
4.1	Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam.....	44
4.2	Sintesis Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit Alam	45
4.3	Karakterisasi Material Hasil Sintesis.....	47
4.3.1	Identifikasi Kandungan Unsur Menggunakan XRF.....	47
4.3.2	Identifikasi Struktur Menggunakan XRD	49
4.3.3	Identifikasi Energi Celah Pita Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS	52
4.4	Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit Alam pada Zat Warna Metil Jingga	56
4.4.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga	56
4.4.2	Pembuatan Kurva Standar Metil Jingga.....	57
4.4.3	Penentuan pH Optimum dalam Fotodegradasi Metil Jingga .	58
4.4.4	Penentuan Konsentrasi Optimum H ₂ O ₂ dalam Fotodegradasi Metil Jingga	62
4.4.5	Uji Efektivitas Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga pada Kondisi pH = 2 dan Konsentrasi H ₂ O ₂ Optimum.....	65
BAB V	PENUTUP.....	72
5.1	Kesimpulan.....	72
5.2	Saran	73
DAFTAR PUSTAKA	74	
LAMPIRAN.....	82	

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian.....	82
Lampiran 2. Diagram Alir	83
Lampiran 3. Perhitungan	86
Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian	89
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Material Fotokatalis.....	91
Lampiran 6. Data Hasil Uji Aktivitas Fotodegradasi	101

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbedaan sifat dan karakteristik struktur kristal anatas dan rutil	17
Tabel 2.2	Hasil analisis XRF zeolit alam Bandung sebelum dan sesudah diaktivasi.....	19
Tabel 4.1	Hasil XRF TiO ₂ anatas, zeolit alam teraktivasi dan TiO ₂ -zeolit.....	48
Tabel 4.2	Energi celah pita serta panjang gelombang TiO ₂ anatas dan TiO ₂ -zeolit.....	56
Tabel L.5.2.1	Data XRD TiO ₂ anatas	94
Tabel L.5.2.2	Data XRD zeolit alam teraktivasi	95
Tabel L.5.2.3	Data XRD TiO ₂ -zeolit.....	96
Tabel L.6.3	Data hasil fotodegradasi metil jingga variasi pH	104
Tabel L.6.4	Data hasil fotodegradasi metil jingga variasi H ₂ O ₂	105
Tabel L.6.5	Data hasil kontrol uji fotodegradasi metil jingga.....	107

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kimia metil jingga.....	11
Gambar 2.2	Fotoeksitasi elektron pada semikonduktor	13
Gambar 2.3	Struktur kristal TiO ₂ (a) rutil, (b) anatas, dan (c) brookit.....	15
Gambar 2.4	Struktur zeolit alam modernit	18
Gambar 2.5	Difraktogram XRD zeolit alam Bandung sebelum dan sesudah diaktivasi oleh HCl.....	20
Gambar 2.6	Ilustrasi penurunan ukuran partikel akibat efek kavitasi akustik.....	22
Gambar 2.7	Tiga interaksi utama antara sinar- X dan materi	24
Gambar 2.8	Skema alat XRF	25
Gambar 2.9	Ilustrasi pantulan Bragg oleh atom-atom kristal.....	26
Gambar 2.10	Difraktogram komposit TiO ₂ -zeolit.....	27
Gambar 2.11	Difraktogram (a)zeolit alam, (b)TiO ₂ , dan (c)TiO ₂ -zeolit.....	28
Gambar 2.12	Sampel bubuk dengan orientasi kristal yang random menghasilkan refleksi sinar yang menyebar.....	29
Gambar 2.13	Spektra UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> dari sampel TiO ₂ -P25 dan TiO ₂ -zeolit alam	31
Gambar 4.1	Zeolit alam (a) sebelum diaktivasi dan (b) setelah diaktivasi.....	45
Gambar 4.2	Proses sintesis TiO ₂ -zeolit alam: (a) penggerusan campuran prekursor dan (b) proses sonikasi dengan <i>ultrasonic vibracell</i>	46
Gambar 4.3	Campuran hasil sonikasi (a) sebelum pendiaman dan (b) sesudah pendiaman	46
Gambar 4.4	Sampel (a) TiO ₂ anatas; (b) zeolit teraktivasi; dan (c) TiO ₂ -zeolit	47
Gambar 4.5	Difraktogram zeolit mordenit JCPDS (6-239); TiO ₂ anatas JCPDS (21-1272); TiO ₂ anatas; zeolit alam teraktivasi; dan TiO ₂ -zeolit.....	49
Gambar 4.6	Perbesaran 2θ pada difraktogram TiO ₂ anatas dan TiO ₂ -zeolit	51
Gambar 4.7	Hubungan nilai reflektansi dengan panjang gelombang.....	52
Gambar 4.8	Hubungan faktor Kubelka-Munk ($F(R)$) dengan panjang gelombang.....	53
Gambar 4.9	Hubungan antara $(F(R)*hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita (a) TiO ₂ anatas dan TiO ₂ -zeolit; (b) TiO ₂ anatas; dan (c) TiO ₂ -zeolit	54
Gambar 4.10	Kurva standar larutan metil jingga	57
Gambar 4.11	Mekanisme reaksi degradasi metil jingga.....	59
Gambar 4.12	Hasil uji fotodegradasi metil jingga dengan variasi pH	60
Gambar 4.13	Perubahan struktur metil jingga akibat efek pH	61
Gambar 4.14	Hasil uji fotodegradasi metil jingga dengan variasi konsentrasi H ₂ O ₂	63

Gambar 4.15	Hasil uji efektivitas fotodegradasi metil jingga pada kondisi pH = 2	65
Gambar 4.16	Hasil uji efektivitas fotodegradasi metil jingga menggunakan H ₂ O ₂ konsentrasi optimum	67
Gambar L.4.1	Proses preparasi dan aktivasi zeolit	89
Gambar L.4.2	Proses sintesis TiO ₂ -zeolit alam	89
Gambar L.4.3	Kurva standar metil jingga variasi konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10 ppm	90
Gambar L.4.4	Hasil fotodegradasi metil jingga variasi tanpa pengaturan pH, dan pH 2; 4; dan 6	90
Gambar L.4.5	Hasil fotodegradasi metil jingga variasi tanpa H ₂ O ₂ , dan dengan H ₂ O ₂ 10; 15; 20; 25; dan 30%	90
Gambar L.5.1.1	Hasil analisis XRF TiO ₂ anatas	91
Gambar L.5.1.2	Hasil analisis XRF zeolit alam teraktivasi	92
Gambar L.5.1.3	Hasil analisis XRF TiO ₂ -zeolit alam	93
Gambar L.5.2.1	Difraktogram TiO ₂ anatas	94
Gambar L.5.2.2	Difraktogram zeolit alam teraktivasi	95
Gambar L.5.2.3	Difraktogram TiO ₂ -zeolit alam	96
Gambar L.5.3.1	Nilai energi celah pita TiO ₂ anatas	99
Gambar L.5.3.2	Nilai energi celah pita TiO ₂ -zeolit alam	100
Gambar L.6.1	Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum metil jingga	101
Gambar L.6.2	Hasil pengukuran kurva standar larutan metil jingga	102

ABSTRAK

Al'adawiyah, H. 2022. Pengaruh Variasi pH dan Konsentrasi H₂O₂ Terhadap Proses Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I.

Kata kunci: Fotodegradasi, H₂O₂, metil jingga, pH, TiO₂-zeolit alam.

Limbah cair zat warna seperti metil jingga yang dibuang ke alam dapat menyebabkan kerusakan lingkungan dan ekosistem perairan. Salah satu cara untuk menanggulangi limbah zat warna tersebut adalah menggunakan metode fotokatalitik dengan memanfaatkan cahaya sebagai sumber energi dan material semikonduktor sebagai fotokatalis. Titanium dioksida (TiO₂) fasa anatas menjadi fotokatalis yang sering digunakan karena memiliki kemampuan fotoaktivitas yang tinggi, mampu mengoksidasi polutan organik dan mereduksi ion logam, bekerja pada kondisi reaktif yang relatif ringan, tidak beracun, dan terjangkau. Penggunaan TiO₂ menjadi lebih efisien dengan diimbangkan pada material penyangga seperti zeolit. Di antara beberapa faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik adalah pengaruh pH dan penambahan H₂O₂.

Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji karakteristik TiO₂ yang diimbangkan pada zeolit serta pengaruh variasi pH dan konsentrasi H₂O₂ terhadap proses fotodegradasi zat warna metil jingga dengan menggunakan fotokatalis TiO₂-zeolit alam yang disintesis dengan metode sonikasi. Karakterisasi material dilakukan dengan menggunakan XRF, XRD, dan UV-Vis DRS. Uji aktivitas fotodegradasi dilakukan dengan memvariasikan nilai pH menjadi 2, 4, dan 6, serta konsentrasi H₂O₂ menjadi 10, 15, 20, 25, dan 30%, dalam proses fotodegradasi.

Hasil XRF menunjukkan bahwa terjadi perubahan persentase Ti pada zeolit setelah proses pengembunan yang menunjukkan bahwa TiO₂ telah berhasil diimbangkan pada zeolit. Keberhasilan proses pengembunan TiO₂ pada zeolit alam berdasarkan data XRD diketahui dengan munculnya puncak khas TiO₂ dan zeolit pada difraktogram TiO₂-zeolit. Data hasil UV-Vis DRS menunjukkan adanya penurunan energi celah pita pada TiO₂ setelah diimbangkan pada zeolit, yaitu dari 3,18 menjadi 3,12 eV. Hasil uji fotodegradasi dengan variasi pH diketahui bahwa degradasi 25 mL larutan metil jingga 10 ppm selama 60 menit menggunakan 50 mg fotokatalis TiO₂-zeolit mencapai persen degradasi tertinggi yaitu 51,9066% pada kondisi pH = 2 dengan adanya perubahan struktur serta pergeseran panjang gelombang maksimum. Penambahan H₂O₂ 30% memberikan aktivitas degradasi metil jingga paling optimum dengan persen degradasi sebesar 89,4823%.

ABSTRACT

Al'adawiyah, H. 2022. The Effect of pH Variation and Concentration of H₂O₂ on Methyl Orange Photodegradation Process Using TiO₂-Natural Zeolite Photocatalyst. Undergraduated Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I.

Keywords: H₂O₂, methyl orange, pH, photodegradation, TiO₂-natural zeolite.

Dye-liquid wastes, such as methyl orange, which are released into nature can cause damage on environment and aquatic ecosystems. One of dye-waste treatment methods is photocatalytic using light as an energy source and semiconductors as a photocatalyst. Anatase phase-titanium dioxide (TiO₂), become one of an often used photocatalyst because of its good ability of photoactivity, can be able to oxidize organic pollutants and reduce metal ions, works in relatively mild conditions, non-toxic, and affordable. The use of TiO₂ as a photocatalyst can be more efficient by being attached to a supporting material such as zeolite. Among several factors that affect photocatalyst activity are the effect of pH and the addition of H₂O₂.

This study aims to examine the characteristics of loaded TiO₂ in zeolite and the influence of variation of pH and H₂O₂ concentration on the photodegradation process of methyl orange using TiO₂-natural zeolite photocatalyst synthesized by sonication method. Material characterization was carried out using XRF, XRD, and UV-Vis DRS. The photodegradation activity test was carried out by varying the pH values to 2, 4, and 6, and the H₂O₂ concentration to 10, 15, 20, 25, and 30%, in the photodegradation process.

The XRF results show that there is a change in the percentage of Ti in the zeolite after the loading process, which indicates that TiO₂ has been successfully loaded in the zeolite. The success of the loading process of TiO₂ to natural zeolite based on XRD data is known by the appearance of typical TiO₂ and zeolite peaks on the TiO₂-zeolite diffractogram. The data from UV-Vis DRS showed a decrease in the band gap energy of TiO₂ after being loaded to the zeolite, from 3.18 to 3.12 eV. The results of the photodegradation test with variations in pH showed that the degradation of 25 mL of 10 ppm methyl orange solution for 60 minutes using 50 mg TiO₂-zeolite photocatalyst reached the highest percentage of degradation, which was 51.9066% at pH = 2 with a change in structure and a shift in the maximum wavelength. The addition of 30% H₂O₂ gave the optimum degradation activity of methyl orange with a degradation percentage of 89.4823%.

مستخلص البحث

العداوية، حليلة. ٢٠٢٢. تأثير تباين الأس الهيدروجيني وتركيز البيروكسيد الهيدروجين على عملية التحلل الضوئي لبرتنال الميثيل باستخدام محفز ضوئي الثنائي الأكسيد التيتانيوم- الزيوليت الطبيعي. البحث العلمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الدولة الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: لؤلؤة حميدة عليا الماجستير؛ المشرف الثاني: اوكي باكاس فراستيا الماجستير.

الكلمات الرئيسية: الأس الهيدروجيني، البرتنال الميثيل، البيروكسيد الهيدروجين، التحلل الضوئي، الثنائي الأكسيد التيتانيوم- الزيوليت الطبيعي.

يمكن أن تتسبب النفايات السائلة للأصباغ مثل برتنال الميثيل الذي يتم تصريفه في الطبيعة في إلحاق الضرر بالبيئة والنظم الإيكولوجية المائية. تتمثل إحدى طرق التعامل مع نفايات الصبغة في استخدام طريقة التحفيز الضوئي من خلال استخدام الضوء كمصدر للطاقة ومادة أشباه الموصلات كمحفز ضوئي. أاناتاز ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) هو محفز ضوئي يستخدم غالبًا لأنه يحتوي على نشاط ضوئي عالي، وقادر على أكسدة الملوثات العضوية وتقليل أيونات المعادن، ويعمل في ظروف تفاعلية معتدلة نسبيًا، وغير سام، وبأسعار معقولة. يصبح استخدام TiO_2 أكثر كفاءة من خلال ربطه بمادة داعمة مثل الزيوليت. من بين العديد من العوامل التي تؤثر على نشاط التحفيز الضوئي تأثير الأس الهيدروجيني وإضافة H_2O_2 .

تهدف هذه الدراسة إلى فحص خصائص TiO_2 المحمل في الزيوليت وتأثير الاختلاف في تركيز الأس الهيدروجيني وتركيز H_2O_2 على عملية التحلل الضوئي لصبغة الميثيل البرتنالية باستخدام المحفز الضوئي TiO_2 - الزيوليت الطبيعي المركب بطريقة الصوتنة. تم إجراء توصيف المواد باستخدام XRF و XRD و UV-Vis و DRS تم إجراء اختبار نشاط الحفاز الضوئي بتغيير قيم الأس الهيدروجيني إلى ٢ و ٤ و ٦ وتركيز H_2O_2 إلى ١٠ و ٢٠ و ٢٥ و ٣٠٪ في عملية التحلل الضوئي.

تظهر نتائج XRF أن هناك تغيرًا في النسبة المئوية لـ Ti في الزيوليت بعد عملية التحميل، مما يشير إلى أنه تم تحميل TiO_2 بنجاح في الزيوليت. يُعرف نجاح عملية تحميل TiO_2 إلى زيوليت طبيعي استنادًا إلى بيانات XRD بظهور قمم TiO_2 وزيوليت النموذجية على حيود TiO_2 - زيوليت. أظهرت البيانات المأخوذة من الأشعة فوق البنفسجية - المرئية (DRS) انخفاضًا في طاقة فجوة النطاق لثاني أكسيد التيتانيوم بعد ترسبه على الزيوليت، من ٣،١٨ إلى ١٢،٣ فولت. أظهرت نتائج اختبار التحلل الضوئي مع الاختلافات في الأس الهيدروجيني أن تحلل ٢٥ مل من ١٠ جزء في المليون من محلول برتنال الميثيل لمدة ٦٠ دقيقة باستخدام ٥٠ مجم من المحفز الضوئي TiO_2 - زيوليت وصل إلى أعلى نسبة تحلل، والتي كانت ٥١،٩٠٦٦٪ عند الرقم الهيدروجيني = ٢ مع تغيير في الهيكل وتحول في الطول الموجي الأقصى. أعطت إضافة ٣٠٪ H_2O_2 إلى فعالية التحلل الأمثل لبرتنال الميثيل بنسبة تحلل ٨٩،٤٨٢٣٪.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri tekstil dari tahun ke tahun mengalami peningkatan yang semakin pesat guna memenuhi kebutuhan sandang masyarakat. Penggunaan zat warna dalam industri tekstil menghasilkan limbah cair yang umumnya merupakan senyawa organik. Limbah yang dihasilkan setidaknya mengandung hampir 20% zat warna sisa industri yang terlarut. Kontaminasi dari zat pewarna tersebut menyebabkan perubahan warna pada sumber mata air (Dewi, dkk., 2019). Limbah ini bersifat toksik dan *non-biodegradable*, sehingga dapat memberikan dampak buruk terhadap lingkungan, khususnya lingkungan perairan (Sutisna, dkk., 2017). Salah satu contoh limbah zat warna adalah metil jingga.

Metil jingga merupakan zat pewarna azo anionik dengan stabilitas yang baik dan karakteristik warna khusus (Guo, dkk., 2011). Metil jingga memiliki masa *excited-state* yang sangat pendek dan bersifat stabil dalam sinar tampak maupun sinar ultra violet (UV) (Nam, dkk., 2002). Metil jingga digunakan secara luas dalam industri tekstil, fotografi dan percetakan. Pewarna azo dikenal sebagai karsinogen karena dekomposisinya menjadi amina aromatik (Guivarch, 2004). Keberadaan zat warna azo dalam perairan dapat mengganggu fotosintesis mikroalga karena penetrasi cahaya matahari ke dalam air terhambat. Hal ini akan mengakibatkan ketersediaan oksigen dalam air menjadi berkurang dan pada akhirnya dapat menghasilkan produk berbau tidak sedap akibat aktivitas mikroorganisme anoksik-anaerobik (Silviyanti, 2012).

Karena sifatnya yang toksik dan mutagenik bagi kehidupan, masuknya senyawa azo ke dalam lingkungan dapat menyebabkan pencemaran dan kerusakan lingkungan perairan (Komala, dkk., 2008). Hal tersebut dapat menimbulkan ketidak-seimbangan ekosistem air dan mengancam keberlangsungan hidup biota air, manusia, dan makhluk lainnya (Al-Basthomi, 2016). Firman Allah dalam ar-Rum ayat 41 menegaskan bahwa kerusakan yang ada di muka bumi ini tak lain disebabkan karena perbuatan tangan manusia. Dan setiap kerusakan alam akan memberikan dampak buruk jangka panjang kepada diri manusia sendiri (Safrihsyah dan Fitriani, 2014).

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 sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).” (QS. Al-Rum: 41).

Ayat ini merupakan peringatan Allah Swt. kepada manusia atas perbuatannya. Di mana manusia seringkali berbuat salah dan kerusakan tanpa mereka sadari. Berdasarkan Tafsir Al-Mishbah ulama kontemporer memahami ayat ini sebagai isyarat tentang kerusakan lingkungan. *Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia* yang durhaka. *Fasad* disini dapat berarti bahwa darat dan laut sendiri telah mengalami kerusakan, ketidakseimbangan serta kekurangan manfaat. Laut telah tercemar, sehingga ikan mati dan hasil laut berkurang. Akhirnya keseimbangan lingkungan menjadi kacau. Ibnu ‘Asyur mengemukakan penafsiran bahwa alam raya telah diciptakan Allah dalam satu sistem yang sangat serasi dan sesuai dengan

kehidupan manusia. Tetapi mereka melakukan kegiatan buruk yang merusak, sehingga terjadi kepincangan dan ketidakseimbangan dalam sistem kerja alam.

Kemudian dalam lafadz “*supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali*”, maksud dari akibat perbuatan mereka yakni Allah menguji manusia dengan berbagai ujian sebagai balasan atas perilaku mereka, agar mereka kembali dari berbagai perilaku kemaksiatan yang mereka lakukan (Ghoffar, 2005). Karena kegiatan manusia dalam kehidupan sehari-hari tidak terlepas dari pemanfaatan lingkungan, maka sudah sepatutnya manusia menjaga lingkungan dari berbagai kerusakan (Mustakim, 2017). Sebagai bentuk pengabdianya kepada Sang *Khaliq* manusia berkewajiban terhadap alam untuk melakukan pemeliharaan alam (termasuk pemeliharaan kehidupan diri (*hifdzun nafs*) untuk menjaga keberlangsungan hidup (Ilmi, 2020).

Sejauh ini teknologi pengolahan limbah zat warna telah banyak dikembangkan, di antaranya adalah metode konvensional, adsorpsi dan *advanced oxidation processes* (AOPs). Beberapa metode konvensional untuk mengolah limbah tekstil dinilai tidak menguntungkan karena membutuhkan biaya yang besar dalam penanganannya. Metode adsorpsi dinilai kurang efektif karena zat warna yang diserap akan terakumulasi dalam adsorben sehingga lama-kelamaan akan memunculkan permasalahan baru (Wildan, 2017). Beberapa metode dalam AOPs memerlukan banyak bahan kimia, timbul lumpur (*sludge*), tidak stabil, dan dapat menghasilkan zat yang bersifat karsinogenik (Sholeh dan Setyorini, 2014). Metode fotokatalitik menjadi metode yang menjanjikan dan saat ini banyak

digunakan dalam proses pengolahan beberapa limbah cair industri, termasuk limbah zat warna dari industri tekstil.

Fotokatalitik merupakan metode degradasi senyawa dengan cahaya tampak maupun UV sebagai sumber energinya untuk mengaktivasi katalis dalam proses dekolerasi. Proses fotokatalitik diawali dengan terbentuknya pasangan elektron-*hole* positif (e^- , h^+) dalam partikel semikonduktor. Pasangan elektron-*hole* positif tersebut mengalami reaksi reduksi-oksidasi dan akan menghasilkan oksidator kuat berupa radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) yang dapat mendegradasi polutan organik berbahaya (Dewi, dkk., 2019; dan Naimah, dkk., 2014). Radikal hidroksil merupakan radikal yang paling reaktif di antara jenis radikal lain (Stephanson, dkk., 2003). Zat pencemar yang mengandung karbon, hidrogen, nitrogen, sulfur dan atom halogen akan terdegradasi menjadi CO_2 , H_2O , anion NO_3^- , SO_4^{2-} , dan halida (Riyani, dkk., 2012). Beberapa keuntungan dari metode fotokatalitik di antaranya yaitu proses yang simpel, ramah lingkungan, dapat dilakukan dalam kondisi lingkungan, termasuk oksidator kuat, memiliki sifat inert secara biologis dan kimia, stabilitas terhadap cahaya (fotostabil), terjangkau dan mudah ditemukan, serta tidak larut dalam reaksi (Sutisna, dkk., 2017; Kustiningsih, dkk., 2020).

Semikonduktor merupakan material dengan daya hambat elektrik di antara konduktor dan isolator yang biasanya dicirikan dengan struktur pita elektron (Kaneko dan Okura, 2002). Contoh semikonduktor oksida logam yang dapat digunakan sebagai katalis adalah TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , dan SrTiO_3 (Deka, 2019). Titanium dioksida (TiO_2) fasa anatas menjadi salah satu material semikonduktor yang banyak digunakan sebagai fotokatalis dalam proses degradasi zat warna.

TiO₂ mempunyai energi celah pita sebesar 3,2 eV sehingga cocok digunakan sebagai fotokatalis (Naimah, dkk., 2014). Selain itu TiO₂ mempunyai beberapa kelebihan yaitu kemampuan fotoaktivitas dan kestabilan kimia yang tinggi, mampu mengoksidasi polutan organik dan mereduksi ion logam (Kustiningsih, dkk., 2020), tidak ada atau berhambatan rendah dengan keberadaan ion dalam air, bekerja pada kondisi reaktif yang relatif ringan, tidak beracun dan terjangkau (Naimah, dkk., 2014; Sagita, 2018).

Penggunaan TiO₂ akan lebih efisien jika digunakan bersamaan dengan material penyangga seperti adsorben. Kemampuan fotokatalitik dan kapasitas serapan akan meningkat dengan diembankannya TiO₂ pada material penyangga (Shankar, dkk., 2006). Salah satu adsorben yang banyak digunakan adalah zeolit. Zeolit merupakan senyawa kimia alumina-silikat terhidrat dengan kation golongan alkali (Hartini, 2011). Adanya zeolit membuat penggunaan TiO₂ menjadi lebih ekonomis, lebih mudah ditangani, dan aktivitas fotokatalitik menjadi meningkat karena bahan dapat didispersikan pada zeolit (Naimah, dkk., 2014). Menurut Liu, dkk. (2014) TiO₂ yang diimpregnasi pada zeolit menjadi cenderung lebih mudah dipisahkan dari senyawa yang didegradasi. Semikonduktor TiO₂-zeolit mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya dibandingkan dengan TiO₂ tanpa zeolit. Kustiningsih, dkk. (2020) dalam penelitiannya juga membuktikan bahwa kemampuan TiO₂-zeolit dalam proses fotokatalitik lebih cepat daripada TiO₂ yang tidak diembankan pada zeolit. Zhang, dkk. (2010) dalam penelitiannya menguji kemampuan TiO₂-zeolit dalam mendegradasi metil jingga menggunakan salah satu jenis zeolit yaitu HZSM-5 menunjukkan hasil pendegradasian sebesar 99,5%.

Terdapat beberapa metode sintesis yang dapat dilakukan untuk mensintesis material fotokatalis TiO₂-zeolit seperti metode padatan, impregnasi, sol-gel, dan sonikasi. Salah satu metode yang telah banyak digunakan karena merupakan metode yang sederhana, efektif dan efisien adalah metode sonikasi di mana metode ini memanfaatkan proses kavitasi dalam proses sintesis (Suslick dan Price, 1999). Metode sonikasi memiliki beberapa keunggulan di antaranya adalah reaksi yang cepat, lebih mudah, distribusi atau dispersi nanopartikel yang lebih seragam, stabilitas termal yang baik, serta luas permukaan dan kemurnian fasa yang lebih tinggi. Selain itu metode sintesis sonikasi dapat digunakan untuk mensintesis berbagai oksida dan memecah agregat kristal yang berukuran besar menjadi kecil hingga skala nano (Khafifudin, 2017).

Degradasi fotokatalitik zat warna dipengaruhi oleh beberapa parameter, dua di antaranya adalah variasi pH dan penambahan H₂O₂. Penelitian sebelumnya oleh Andronic dan Duta (2008) tentang pengaruh pH dan H₂O₂ pada fotodegradasi zat warna menunjukkan bahwa nilai pH dan jumlah H₂O₂ dapat mempengaruhi jumlah radikal HO• yang terbentuk. Degradasi metil jingga lebih optimal pada kondisi pH di bawah titik muatan nol TiO₂ (pH 6,25). Untuk 31,25×10⁻⁴ mM zat warna metil jingga yang didegradasi dengan TiO₂ lapis tipis, pH optimal dalam proses degradasi adalah pada pH 5,65. Penelitian Aziztyana, dkk. (2019) juga mendukung hasil serupa di mana degradasi fotokatalitik metil jingga tergantung pada pH larutan dan akan berjalan lebih baik pada zona pH asam, yaitu pada pH 2 untuk 10 ppm larutan metil jingga yang didegradasi menggunakan fotokatalis TiO₂-zeolit dengan sumber sinar UV. Kodom, dkk. (2012) dalam penelitiannya mendegradasi zat warna metil jingga 1 mM menggunakan TiO₂/*stainless steel* dan

sumber sinar UV dengan variasi pH (1; 3; 6.1; 10; 12), melaporkan bahwa pH 1 lebih disukai dalam fotodegradasi metil jingga dengan hasil adsorpsi dan efektivitas yang paling tinggi. Sedangkan konsentrasi H_2O_2 untuk mencapai efisiensi fotodegradasi yang lebih tinggi adalah sebesar 28% (Barka, dkk., 2008). Aziztyana, dkk. (2019) melaporkan konsentrasi H_2O_2 sebesar 12% memberikan persen degradasi yang paling optimum untuk 10 ppm larutan metil jingga dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit. Kodom, dkk. (2012) melaporkan bahwa dengan penambahan H_2O_2 laju diskolorasi metil jingga meningkat. Meskipun demikian meningkatkan konsentrasi H_2O_2 tidak mempengaruhi laju degradasi secara signifikan. Efektivitas fotodegradasi 1 mM metil jingga dicapai dengan penambahan sebanyak 0,20 mM H_2O_2 .

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini dilakukan untuk menganalisis aktivitas fotodegradasi zat warna metil jingga menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit alam. Material fotokatalis akan disintesis dari TiO_2 fasa anatase yang diimbangkan pada zeolit alam melalui metode sonikasi. Untuk memastikan komponen penyusun yang ada dalam material hasil sintesis, akan dilakukan karakterisasi dengan menggunakan *X-ray fluorescence* (XRF). Karakterisasi struktur kristal fotokatalis dilakukan dengan *X-ray diffraction* (XRD). Sedangkan untuk mengetahui perubahan energi celah pita digunakan spektrofotometer UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS). Efektivitas kemampuan fotodegradasi material TiO_2 -zeolit diukur dengan dua parameter berpengaruh yaitu efek pH dan konsentrasi H_2O_2 .

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

- a. Bagaimana karakteristik TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit alam?
- b. Bagaimana pengaruh variasi pH dan konsentrasi H_2O_2 dalam proses pendegradasian zat warna metil jingga dengan fotokatalis TiO_2 -zeolit alam?

1.3 Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah maka penelitian ini memiliki tujuan yaitu:

- a. Mengetahui karakteristik TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit alam.
- b. Mengetahui pengaruh variasi pH dan penambahan H_2O_2 dalam pendegradasian zat warna metil jingga menggunakan fotokatalis TiO_2 -Zeolit alam.

1.4 Batasan Masalah

Batasan-batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Sampel zat warna yang digunakan adalah zat warna metil jingga sintetik.
- b. Prekursor yang digunakan adalah TiO_2 anatas bubuk dan zeolit alam Bandung.
- c. Sintesis TiO_2 -zeolit alam dilakukan dengan metode sonikasi.
- d. Karakterisasi unsur penyusun fotokatalis dilakukan dengan instrumen XRF.
- e. Karakterisasi struktur dilakukan dengan instrumen XRD.
- f. Karakterisasi energi celah pita dengan instrumen UV-Vis DRS.
- g. Variasi pH untuk uji aktivitas fotodegradasi adalah pH 2, 4, dan 6.

- h. Variasi penambahan H_2O_2 pada uji aktivitas fotodegradasi adalah pada konsentrasi 10, 15, 20, 25 dan 30%.
- i. Proses degradasi metil jingga menggunakan reaktor UV dan uji aktivitas menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai karakteristik material fotokatalis TiO_2 -zeolit alam yang disintesis melalui metode sonikasi dan aktivitas fotodegradasinya dalam mendegradasi zat warna metil jingga disertai dengan variasi pH dan konsentrasi H_2O_2 .

BAB II

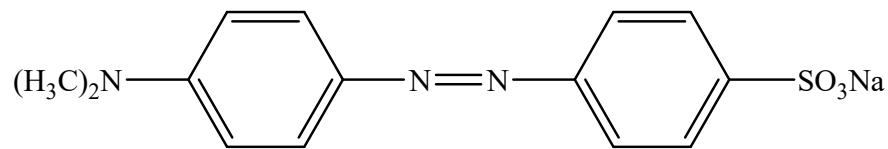
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zat Warna Metil Jingga

Zat warna merupakan suatu golongan besar senyawa organik yang digunakan di berbagai bidang seperti pada makanan, tekstil, kosmetik dan proses-proses kimia. Hanya sekitar 5% dari zat warna yang digunakan dalam proses pewarnaan sedangkan 95% sisanya dibuang sebagai limbah. Hal tersebut dapat merusak keseimbangan ekosistem lingkungan yang salah satu tandanya dapat dilihat dari matinya organisme perairan di sekitar lokasi pembuangan limbah (al-Kdasi, dkk., 2004). Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tak jenuh dengan gugus kromofor yang merupakan molekul menjadi berwarna dan gugus auksokrom yang berperan sebagai pengikat warna dengan serat (Manurung, dkk., 2004). Menurut Thomas, dkk. (2007) zat warna organik secara garis besar digolongkan menjadi dua golongan yaitu zat Azoic dan zat warna Anthraquinon. Zat warna Azoic memiliki karakteristik ikatan Azo ($N=N$) yang terhubung dengan cincin aromatik atau heterosiklik. Beberapa zat warna Azoic yang banyak dipakai industri tekstil adalah *methylene orange*, *methylene yellow*, *methyl red*, dan *methanil yellow* (Nugroho dan Fajriati, 2017).

Zat warna metil jingga merupakan kelompok zat warna azo yang banyak digunakan dalam pewarnaan di dunia industri kain. Gugus azo yang terdapat dalam metil jingga merupakan zat warna sintetis yang paling reaktif dalam proses pencelupan bahan tekstil (Endang, dkk., 2011). Struktur zat warna metil jingga dapat dilihat pada Gambar 2.1. Metil jingga mempunyai rumus molekul $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ dengan berat molekul 327,33 g/mol serta memiliki kelarutan

yang rendah dalam air. Metil jingga memiliki gugus kromofor azo (N=N) yang berikatan dengan gugus aromatik. Panjang gelombang maksimum larutan metil jingga adalah sekitar 460 nm (Kuo, 1992; Oakes dan Gratton, 1998).



Gambar 2.1 Struktur kimia metil jingga (Silviyanti, 2012).

Salah satu upaya untuk menanggulangi kerusakan lingkungan perairan akibat limbah zat warna adalah dengan metode fotodegradasi zat warna. Beberapa penelitian mengenai fotodegradasi zat warna metil jingga telah banyak dilakukan. Wardhani, dkk. (2015) dalam penelitiannya menyatakan bahwa sebanyak 25 mL metil jingga 15 mg/L dapat didegradasi menggunakan fotokatalis Fe_2O_3 -zeolit dengan kemampuan degradasi sebesar 52,54% pada kondisi optimum; yaitu dengan konsentrasi Fe(III) adalah 40 mmol/g zeolit, lama penyinaran selama 60 menit, dan pada kondisi pH 2. Ramadhana, dkk. (2013) melaporkan bahwa TiO_2 -zeolit hasil sintesis dan impregnasi TiO_2 anatas pada zeolit alam teraktivasi asam dapat mendegradasi zat warna metil jingga sebesar 83,12% dengan konsentrasi persulfat 12.000 mg/L selama 100 menit dan menggunakan 75 mg fotokatalis TiO_2 -zeolit. Sementara itu Huang, dkk. (2007) berhasil mendegradasi zat warna metil jingga menggunakan TiO_2 yang didopan dengan Pt dan diimbangkan pada zeolit dengan aktivitas degradasi sebesar 86,20% dengan massa optimum Pt sebesar 1,5 % (b/b).

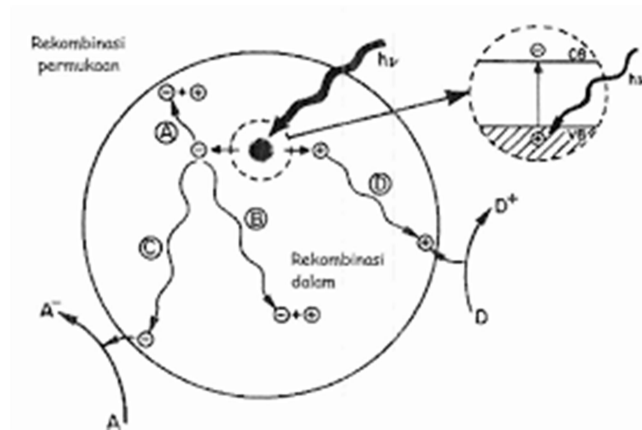
2.2 Fotokatalitik

Fotokatalitik merupakan salah satu cara yang dapat digunakan dalam upaya pemulihan dan penanggulangan lingkungan. Fotokatalitik mengkombinasikan proses fotokimia dan katalis, di mana suatu reaksi fotokimia dipercepat dengan katalis (Rohman, 2015). Fotokimia atau fotoreaksi adalah suatu reaksi yang membutuhkan cahaya sebagai pemicunya. Sedangkan katalis merupakan suatu materi atau substansi yang dapat mempercepat suatu reaksi kimia tanpa ikut bereaksi, dalam kata lain jumlah katalis adalah sama baik di awal reaksi maupun di akhir reaksi. Katalis yang berperan dalam proses fotokatalitik disebut fotokatalis (Afrozi, 2010).

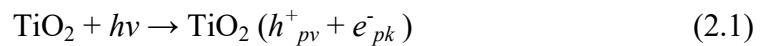
Fotokatalitik memanfaatkan cahaya tampak maupun UV untuk mengaktifkan katalis yang kemudian akan bereaksi dengan senyawa kimia yang berada pada katalis atau berada di dekat permukaan katalis (Palupi, 2006). Induksi oleh sinar atau cahaya tersebut akan menimbulkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Proses ini mengakibatkan terbentuknya *hole* yang akan bereaksi dengan molekul H_2O untuk menghasilkan radikal hidroksil (Andayani dan Sumartono, 2007).

Proses terjadinya fotokatalitik pada bahan organik dan anorganik oleh semikonduktor diawali dengan pembentukan elektron (e^-) dan *hole* (h^+) di dalam partikel semikonduktor. Ketika suatu semikonduktor tipe n dikenai cahaya dengan energi yang sesuai atau melebihi perbedaan E_g dari semikonduktor, maka elektron akan bergerak pindah dari pita valensi (*valence band*, atau VB) ke pita konduksi (*conduction band*, atau CB), dan akan meninggalkan lubang positif (*hole*) pada

pita valensi (Gunlazuardi, 2001). Gambaran proses eksitasi elektron dan persamaannya dapat dilihat pada Gambar 2.2 dan persamaan 2.1.



Gambar 2.2 Fotoeksitasi elektron pada semikonduktor (Linsebigler, dkk., 1995).

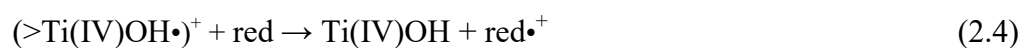


Peristiwa eksitasi elektron ini kemudian diikuti oleh beberapa proses selanjutnya (Silviyanti, 2012), yaitu:

- Kombinasi ulang elektron dan *hole* di dalam semikonduktor (B) atau di permukaannya (A), yang masing-masing disertai dengan pembebasan energi panas.



- Inisiasi reaksi oksidasi oleh *hole* positif pada pita valensi.



- Inisiasi reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi.



- Reaksi fotokatalitik menghasilkan radikal pendegradasi senyawa organik.

Di mana $>\text{TiOH}$ merupakan permukaan TiO_2 terhidrat primer, e^-_{pk} adalah elektron pada pita konduksi, h^+_{pv} adalah *hole* pada pita valensi, $(>\text{Ti(IV)OH}\cdot)^+$ merupakan *hole* positif pita valensi yang terjebak di permukaan, $(\text{Ti(III)OH}) = e^-_{tr}$ merupakan elektron pita konduksi yang terjebak di permukaan, red (reduktor) merupakan donor elektron (mengalami oksidasi), serta oks (oksidator) merupakan akseptor elektron (mengalami reduksi).

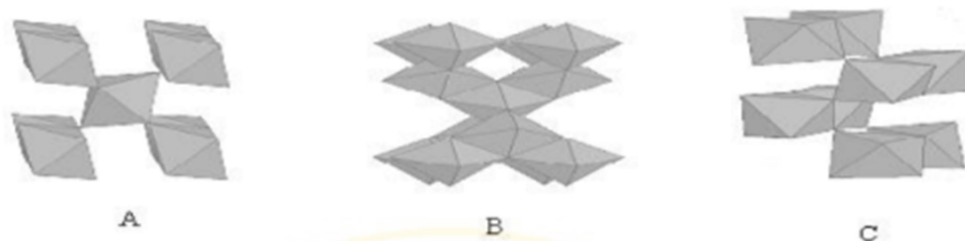
Hole positif yang terdapat pada fotokatalis dapat bereaksi baik dengan H_2O yang teradsorpsi secara fisik sehingga mampu menguraikan molekul H_2O dan O_2 menjadi radikal $\text{OH}\cdot$ serta ion superoksida ($\text{O}_2\cdot$) yang mampu mendegradasi senyawa organik (Sirimahachai, dkk., 2009). Beberapa kelebihan dari metode fotokatalitik di antaranya yaitu dapat menggunakan matahari sebagai sumber sinar, dapat dilakukan pada tekanan dan temperatur yang rendah, dapat mengurangi sifat toksik dari logam berat, serta kontaminan organik dapat terdekomposisi secara keseluruhan dengan cepat (Ming-Chun dan Chiu-Ping, 2007).

2.3 Material Semikonduktor TiO_2 Sebagai Fotokatalis

Fotokatalis merupakan bahan yang mampu mempercepat laju reaksi oksidasi maupun reduksi melalui suatu reaksi fotokimia (Suhernadi, dkk., 2014). Material semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis karena memiliki daerah energi kosong. Sebuah material semikonduktor terdiri dari pita valensi (VB) yang terisi penuh dan pita konduksi (CB) yang kosong. Perbedaan energi antara kedua level pita ini dinamakan energi celah yang biasanya memiliki energi lebih kecil dari 3,5 eV. Pada semikonduktor dengan adanya sumber energi yang

memenuhi akan memungkinkan terjadinya perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi (Jain dan Vaya, 2017). Kebutuhan energi foton yang diperlukan oleh sebuah fotokatalis ditentukan oleh posisi pita konduksi dan pita valensi. Hal ini akan menentukan karakter fotokatalis untuk mengaktifkannya dan seberapa besar kekuatan oksidasi atau reduksinya setelah diaktifkan (Palupi, 2006).

TiO₂ merupakan senyawa anionik yang tersusun atas ion-ion Ti⁴⁺ dan O²⁻ yang memiliki keelektronegatifan 1,54 pada atom Ti dan 3,44 pada atom O dalam skala Pauling (Effendy, 2016). Aktivitas atau kinerja fotokatalis material TiO₂ ditentukan oleh beberapa faktor, salah satunya adalah struktur kristalinitasnya (Chen, dkk., 2003; Tjahjanto, 2001). Dalam Rahman, dkk. (2014) disebutkan bahwa material TiO₂ mempunyai tiga jenis bentuk kristal seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.3, yaitu: (a) anatase dengan bentuk tetragonal, (b) rutil dengan bentuk tetrahedral, dan (c) brookit dengan bentuk ortorombik. Kebanyakan TiO₂ berada dalam bentuk fasa anatase. Struktur kristal brookit merupakan jenis fasa yang paling tidak stabil dan sulit untuk dipreparasi sehingga sulit untuk diamati (Lestari, 2009). Berdasarkan ukurannya, fasa anatase secara termodinamika stabil pada *crystallite size* kurang dari 11 nm, fasa brookit antara 11 hingga 35 nm, sedangkan fasa rutil lebih dari 35 nm (Wang, dkk., 2010).



Gambar 2.3 Struktur kristal TiO₂ (a) rutil, (b) anatase, dan (c) brookit (Silviyanti, 2012).

Struktur kristal anatase dan rutil digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral TiO_6 di mana setiap ion Ti^{4+} dikelilingi oleh enam atom O^{2-} . Perbedaan antara keduanya terletak pada distorsi dan pola penyusunan rantai oktahedralnya. Pada struktur rutil terlihat sedikit distorsi ortorhombik membentuk suatu susunan heksagonal terjejal (*hexagonal close packed*) dengan ketiga sudut Ti-O-Ti membentuk sudut 120° . Sedangkan pada struktur anatase terdapat distorsi yang cukup besar membentuk suatu kubus terjejal (*cubic close packed*) dengan satu sudut membentuk sudut 180° dan dua sudut 90° , sehingga relatif tidak simetris (Linsebigler, dkk., 1995; Palupi, 2006; dan Ismunandar, 2006). Perbedaan ini mengakibatkan jarak Ti-Ti pada anatase lebih besar dari pada rutil, yaitu 3,79 dan 3,04 Å pada anatase serta 3,57 dan 2,96 Å pada rutil. Sedangkan jarak Ti-O pada anatase terlihat lebih pendek daripada rutil, yaitu 1,937 dan 1,966 Å pada anatase serta 1,946 dan 1,983 Å pada rutil. Perbedaan struktur kisi kristal antara keduanya menyebabkan perbedaan sifat dan karakteristik TiO_2 dalam fasa masing-masing seperti yang dirangkum dalam Tabel 2.1 (Linsebigler, dkk., 1995, Palupi, 2006).

Secara garis besar efek fotokatalis pada fasa anatase lebih baik daripada fasa rutil. Sisi aktif (*defect size*) per unit pada fasa anatase lebih besar dibandingkan rutil dikarenakan luas permukaan fasa anatase lebih besar daripada rutil. (Sasti, 2011). Selain itu jika dilihat dari energi celah pita, fasa anatase memiliki energi yang lebih besar daripada rutil, yaitu 3,2 eV untuk anatase dan 3,0 eV untuk rutil dengan nilai potensial reduksi yang juga lebih besar, sehingga kemampuan anatase lebih reaktif dalam menyerap energi foton (Choi, 2006). Dalam proses fotokatalitik fasa anatase lebih banyak digunakan daripada rutil (Rahman, dkk., 2014).

Tabel 2.1 Perbedaan sifat dan karakteristik struktur kristal anatase dan rutil.

Sifat perbedaan	Anatase	Rutil
Struktur Kristal	Tetragonal	Tetragonal
Grup ruang	$I4_1/amd$	$P4_2/mnm$
Molekul/ unit sel	4	2
Secara termodinamika stabil pada ukuran	Suhu rendah ≤ 11 nm	Suhu tinggi ≥ 35 nm
Energi celah pita (eV)	3,2	3,0
Densitas (ρ), (gr/cm ³)	3,894	4,250
Jarak Ti-Ti (Å)	3,79 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O (Å)	1,949 dan 1980	1,949 dan 1980
Parameter kisi (Å)	$a = 3,784$ $c = 9,515$	$a = 4,593$ $c = 2,959$
Indeks bias (550 nm)	2,54	2,75
Titik leleh	1830–1858 °C	Berubah menjadi rutil pada suhu tinggi (≥ 500 °C)

(Sumber: Ahonen, 2001; Pratama, 2010; Linsebigler, dkk., 1995)

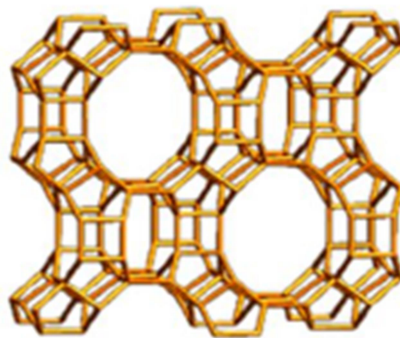
2.4 Zeolit Alam

Zeolit adalah mineral yang terdiri dari kristal alumina silika tetrahidrat berpori dan memiliki rumus kimia $M_8(\text{Si}_{40}\text{Al}_{18}\text{O}_{96})_{24}\cdot\text{H}_2\text{O}$, di mana M adalah kation penyeimbang (alkali/alkali tanah) yang ada dalam kerangka tiga dimensi zeolit. Zeolit merupakan mineral yang dapat mengikat molekul air secara *reversible*. Zeolit mempunyai struktur tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling terhubung dengan atom oksigen. Zeolit memiliki 3 sifat yang mendasari penggunaannya (Chetam, 1992; Sagita, 2018), yaitu:

- Kemampuan dalam melakukan pertukaran ion.
- Daya serap dan daya saring molekul yang baik.
- Daya katalis yang baik.

Zeolit terdiri dari dua macam, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses perubahan alam (zeolitisasi) dari batuan

vulkanik, seperti kabasit, klinoptilolit, analsim, erionit, heulandit, mordenit, filipsit, dan laumontit. Sedangkan zeolit sintetis merupakan zeolit yang dibuat oleh industri untuk mendapatkan sifat tertentu. Contoh dari zeolit sintetis yaitu seperti, zeolit *A*, *X*, *Y*, NaP1, hidroksi sodalit dan faujasit (Trivana, 2015). Sebanyak 60-70 % zeolit alam yang ada di Indonesia diketahui sebagai zeolit jenis mordenit dan sisanya klinoptilolit (Trisunaryanti, dkk., 2005). Zeolit alam jenis mordenit memiliki kandungan Si sedang dengan perbandingan Si/Al = 5 dan ukuran pori 6,7-7 Å (Lestari, 2010; Hasibuan, 2012). Struktur zeolit mordenit ditunjukkan oleh Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur zeolit alam mordenit (Utubira, dkk., 2006).

Zeolit alam jenis mordenit termasuk material mikropori yang memiliki kemampuan penyerapan dan difusi reaktan serta dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam. Rongga dan saluran yang dimilikinya, mampu dimanfaatkan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator (Sutarti dan Rachmawati, 1994). Zeolit mordenit juga termasuk zeolit berpori besar yang mempunyai stabilitas yang tinggi terhadap asam serta mampu mempertahankan strukturnya hingga suhu 800-900°C (Prasetya, dkk., 2012).

Kandungan unsur yang terdapat pada zeolit alam Bandung berdasarkan hasil karakterisasi XRF yang dilaporkan oleh Amalia, dkk. (2019) dapat dilihat pada Tabel 2.2. Zeolit alam Bandung diketahui mengandung unsur Al, Si, K, Ca, Mn, Fe, dan unsur-unsur lainnya dengan kandungan utama adalah unsur Si sebesar 56,9%. Aktivasi zeolit menggunakan asam (HCl) menyebabkan dealuminasi dan dekationisasi, dimana Al dan kation logam lainnya dilepas. Aktivasi asam juga menyebabkan penurunan konsentrasi pengotor Ca dan Mn yang akan meningkatkan kemampuan katalitik zeolit.

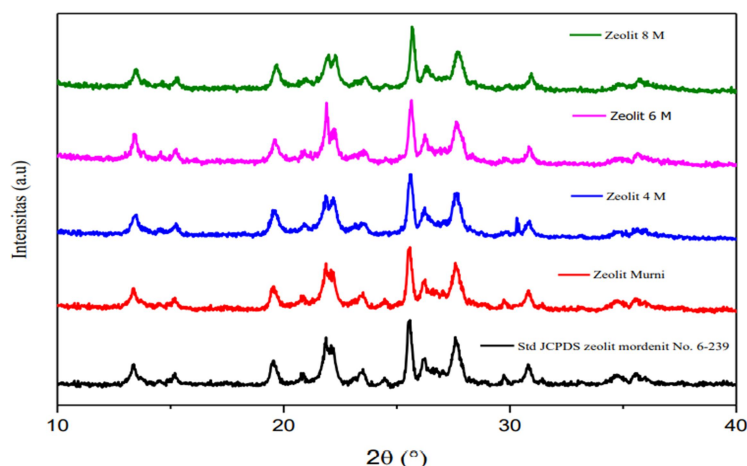
Tabel 2.2 Hasil analisis XRF zeolit alam Bandung sebelum dan sesudah diaktivasi

Unsur	Zeolit Alam (%)	Zeolit Teraktiviasi (%)
Al	8,4	7,2
Si	56,9	52,9
K	8,75	11,3
Ca	10,5	9,31
Ti	0,90	1,2
V	0,04	0,05
Cr	-	0,069
Mn	0,41	0,39
Fe	12,0	14,1
Ni	-	0,858
Cu	0,11	0,21
Zn	0,03	0,04
Sr	1,0	1,2
Ba	0,1	-
Eu	0,2	-
Zr		0,7
Re	0,2	-

Sumber: Amalia, dkk., 2019.

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD pada penelitian yang telah dilakukan Mahi (2021) diketahui bahwa zeolit alam Bandung murni mempunyai struktur berupa mineral mordenit yang ditandai dengan adanya puncak khas pada 2θ ($^{\circ}$) =

13,4; 19,5; 21,8; 22,2; 25,5; 26,2; 27,6; dan 30,8. Pola difraktogram XRD zeolit alam murni dan zeolit yang teraktivasi HCl menunjukkan bahwa semakin bertambahnya konsentrasi HCl pada zeolit maka kristalinitas zeolit akan meningkat. Namun apabila konsentrasi HCl semakin bertambah hingga berlebih maka kristalinitasnya akan menurun. Hal ini dapat dilihat dari pergeseran puncak yang semakin besar akibat konsentrasi HCl yang terlalu tinggi. Difraktogram XRD zeolit alam Bandung sebelum dan sesudah diaktivasi menggunakan HCl dengan berbagai konsentrasi dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Difraktogram XRD zeolit alam Bandung sebelum dan sesudah diaktivasi oleh HCl (Mahi, 2021).

2.5 Sintesis Material TiO₂-Zeolit dengan Metode Sonikasi

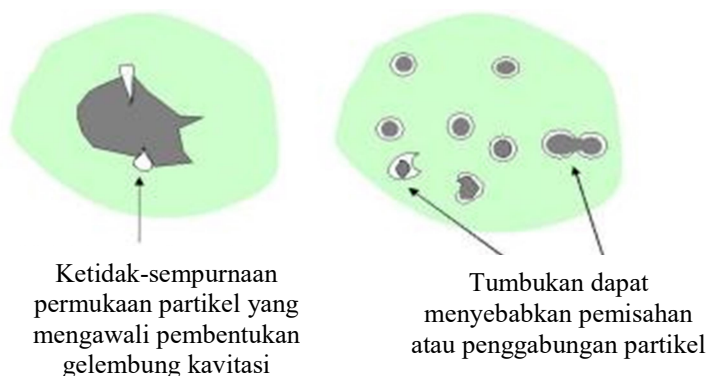
TiO₂-zeolit telah banyak disintesis untuk memaksimalkan fungsi kerja dari TiO₂ sebagai katalis di beberapa penelitian, termasuk dalam mendegradasi limbah zat warna yang sulit terurai. Dasar pemanfaatan zeolit sebagai matriks untuk sintesis oksida-oksida logam adalah karena zeolit mempunyai pori-pori yang berdimensi nanometer sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pembatas pertumbuhan partikel. Zeolit juga berfungsi meningkatkan aktivitas fotokatalitik.

Pendispersian TiO_2 ke dalam pori-pori zeolit, dapat menjadikan penggunaan bahan menjadi lebih irit dan juga lebih mudah ditangani (Naimah, dkk., 2014). Shankar, dkk. (2006) melaporkan bahwa zeolit mampu memperbesar *surface area* sehingga dapat memperkecil kemungkinan agregasi TiO_2 pada permukaannya, dengan demikian kapasitas adsorpsi fotokatalis menjadi semakin besar.

Metode sintesis sonikasi telah banyak digunakan dalam sintesis material nanopartikel, amorf logam, karbida, sulfida, dan oksida serta pembuatan semikonduktor monokomponen dan kompositnya termasuk TiO_2 . Beberapa kelebihan dari metode ini diantaranya adalah dapat dilakukan pada suhu rendah, waktu yang relatif cepat, peralatan yang otomatis dan sederhana serta partikel yang dihasilkan seragam. Sonikasi merupakan suatu metode sintesis material yang menggunakan sumber energi berupa energi suara (gelombang ultrasonik) dengan frekuensi 20 kHz – 10 MHz untuk mendorong perubahan sifat fisika dan kimia dalam medium cairan. (Al-Basthomi, 2016; Rohman, 2015; Suslick dan Price, 1999).

Prinsip metode sonikasi adalah dengan memanfaatkan efek kavitasi akustik. Ketika suatu medium cair diiradiasi dengan gelombang ultrasonik, maka akan terjadi tumbukan antar partikel penyusun dalam medium tersebut yang bertekanan tinggi. Saat antar partikel kecil tersebut saling bertumbukan akan timbul gelembung ultrasonik. Selama proses kavitasi, akan terjadi *bubble collapse* atau pecahnya gelembung kecil akibat ketidak-stabilan gelembung karena suara yang dihasilkan oleh gelombang ultrasonik. Hal ini mengakibatkan terjadinya pemanasan lokal (*hotspot*) yang melibatkan energi yang sangat tinggi yaitu sebesar 5000 K dengan tekanan sekitar 1000 atm, dan laju pemanasan dan

pendinginannya yang bisa sangat cepat mencapai 1010 K/s. Energi kinetik yang besar ini bisa menyebabkan material terpecah menjadi berukuran kecil/nano (Suslick dan Price, 1999). Penggambaran penurunan ukuran partikel akibat efek kavitas akustik dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Ilustrasi penurunan ukuran partikel akibat efek kavitas akustik (Suslick dan Price, 1999).

Penggunaan gelombang ultrasonik untuk sintesis TiO_2 diharapkan mampu memperkecil ukuran partikel TiO_2 menjadi lebih kecil dari 100 nm. Gelembung ultrasonik diperkirakan mampu membangkitkan semacam rongga dalam larutan sehingga dapat membantu meningkatkan keseragaman ukuran partikel TiO_2 dalam skala nanometer (Astuti dan Ningsih, 2017). Penelitian Timuda, dkk. (2010) menunjukkan bahwa material TiO_2 yang disintesis dari prekursor TiCl_4 dengan variasi waktu sonikasi 0,5; 1; 2; dan 4 jam menghasilkan ukuran partikel sebesar 20,96; 18,65; 16,78; dan 20,96 nm. Delmifiana dan Astutik (2013) dalam penelitiannya mensintesis nanopartikel magnetik melaporkan bahwa hasil sampel tanpa sonikasi memiliki ukuran partikel yang lebih besar (57,8 nm) dibandingkan dengan sampel yang disonikasi (41,6 nm). Hal ini mendukung teori kemampuan

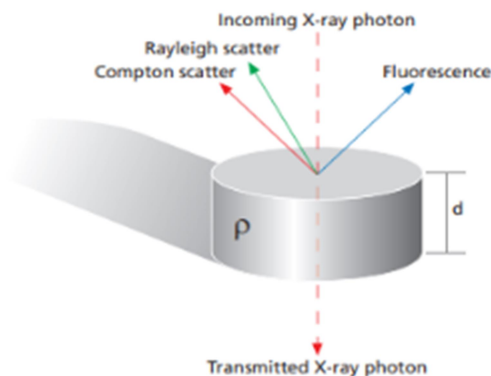
metode sonikasi dalam menghasilkan ukuran partikel hasil sintesis yang lebih kecil sehingga dapat memiliki luas permukaan yang lebih besar (Rohman, 2015).

2.6 Karakterisasi Fotokatalis TiO₂-Zeolit

2.6.1 Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

XRF merupakan alat yang digunakan untuk menentukan unsur-unsur kimia dalam suatu material padat, cair, bubuk dan fasa lainnya. XRF juga dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur-unsur serta menentukan komposisi pada lapisan (*layers*) dan pelapis (*coatings*). Analisis menggunakan XRF berlangsung cepat, akurat, non-destruktif dan memerlukan sedikit preparasi sampel (Brouwer, 2006; Chen, dkk.,2008). Hasil analisis kualitatif pada XRF dilakukan untuk mengetahui jenis unsur apa saja yang terkandung dalam sampel, sedangkan analisis kuantitatif untuk menentukan konsentrasi unsur-unsur dalam sampel tersebut (Fatimah, 2020).

Prinsip kerja analisis XRF adalah berdasarkan tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-*X*. Apabila suatu radiasi sinar-*X* ditembakkan ke suatu permukaan material maka sebagian fraksinya akan diteruskan, sebagian akan diserap yang kemudian dari sini dihasilkan radiasi fluoresensi, serta sebagian yang lain dihamburkan balik. Peristiwa hamburan balik ini atau sering disebut dengan istilah *back scattering*, dapat terjadi dengan diikuti hilangnya energi sinar-*X* maupun tanpa hilangnya energi sinar-*X*. Peristiwa *back scattering* yang diikuti dengan hilangnya energi sinar-*X* dinamakan *Compton scattering*, sedangkan *back scattering* tanpa adanya kehilangan energi disebut *Rayleigh scattering* (Sari, dkk., 2015). Gambaran interaksi-interaksi yang terjadi ketika sinar-*X* mengenai suatu materi dapat dilihat pada Gambar 2.7.

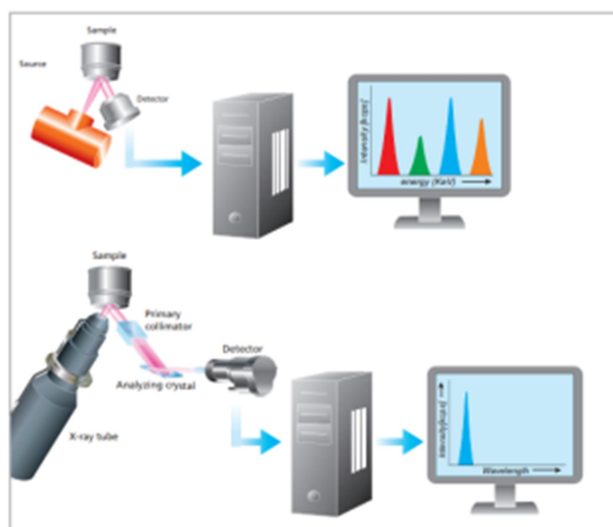


Gambar 2.7 Tiga interaksi utama antara sinar- X dan materi (Brouwer, 2006).

Menurut Jamaludin dan Adiantoro (2014), ketika sinar- X primer dari tabung sinar- X (*X-Ray Tube*) yang dibangkitkan dengan energi listrik dari sumber tegangan sebesar 1200 volt ditembakkan pada sebuah sampel, sinar- X tersebut akan dipantulkan kembali oleh sampel dan ber-fluoresensi. Bila radiasi dari tabung sinar- X mengenai suatu materi maka elektron dalam materi tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar- X karakteristik. Sinar- X karakteristik akan ditangkap oleh detektor dan diubah ke dalam sinyal tegangan. Dengan diperkuat oleh Preamp sinyal tersebut dimasukkan ke analizer untuk diolah datanya. Energi maksimum sinar- X primer (keV) tergantung pada tegangan listrik (kVolt) dan kuat arus (Ampere). Fluoresensi sinar- X tersebut akan dideteksi oleh detektor SiLi (Silikon Litium). Skema alat kerja XRF ditunjukkan pada Gambar 2.8.

Hasil analisis XRF pada penelitian Fatimah, dkk. (2006) dalam sintesis TiO_2 /zeolit dengan metode pencampuran secara mekanis menunjukkan bahwa dispersi TiO_2 ke dalam zeolit menyebabkan kenaikan konsentrasi titan total dalam zeolit dari 0,15% (*b/b*) menjadi 2,29% (*b/b*). Berdasarkan penelitian Setiadi dan Pertiwi (2007) dalam Fatimah (2020) dapat diketahui hasil analisis XRF pada

zeolit alam yang telah mengalami beberapa perlakuan preparasi dan aktivasi. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kandungan komponen utama pembentuk rangka (*framework*) dari zeolit alam yaitu alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2) secara berturut-turut mempunyai persentase sebesar 10,2816% (*b/b*) dan 53,2322% (*b/b*).

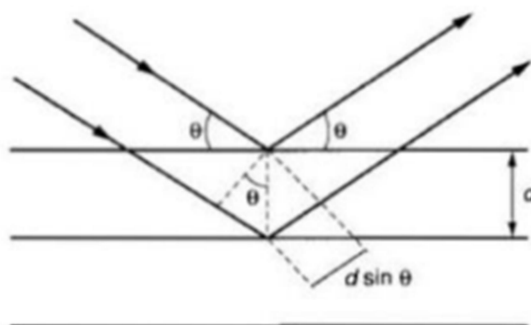


Gambar 2.8 Skema alat XRF (Brouwer, 2006).

2.6.2 Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi suatu kristal dengan XRD merupakan suatu metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dengan menggunakan sinar-*X*. Sinar-*X* merupakan gelombang elektromagnetik yang memiliki energi di antara 200 eV sampai 1 MeV dengan panjang gelombang di antara 400-800 nm. Metode karakterisasi XRD dapat digunakan untuk menganalisa struktur kristal, menentukan jenis struktur, ukuran partikel dan konstanta, serta rasio fasa dari suatu materi (Smallman dan Bishop, 1999).

Menurut Afrozi (2010) prinsip dari XRD yang merupakan difraksi gelombang sinar- X adalah di mana sinar- X yang ditembakkan akan mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi dari hasil karakterisasi XRD dapat merepresentasikan struktur kristal. Hamburan sinar- X yang mengenai bidang-bidang dalam kristal akan tersusun secara teratur dan berulang (Gambar 2.9). Sinar- X dapat terbentuk apabila suatu logam sasaran ditembak dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar- X yang monokromatis. Jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar- X (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg, seperti ditunjukkan dalam Persamaan 2.6, kristal akan memberikan hamburan sinar yang kuat (Callister, 2003).



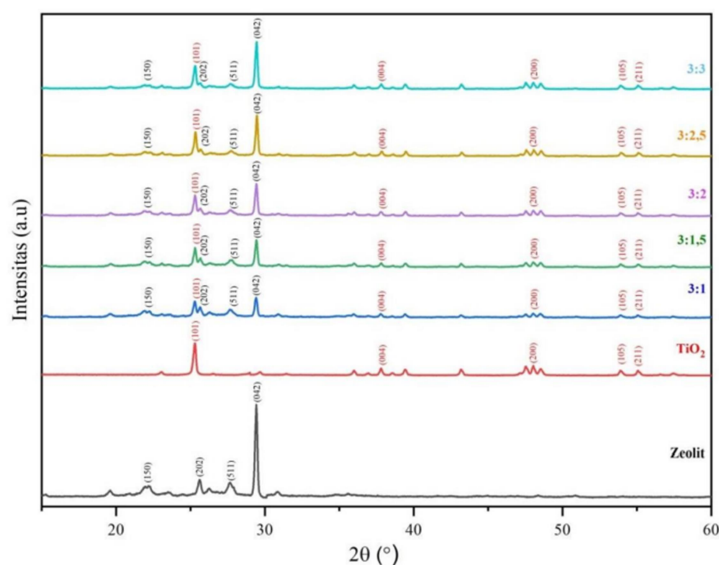
Gambar 2.9 Ilustrasi pantulan Bragg oleh atom-atom kristal (Callister, 2003).

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.6)$$

Di mana, d adalah jarak antar bidang dalam kristal; θ adalah sudut deviasi; n adalah orde (0,1,2,3,..); dan λ adalah panjang gelombang.

Beberapa penelitian terdahulu yang telah mensintesis material fotokatalis TiO_2 -zeolit di antaranya adalah penelitian Putri dan Side (2021) yang menghasilkan difraktogram hasil XRD seperti pada Gambar 2.10. Berdasarkan

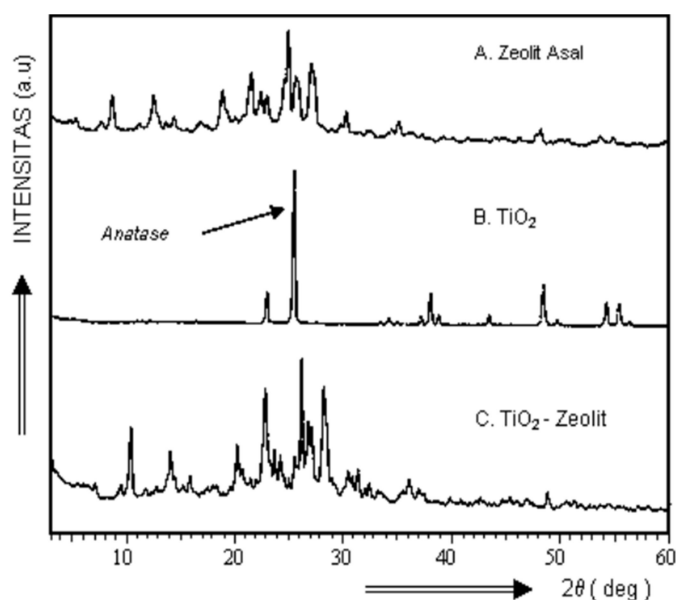
hasil karakterisasi XRD terlihat bahwa tipikal puncak fase anatase dari TiO_2 dengan intensitas puncak tertinggi pada posisi 2θ dengan variasi komposisi masing-masing $25,292$; $25,307$; $25,286$; $25,346$; dan $25,294^\circ$ sesuai dengan difraktogram TiO_2 pada (2θ) $25,291^\circ$ dan sesuai dengan database *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS No. 21-1272) di mana pola difraksi TiO_2 berada pada (2θ) $25,281^\circ$. Puncak khas zeolit fasa modernit dengan intensitas puncak tertinggi terlihat pada nilai 2θ untuk setiap variasi komposisi masing-masing $29,411$; $29,443$; $29,432$; $29,460$; dan $29,439^\circ$ yang telah sesuai dengan difraktogram zeolit modernit pada (2θ) $29,417^\circ$ dan juga sesuai dengan standar zeolit modernit (JCPDS No. 06-0239) yaitu pada (2θ) $29,43^\circ$.



Gambar 2.10 Difraktogram komposit TiO_2 -zeolit (Putri dan Side, 2021).

Utubira (2006) dalam penelitiannya melaporkan hasil karakterisasi XRD pada TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit seperti yang dapat terlihat pada Gambar 2.11. Dari hasil difraktogram yang diperoleh tidak terlihat refleksi TiO_2 secara jelas di daerah 2θ ($^\circ$) = 20 sampai 25, namun terlihat puncak-puncak kecil yang

mungkin disebabkan oleh refleksi TiO_2 anatas pada daerah $2\theta(^{\circ}) = 35,78 ; 48,54;$ dan $56,91$ dengan jarak $d = 2,50; 1,87; \text{ dan } 1,61 \text{ \AA}$ (difraktogram C) yang sebelumnya tidak muncul pada difraktogram (A).



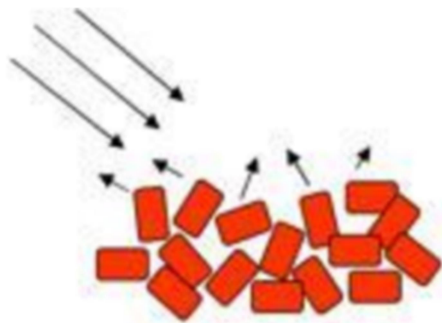
Gambar 2.11 Difraktogram (a) zeolit alam; (b) TiO_2 ; (c) TiO_2 -zeolit (Utubira,2006).

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

Spektrofotometer UV-Vis DRS dapat digunakan untuk mengukur besarnya energi celah pita pada suatu material semikonduktor. Energi celah pita merupakan besaran energi yang dibutuhkan oleh suatu elektron untuk dapat bereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Semakin besar energi celah pita, maka energi yang dibutuhkan elektron untuk mencapai pita konduksi akan semakin besar sehingga elektron akan menjadi sulit bereksitasi. Energi celah pita menjadi salah satu karakteristik khas material semikonduktor (Hindaryawati, 2020).

Prinsip dari UV-Vis DRS adalah unsur atau senyawa yang dianalisis dapat disinari oleh sumber cahaya langsung atau sumber cahaya difusi. Kedua sumber cahaya tersebut akan memberikan pantulan spekulat dan difusi. Refleksi spekulat didefinisikan sebagai refleksi dari permukaan sampel, di mana sudut datang sama dengan sudut pantul dan nilai dari refleksi spekulat bernilai minimum. Refleksi difusi muncul dari interaksi cahaya dengan berbagai faktor kimia dan fisika dalam volume reaksi elemen dan merupakan nilai utama pengukuran. Interaksi-interaksi tersebut mencakup sifat absorpsi, transmisi dan hamburan dari elemen yang disinari (Danielson, 1996).

Pada sampel bubuk, permukaan dari partikel-partikel dengan ukuran kecil dapat menghasilkan refleksi berulang-ulang yang disebut dengan “*Diffuse Reflectance*” seperti pada Gambar 2.12. Spektra yang dihasilkan dari proses ini disebut dengan *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) (Rohman, 2015).



Gambar 2.12 Sampel bubuk dengan orientasi kristal yang random menghasilkan refleksi sinar yang menyebar (Rohman, 2015).

Diffuse Reflectance Spectra (DRS), diturunkan secara empiris dengan Kubelka-Munk (*K-M*) *Fuction* seperti pada persamaan 2.7.

$$(FR_{\infty}) = (1-R_{\infty})^2 / 2R_{\infty} = k/s \quad (2.7)$$

Dengan k adalah koefisien absorpsi; s adalah koefisien *scattering*; dan R_{∞} adalah reflektansi relatif terhadap standar (terukur). Penentuan energi celah pita dapat ditentukan melalui hubungan fungsi Kubelka-Munk dengan energi. Perhitungan kemudian diplotkan antara $y = (K-M.h\nu)^{1/2}$ dengan $X = h\nu$. Energi celah pita ditentukan pada $y = 0$.

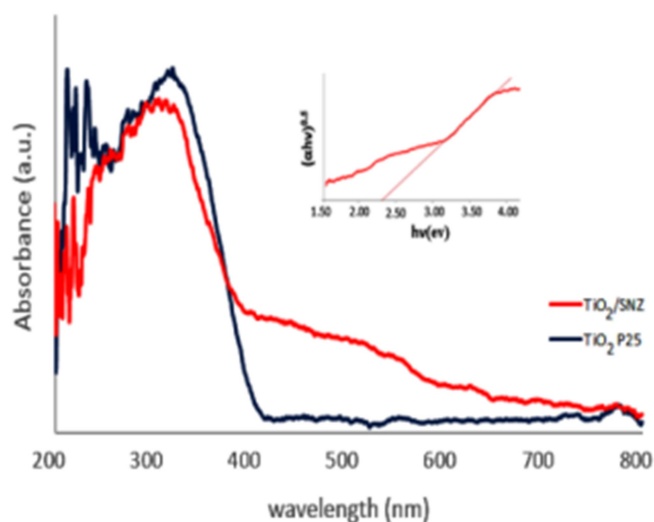
Untuk mempelajari modifikasi sifat elektronik dari material yang disintesis dapat digunakan metode alternatif dengan menentukan energi celah pita berdasarkan spektra UV-Vis DRS. Struktur pita energi merupakan faktor kunci yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik suatu katalis (Zhong, dkk., 2016). Celah pita komposit dapat diperoleh dari data absorpsi dengan menggunakan persamaan Tauc seperti pada persamaan 2.8.

$$\alpha = \alpha_0 (h\nu - E_g)^{n/h\nu} \quad (2.8)$$

Dengan α merupakan koefisien absorpsi; α_0 adalah konstanta koefisien absorpsi linear; $h\nu$ adalah energi foton; E_g adalah celah pita optis; dan n adalah nilai tergantung pada jenis transisi elektronik (nilai antara 0,5 dan 3).

Hasil karakterisasi UV-Vis DRS fotokatalis TiO₂-zeolit alam yang telah dilakukan oleh Saadati, dkk. (2016) dapat dilihat pada Gambar 2.13. Hasil spektra tersebut menunjukkan bahwa fotokatalis TiO₂-zeolit alam dapat menyerap baik cahaya tampak maupun UV. Terlihat bahwa sampel TiO₂-zeolit alam tidak seperti TiO₂-P25 komersial, menunjukkan absorpsi dalam rentang cahaya UV yang

menunjukkan potensinya untuk dapat diaktifkan oleh cahaya tampak. Energi celah pita dari material TiO₂-P25 komersial mengalami penurunan energi celah pita dari 3,2 menjadi 2,4 eV setelah diimbangkan pada zeolit.

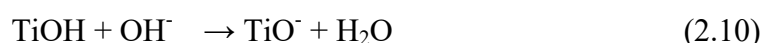


Gambar 2.13 Spektra UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectra* dari sampel TiO₂-P25 dan TiO₂-zeolit alam (Saadati, dkk., 2016).

2.7 Pengaruh Variasi pH dan Konsentrasi H₂O₂ Terhadap Fotodegradasi Limbah Zat Warna

Efektivitas fotodegradasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, di antaranya adalah efek pH dan konsentrasi H₂O₂. Dalam reaksi kimia, pH menjadi faktor penting dalam berbagai reaksi. Pada reaksi fotokatalitik, pH mempengaruhi beberapa hal seperti keadaan ionisasi dari permukaan TiO₂, perubahan struktur komponen zat warna karena pertukaran ion, serta reaksi antara ion hidroksida dan *hole* positif. Maka dari itu perlu diketahui dan diatur pH optimum untuk meningkatkan laju degradasi (Kodom, dkk., 2012) Puncak absorpsi maksimal akan bergantung pada nilai pH. Berdasarkan penelitian terdahulu, telah diketahui bahwa degradasi metil jingga akan berlangsung lebih optimal pada kondisi pH di

bawah titik muatan nol TiO_2 . Berdasarkan Andronic dan Duta (2008) titik nol (pzc) dari TiO_2 adalah pada pH 6,25. Pada pH yang lebih tinggi permukaan akan bermuatan negatif sedangkan pada pH yang lebih rendah akan bermuatan positif (Huang, 2008). Hal ini dapat dijelaskan melalui persamaan reaksi 2.9 dan 2.10.



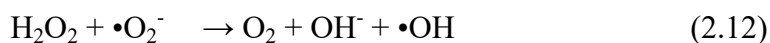
TiOH_2^+ , TiOH , TiO^- merupakan muatan permukaan positif, netral dan negatif pada TiO_2 . Dengan demikian permukaan titania akan bermuatan positif pada kondisi asam dan bermuatan negatif pada kondisi basa. Muatan permukaan titania akan mempengaruhi interaksi dengan zat warna baik tolakan maupun tarikan. Karena adanya gaya elektrostatis tarik menarik antara zat warna metil jingga yang berupa anionik dengan permukaan TiO_2 yang bermuatan positif (TiOH_2^+) pada kondisi asam menyebabkan aktivitas degradasi zat warna metil jingga menjadi lebih tinggi pada pH asam daripada pH basa. Adsorpsi metil jingga akan meningkat dengan adanya interaksi elektrostatis dengan fotokatalis. Peningkatan adsorpsi akan menyebabkan oksidasi zat warna lebih mudah terjadi. (Hadi dan Wahab, 2015; Huang, 2008; Wardhani, dkk., 2015). Selain itu, metil jingga memiliki kestabilan pada rentang pH asam yaitu antara pH 3 hingga pH 5, di atas atau di bawah rentang pH tersebut warna metil jingga akan berubah menjadi kuning atau merah (Islam dan Basu, 2015). Penentuan kondisi optimum proses fotodegradasi akan lebih baik jika dilakukan pada rentang pH di mana metil jingga bersifat stabil.

Andronic dan Duta (2008) melaporkan bahwa untuk $31,25 \times 10^{-4}$ mM zat warna metil jingga, pH optimal dalam degradasi adalah sebesar 5,65. Penelitian Barka, dkk. (2008) serta Aziztyana, dkk. (2019) juga mendukung hasil serupa di mana degradasi fotokatalitik metil jingga tergantung pada pH larutan dan akan berjalan lebih baik pada zona pH asam. Kodom, dkk. (2012) dalam penelitiannya mendegradasi zat warna metil jingga menggunakan TiO_2 dengan variasi pH (1; 3; 6,1; 10; dan 12), melaporkan bahwa pH 1 lebih disukai dalam fotodegradasi metil jingga dengan hasil adsorpsi dan efektivitas yang paling tinggi.

Faktor lain yang juga berpengaruh pada fotodegradasi zat warna metil jingga adalah konsentrasi H_2O_2 . Rekombinasi elektron/*hole* salah satu kelemahan utama dalam aplikasi fotokatalitik TiO_2 karena menyebabkan pemborosan energi. Dengan tidak adanya asseptor maupun donor elektron yang memadai, tahapan rekombinasi akan mendominasi dan akhirnya dapat membatasi hasil kuantum. Maka dari itu, penting untuk mencegah rekombinasi elektron/*hole* untuk memastikan efisiensi reaksi fotokatalitik (Nam, dkk., 2002). Penambahan asektor oksidan/elektron eksternal pada sebuah semikonduktor akan meningkatkan degradasi fotokatalitik dari kontaminan organik dengan cara sebagai berikut (Kodom, dkk., 2012):

- a. Menghilangkan rekombinasi elektron/*hole* dengan menerima elektron dari pita konduksi.
- b. Meningkatkan konsentrasi radikal hidroksil dan laju oksidasi dari senyawa intermediet.
- c. Menghasilkan lebih banyak radikal dan spesies pengoksidasi lainnya untuk mempercepat efisiensi degradasi senyawa intermediet.

Penambahan H_2O_2 dapat meningkatkan konsentrasi radikal hidroksil. Adanya H_2O_2 yang digunakan dapat mengikat elektron (e^-) dari pita valensi ke pita konduksi sehingga terjadi pemisahan muatan e^- dan h^+ dan berfungsi membentuk radikal. Semakin banyak jumlah radikal hidroksil yang dihasilkan akan menyebabkan semakin banyak pula senyawa/zat warna yang terdegradasi (Suhernadi, dkk., 2014). Pembentukan radikal hidroksil dengan adanya H_2O_2 ditunjukkan oleh reaksi pada persamaan 2.11 hingga 2.13 (Huang, dkk., 2008):



Radikal hidroksil, $\bullet\text{OH}$, merupakan oksidator super kuat dan merupakan spesies dominan dalam proses fotokatalitik, serta mampu mengoksidasi berbagai zat organik pada permukaan TiO_2 yang disinari dengan sinar UV. Penambahan H_2O_2 akan memfasilitasi pembentukan $\bullet\text{OH}$ dan meningkatkan efisiensi fotodegradasi (Huang, dkk., 2008).

H_2O_2 bertindak sebagai pengumpul $\bullet\text{OH}$ dan tempat pembuangan $\bullet\text{OH}$ dalam larutan sehingga penambahan H_2O_2 dengan konsentrasi yang terlalu tinggi justru akan menghambat reaksi degradasi zat warna (Huang, dkk., 2008). Kodom, dkk. (2012) melaporkan bahwa dengan penambahan H_2O_2 laju diskolorasi metil jingga meningkat. Meskipun demikian meningkatkan konsentrasi H_2O_2 tidak mempengaruhi laju degradasi secara signifikan. Berdasarkan penelitiannya proses degradasi zat warna metil jingga 1 mM menggunakan $\text{TiO}_2/\text{stainless steel}$ dan

sumber sinar UV paling efektif diperoleh dengan penambahan sebanyak 0,20 M H_2O_2 . Aziztyana, dkk. (2019) melaporkan konsentrasi H_2O_2 sebesar 12% menghasilkan persen degradasi yang paling optimum untuk 10 ppm larutan metil jingga dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit. Hasil penelitian Huang, dkk. (2008) menunjukkan konsentrasi H_2O_2 optimum untuk degradasi metil jingga 20 mg/L menggunakan sinar UV dan fotokatalis 0,5 wt% Pt- TiO_2 /zeolit adalah sebesar 1,5 mM/L.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari-April 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik, dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, ayakan 200 mesh, botol semprot, spatula, *hot plate*, *magnetic stirrer*, neraca analitik, mortar dan alu, mortar agate, *stopwatch*, sonikator, *centrifugator*, *centrifuge tube*, oven, tanur, pH meter, reaktor UV, spektrofotometer UV-Vis, instrumen XRF, XRD, dan UV-Vis DRS.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zat warna sintetik metil jingga, TiO₂ anatas SA, zeolit alam Bandung, akuades, etanol 96%, HCl 6 M, HCl 1 M, H₂O₂ dengan berbagai konsentrasi, dan kertas saring.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi pH serta penambahan H₂O₂ pada efektivitas fotodegradasi metil jingga dengan menggunakan fotokatalis TiO₂-zeolit. Fotokatalis TiO₂-zeolit disintesis dari

prekursor TiO_2 serbuk dan zeolit alam dengan metode sonikasi dengan frekuensi 20 kHz dan suhu kalsinasi 500°C . Material hasil sintesis dikarakterisasi dengan instrument XRF untuk analisis senyawa penyusun, instrumen XRD untuk analisis struktur kristal, dan spektrofotometer UV-Vis DRS untuk analisis energi celah pita. Uji pengaruh variasi pH ditentukan pada rentang pH 2, 4, dan 6, sedangkan uji pengaruh penambahan H_2O_2 pada proses fotodegradasi dilakukan menggunakan variasi konsentrasi H_2O_2 10, 15, 20, 25, dan 30% dengan sumber energi cahaya berasal dari lampu UV.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan pada penelitian ini adalah:

- a. Preparasi zeolit alam.
- b. Aktivasi zeolit alam.
- c. Sintesis material TiO_2 -zeolit alam menggunakan metode sonikasi.
- d. Karakterisasi material TiO_2 -zeolit alam hasil sintesis menggunakan instrumen XRF, XRD dan UV-Vis DRS.
- e. Penentuan panjang gelombang maksimum dan pembuatan kurva standar metil jingga.
- f. Uji aktivitas fotokatalis TiO_2 -zeolit alam pada proses fotodegradasi zat warna metil jingga dengan variasi pH dan konsentrasi H_2O_2 .

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Zeolit

Zeolit alam sebanyak 150 g dihaluskan dan diayak dengan ukuran 200 mesh. Kemudian zeolit alam ditimbang 100 g dan ditambahkan 200 mL akuades

dalam erlenmeyer. Selanjutnya larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur kamar selama 30 menit. Larutan disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Padatan zeolit tersebut kemudian diletakkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang hingga berat konstan.

3.5.2 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 30 g dan direndam dalam HCl 6 M sebanyak 60 mL. Kemudian larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Setelah selesai pengadukan selanjutnya zeolit disaring menggunakan kertas saring lalu dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Padatan zeolit yang didapat kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam dan dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 500°C.

3.5.3 Sintesis TiO₂-Zeolit

Fotokatalis TiO₂-zeolit disintesis dengan menimbang masing-masing TiO₂ dan zeolit teraktivasi sebanyak 1,8 dan 3 g, lalu ditambahkan 48 mL etanol 96% sebagai agen pendispersi. Kemudian campuran digerus dengan menggunakan mortar agate selama 1 jam. Suspensi tersebut disonikasi menggunakan *ultrasonic vibracell* dengan frekuensi 20 kHz selama 30 menit disertai *pulse* 5 detik. Hasil sonikasi selanjutnya didiamkan selama 2 hari lalu disaring dan dicuci dengan etanol serta akuades. Rendemen yang diperoleh selanjutnya dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 3 jam dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 6

jam. Setelah dikalsinasi, padatan kemudian dihaluskan hingga berbentuk serbuk (Sene, dkk., 2017).

3.5.4 Karakterisasi TiO₂-Zeolit

3.5.4.1 Karakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Material TiO₂-zeolit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan alat XRF untuk mengetahui komponen yang terkandung di dalamnya. Sampel dihaluskan kemudian diletakkan dalam tempat sampel (*sample holder*). Selanjutnya sampel disinari dengan sinar-*X*. Data yang akan diperoleh berupa persentase unsur-unsur yang terkandung dalam sampel material.

3.5.4.2 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-*X* digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. Difraktometer yang digunakan adalah XRD, merk Philip, tipe: X'pert Pro. Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, terisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan radiasi Cu-K α . Pola difraksi sinar-*X* merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ pada rentang 5-60°. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS TiO₂ anatase dan zeolit mordenit untuk mengetahui karakteristik dari TiO₂ setelah diimbangkan pada zeolit alam.

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

Karakterisasi dengan UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui karakter serapan sinar dan energi celah pita dari material hasil sintesis di daerah sinar UV dan sinar tampak. Sampel berupa serbuk halus yang akan dikarakterisasi ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Hasil dari karakterisasi ini akan diperoleh grafik energi celah pita di mana grafik ini akan menunjukkan grafik hubungan antara foton (sumbu x) dengan kuadrat koefisien absorpsi (sumbu y). Besarnya energi celah pita dapat ditentukan dengan cara menarik garis lurus dari ujung kurva koefisien absorpsi berpotongan dengan sumbu x . Titik potong tersebut yang menunjukkan energi celah pita dari material TiO₂-zeolit.

3.5.5 Pembuatan Larutan Standar dan Sampel Metil Jingga

3.5.5.1 Pembuatan Larutan Induk Metil Jingga 100 ppm

Sebanyak 0,01 g metil jingga ditimbang secara analitik kemudian dilarutkan dengan 50 mL akuades dalam gelas beaker. Selanjutnya, larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu dihomogenkan. Hasil yang diperoleh yaitu larutan induk metil jingga 100 ppm sebanyak 100 mL.

3.5.5.2 Pembuatan Larutan Standar Metil Jingga

Larutan induk metil jingga 100 ppm diambil dengan menggunakan pipet sebanyak 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 dan 10,0 mL lalu dituangkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan sampai tanda batas lalu dihomogenkan. Hasil yang

diperoleh yaitu larutan metil jingga dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 *ppm* masing-masing sebanyak 100 mL.

3.5.5.3 Pembuatan Larutan Sampel Metil Jingga

Larutan sampel metil jingga dibuat dari larutan induk metil jingga 100 *ppm* yang diambil secara kuantitatif sebanyak 10,0 mL dengan pipet, lalu dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan sampai tanda batas lalu dihomogenkan. Hasil yang diperoleh yaitu larutan metil jingga dengan konsentrasi 10 *ppm*.

3.5.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Jingga

Sebelum pengukuran sampel dengan spektrofotometer UV-Vis, perlu dilakukan pengukuran blanko dengan akuades. Larutan standar metil jingga yang telah dibuat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dan akan diperoleh panjang gelombang maksimumnya. Panjang gelombang maksimum diperoleh dari nilai absorbansi tertinggi. Pengukuran panjang gelombang maksimum metil jingga dilakukan pada rentang 400-800 nm.

3.5.7 Pembuatan Kurva Standar Metil Jingga

Larutan standar metil jingga yang telah dibuat masing-masing diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah didapat sebelumnya. Absorbansi yang diperoleh dari masing-masing larutan standar kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu *x* sebagai konsentrasi larutan standar (*ppm*) dan sumbu *y* sebagai absorbansi yang

dihasilkan oleh larutan standar. Dari grafik tersebut akan didapatkan persamaan regresi linier $y = ax + b$.

3.5.8 Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Jingga

3.5.8.1 Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Jingga dengan Variasi pH

Sebanyak 4 buah gelas beaker 100 mL disiapkan dan diberi label 1-4. Masing-masing gelas diisi dengan 25 mL larutan metil jingga 10 ppm. Gelas label 1 untuk larutan metil jingga tanpa katalis, sedangkan label 2-4 berturut-turut untuk larutan metil jingga dengan katalis TiO₂-zeolit yang telah diatur pH dengan menggunakan larutan HCl 0,1 dan 1 M menjadi pH 2, 4 dan 6. Larutan campuran kemudian disinari dengan reaktor UV selama 60 menit sambil diaduk terus menerus menggunakan *magnetic stirrer*. Larutan metil jingga hasil degradasi, masing-masing *disentrifuge* untuk memisahkan antara padatan fotokatalis dan supernatan. Supernatan yang diperoleh diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis.

3.5.8.2 Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Jingga dengan Variasi Konsentrasi H₂O₂

Mula-mula disiapkan 6 buah gelas beker 100 mL dan diberi label 1-6. Label 1 untuk larutan metil jingga tanpa katalis, sedangkan label 2-6 berturut-turut untuk larutan metil jingga dengan katalis TiO₂-zeolit yang telah ditambahkan H₂O₂ dengan variasi konsentrasi 10, 15, 20, 25 dan 30%. Larutan campuran kemudian disinari dengan reaktor UV selama 60 menit sambil diaduk terus menerus menggunakan *magnetic stirrer*. Larutan metil jingga hasil degradasi, masing-masing *disentrifuge* untuk memisahkan antara padatan fotokatalis dan

supernatan. Supernatan yang diperoleh diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis.

3.5.8.3 Uji Efektivitas Fotodegradasi Metil Jingga

Pengujian untuk mengetahui efektivitas fotodegradasi zat warna metil jingga dilakukan dengan beberapa kondisi reaksi sebagai berikut:

- a. pH optimum (tanpa TiO₂, zeolit dan TiO₂-zeolit);
- b. pH optimum (dengan TiO₂);
- c. pH optimum (dengan zeolit);
- d. pH optimum (dengan TiO₂-zeolit);
- e. H₂O₂ konsentrasi optimum (tanpa TiO₂, zeolit dan TiO₂-zeolit);
- f. H₂O₂ konsentrasi optimum (dengan TiO₂);
- g. H₂O₂ konsentrasi optimum (dengan zeolit); dan
- h. H₂O₂ konsentrasi optimum (dengan TiO₂-zeolit).

Masing-masing dibuat dengan volume akhir 25 mL dengan waktu degradasi selama 60 menit kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum larutan induk metil jingga.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan data hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- a. TiO₂-zeolit alam berhasil disintesis dengan metode sonikasi. Berdasarkan hasil XRF diketahui bahwa terjadi perubahan persentase Ti setelah proses pengembanan yang menunjukkan bahwa Ti telah berhasil diembankan pada zeolit alam. Berdasarkan karakterisasi XRD, keberhasilan pengembanan TiO₂ pada zeolit alam diketahui dengan munculnya puncak TiO₂ dan zeolit pada difraktogram TiO₂-zeolit. Kemudian berdasarkan data hasil UV-Vis DRS, TiO₂ anatas mengalami penurunan nilai energi celah pita dari 3,18 eV menjadi 3,12 eV setelah diembankan pada zeolit.
- b. Semakin rendah nilai pH, semakin tinggi persentase degradasi metil jingga. Persentase degradasi tertinggi dicapai oleh TiO₂-zeolit pada kondisi pH 2 dengan persen degradasi sebesar 51,9066%. Namun pada pH tersebut metil jingga telah mengalami perubahan struktur menjadi metil merah dan pergeseran panjang gelombang maksimum.
- c. Semakin tinggi konsentrasi H₂O₂, semakin tinggi persentase degradasi metil jingga. Persentase degradasi tertinggi dicapai oleh TiO₂-zeolit disertai penambahan H₂O₂ 30% dengan persen degradasi sebesar 89,4823%.

5.2 Saran

- a. Perlu dilakukan karakterisasi XRD pada zeolit alam sebelum diaktivasi untuk mengetahui apakah terjadi kerusakan struktur setelah proses aktivasi atau tidak.
- b. Penelitian ini perlu untuk dilakukan pada pH metil jingga ($>4,3$) untuk menghindari adanya perubahan struktur metil jingga menjadi metil merah.

DAFTAR PUSTAKA

- 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.
- Ahmadpour, A., Zare, M., Behjoomanesh, M., dan Avazpour, A. 2015. Photocatalytic Decolorization of Methyl Orange Dye Using Nano-Photocatalyst. *Adances in Environmental Technology*, 3 : 121-127.
- Ahonen, P. 2001. Aerosol Production and Crystallization of Titanium dioxide from Metal Alkoxide Droplets. *Dissertation*. Finland: Helsinki University of Technology.
- Al-Basthomi, I.A. 2016. Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (III) Menggunakan Metode Sonikasi. *Skripsi*. Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Alghamdi, A.A., Al-Odayni, A., Saeed, W.S., Almutairi, M.S., Alharthi, F.A., Aouak, T., and Al-Kahtani, A. 2019. Adsorption of Azo Dye Methyl Orange from Aqueous Solutions Using Alkali-Activated Polypyrrole-Based Graphene Oxide. *Molecules*, 24 (3685) : 1-17.
- Al-Kdasi, A., Idris, A., Saed, K., dan Guan, C.T. 2004. Treatment of Textile Wastewater by Advanced Oxidation Processes. *Global Nest: the International Journal*, 6: 222-230.
- Al-Qur'an Al-Kariem.
- Amalia, S., Khalifah, S.N., Barroroh, H., Muiz, A., Rahmatullah, A., Aini, N., Aqli, M.R., Umam, M.N., Isnaini, I.A., dan Suryana, R. 2019. Biodiesel Production from Castor Oil Using Heterogeneous Catalyst KOH/Zeolite of Natural Zeolite Bandung Indonesia. *Article*.
<https://www.researchgate.net/publication/334315948>
- Andayani, W., dan Sumartono, A. 2007. The Use of TiO₂-Zeolite as a Catalyst on the Degradaton Process of Erionil Red Dye. *Indonesian Journal of Chemistry*, 7(1): 141-146.
- Andronic, L., dan Duta, A. 2008. Influence of pH and H₂O₂ on dyes Photodegradation. *Physica Status Solidi*, 5(10): 3332-3337.
- Astuti, dan Ningsih, S. 2017. Sinstesis dan Karakterisasi Nanopartikel Titanium Dioksida (TiO₂) Menggunakan Metode Sonokimia. *Jurnal Ilmu Fisika*, 9(1): 26-32.
- Aziztyana, A.P., Wardhani, S., Prananto, Y.P., Purwonugroho, D., dan Darjito. 2019. Optimisation of Methyl Orange Photodegradation Using TiO₂-Zeolite Photocatalyst and H₂O₂ in Acid Condition. *Materials Sciences and Engineering*, 546: 2-8.

- Barka, N., Nounah, A., dan Assabbane, A. 2008. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange with Immobilized TiO₂ Nanoparticles: Effect of pH and Some Inorganic Anions. *Physical Chemistry News*, 41 : 85-88.
- Brouwer, P. 2006. *Theory of XRF*. The Netherlands: PANalytical BV.
- Buchori, L. dan Budiyono. 2003. Aktivasi Zeolit dengan Menggunakan Perlakuan Asam dan Kalsinasi. *Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2003*.
- Callister, J.W.D. 2003. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. New York : John Wiley & Sons, Inc.
- Chen, Y.F., Lee, C.Y., Yeng, M.Y., dan Chiu, H. 2003. The Effect of Calcination Temperature on The Crystallinity of TiO₂ Nanopowders. *Journal of Crystal Growth*, 247 (3-4): 363-370.
- Chen, Z.W., Gibson, W.M., dan Huang, H. 2008. High Definition X-Ray Fluorescence: Principles and Techniques. *X-Ray Optics and Instrumentation*. DOI:10.1155/2008/318171
- Chetam, D.A. 1992. *Solid State Compound*. London: Oxford University Press.
- Choi, W. 2006. Pure and Modified TiO₂ Photocatalysts and Their Environmental Applications. *Catalysis Surveys from Asia*, 10(1): 16-28.
- Chunfeng, W., Jiansheng, L., Lianjun, W., Xiuyun, S., dan Jiajia, H. 2009. Adsorption of Dye from Wastewater by Zeolites Synthesized from Fly Ash: Kinetic and Equilibrium Studies. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 17(3): 513-521.
- Danielson, S.J., 1996. *Thin-Film Immunoassays*. Cambridge: Academic Press.
- Deka, P.T. 2019. Perbandingan Proses Fotodegradasi Pada Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Zeolit, Katalis Fe₂O₃-Zeolit dan Sinar UV. *Journal of Pharmacy and Science*, 4(2): 71-76.
- Delmifiana, B., dan Astuti. 2013. Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Metode Kopersipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 2(3): 186-189.
- Dewi, A.M., Widayatno, W.B., dan Kusumawati, Y. 2019. Perbandingan Efektivitas Dekolorisasi Fotokatalitik Metilen Biru dan Metil Jingga menggunakan Semikonduktor ZnO pada Variasi pH. *Jurnal Riset Kimia*, 10(2).
- Effendy. 2016. *Perspektif Baru Ikatan Ionik*. Edisi 3. Malang: Bayumedia Publishing dan Indonesian Academic Publishing.
- Endang, W., Regina, T.P., dan Utomo, M.P. 2011. Pola Adsorpsi Zeolit Terhadap Pewarna Azo Metil Merah Dan Metil Jingga. *Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta*.
- Estiaty, L.M. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit-TiO₂ dari Zeolit Alam Termodifikasi. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 11(3) : 181-190.
- Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., dan Kamalia. 2006. Titanium Oxide Dispersed On Natural Zeolite (TiO₂/Zeolite) and Its Application For

- Congo Red Photodegradation. *Indonesian Journal of Chemistry*, 6(1): 38-42.
- Fatimah, H. 2020. Aktivitas Degradasi Zat Warna Indigosol Biru Menggunakan Fotokatalis TiO₂/Zeolit Alam. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Getoff, N. 1995. Radiation-Induced Degradation of Water Pollutants-State of The Art. *Radiation Physics Chemistry*, 47(4) : 581-593.
- Ghoffar, M.A. 2005. *Terjemah Tafsir Ibnu Katsir*. Jakarta: Pustaka Imam asy-Syafi'i.
- Guivarch, E.Z. 2004. Organic Pollutant Treatment in Aqueous Medium by Electrochemical Advanced Oxidation Process Electro-Fenton: Application to The Mineralization of Synthetic Dyes. *Thesis*. France: University of Marne-La-Valle.
- Gunlazuardi, J. 2001. Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya. *Seminar Nasional Kimia Fisika II*. Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia.
- Guo, C., Xu, J., He, Y., Zhang, Y., dan Wang, Y. 2011. Photodegradation of Rhodamine B and Methyl Orange Over One-Dimensional TiO₂ Catalysts Under Simulated Solar Irradiation. *Applied Surface Science*, 257: 3798-3803.
- Hadi, H.M., dan Wahab, H.S. 2015. Visible Light Photocatalytic Decolourization of Methyl Orange Using N-Doped TiO₂ Nanoparticles. *Journal of Al-Nahrain University*, 18 (3): 1-9.
- Hartini, E. 2011. Modifikasi Zeolit Alam dengan ZnO untuk Degradasi Fotokatalis Zat Warna. *Tesis*. Depok: Universitas Indonesia.
- Hasibuan, R.A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam dengan TiO₂ untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Hindaryawati, N. 2020. *Fotokatalis dalam Pengolahan Limbah Tekstil*. Yogyakarta: Deepublish.
- Huang, Y.U., Zeung, X., Yin, Z., Tao, F., dan Hou, K. 2007. Preparation of Nitrogen-doped TiO₂ Nanoparticle Catalyst and Its Catalytic Activity Under Visible Light. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 15(16): 802-807.
- Huang, M., Xu, C., Wu, Z., Huang, Y., Lin, J., dan Wu, J. 2008. Photocatalytic Discolorization of Methyl Orange Solution by Pt Modified TiO₂ Loaded On Natural Zeolite. *Dyes and Pigments*, 77: 327-334.
- Ilmi, D.R. 2020. Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Fotokatalis TiO₂-N/Zeolit yang Disintesis dengan Metode Sonikasi. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Islam, M.M., dan Basu, S. 2015. Effect of Morphology and pH On (Photo)Electrochemical Degradation of Methyl Orange Using TiO₂/Ti

- Mesh Photocathode Under Visible Light. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 3: 2323–2330.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: Penerbit ITB.
- Jain, A., dan Vaya, D. 2017. Photocatalytic Activity of TiO₂ Nanomaterial. *Journal of the Chilean Chemical Society*, 62(4).
- Jamaludin, A., dan Adiantoro, D. 2014. Analisis Kerusakan *X-Ray Fluorescence* (XRF). *Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN*, (9-10): 19-28.
- Kaneko, M., dan Okura, I. 2002. *Photocatalyst, Science and Technology*. Japan: Springer Science.
- Khafifudin, B. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas dengan Metode Sonikasi Variasi Suhu dan Waktu Kalsinasi. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Kodom, T., Amouzou, E., Djaneye-Boundjou, G., dan Bawa, L.M. 2012. Photocatalytic Discoloration of Methyl Orange and Indigo Carmine on TiO₂ (P25) Deposited on Conducting Substrates: Effect of H₂O₂ and S₂O₈²⁻. *International Journal of Chemical Technology*, 4(2): 45-56.
- Komala, P.S., Ananthi, N., Effendi, A.J., Wenten dan Wisnusuprpto. 2008. Pengaruh Variasi Waktu Retensi Hidrolis Reaktor Anoksik terhadap Biodegradasi Zat Warna Azo Reaktif Menggunakan Bioreaktor Membran Aerob-Anoksik. *Jurnal Penelitian ITB*, 4(4): 87-92.
- Kuo, W.G. 1992. Decolorizing Dye Wastewater with Fenton's Reagent. *Water Research*, 26(6): 881-886.
- Kustiningsih, I., Restiani, R., Raharja, Teja., Hasna, A., dan Sari, D.K. 2020. Degradation of Methyl Violet Using TiO₂-Bayah Natural Zeolite Photocatalyst. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*, 15(1): 10-20.
- Lestari, D.N. 2009. Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped TiO₂ dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA). *Skripsi*. FMIPA. Depok: Universitas Indonesia.
- Lestari, D.Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010 Jurdik Kimia UNY 54th*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Linsebliger, A.L., Guangquan, L., dan Yates, J.T. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*, 95: 735-758.
- Liu, S., Lim, M., dan Amal, R. 2014. TiO₂-coated Natural Zeolite: Rapid Humic Acid Adsorption and Effective Photocatalytic Regeneration. *Chemical Engineering Science*, 105: 46-52.
- Mahi, D.H.A. 2021. Karakterisasi dan Adsorpsi Zat Warna *Methyl Orange* Menggunakan Zeolit Alam dengan Variasi Konsentrasi HCl. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Marunung, R., Hasibuan, R., dan Irvan. 2004. Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob-Aerob. *e-USU Repository*.
- Maraghi, S.S.M. 1946. *Tafsir Al-Maraghi*. Kairo: Mushtofa Al-Babi Al-Halabi.
- Ming-Chun, L., dan Chiu-Ping C. 2007. Effect of Ferric Ions on the Photocatalytic Oxidation of 2-Chlorophenol With 256 and 365 nm UV Lights. *Journal of Environmental Science and Health*, 17(32): 249-256.
- Mustakim. 2017. Pendidikan Lingkungan Hidup dan Implementasinya dalam Pendidikan Islam (Analisis Surat Al-A'raf Ayat 56-58 Tafsir Al Misbah Karya M. Quraish Shihab). *Journal of Islamic Education (JIE)*, 2(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*, 13(2).
- Naimah, S., Silvie, A.A., Bumiarto, N.J., Novi, N.A., dan Agustina A.C. 2014. Degradasi Zat Warna pada Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Nanokomposit TiO₂-Zeolit. *Jurnal Kimia Kemasan*, 36: 225-236.
- Nam, W., Kim J., dan Han, G. 2002. Photocatalytic Oxidation of Methyl Orange in A Three-Phase Fluidized Bed Reactor. *Chemosphere*, 47: 1019-1024.
- Niu, P. 2013. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO₂ Suspensions. *Asian Journal of Chemistry*, 25(2) : 1103-1106.
- Nugroho, R.T., dan Fajriati, I. 2017. Efektivitas Fotodegradasi Zat Warna *Alizarine Red-S* Menggunakan Oksidator Hidrogen Peroksida (H₂O₂) dan Fotokatalis TiO₂. *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 2(2): 26-37.
- Oakes, J., dan Gratton, P. 1998. Kinetic Investigation of The Oxidation of Methyl Orange and Substitued Arylazonaphthol Dyes by Peracids in Aqueous Solution. *Journal of the Chemical Society, Perkin Transactions*, 2: 2563-2568.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Pijarn, N., Jiemsirilers, S., dan Jinawath, S. 2013. Effect of Sample Separation Processing Techniques on Particle Size and Photocatalytic activity of TiO₂ from Microwave-Assisted Synthesis. *International Journal of Materials, Mechanics, and Manufacturing*, 1(3) : 269-273.
- Prasetya, N.B.A., Haris, A., dan Gunawan. 2012. Pengaruh Ion Logam Cd(II) dan pH Larutan Terhadap Efektifitas Fotodegradasi Zat Warna Remazol Black Menggunakan Katalis TiO₂. *Molekul*, 7(2): 143-152.
- Pratama, H. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Suspensi Nanopartikel TiO₂ Berbasis Medium Air. *Tesis*. Depok: Universitas Indonesia.

- Putri, S.E., dan Side, S. 2021. The Effect of Ratio Zeolite and TiO₂ Toward The Particle Size of Zeolite/TiO₂ Composites. *Journal of Nanomaterials*, 5953609: 1-13.
- Rahman, A., Nurjayadi, M., Wartilah, R., Kusriani, E., Prasetyanto, E.A., dan Degermenci, V. 2018. Enhanced Activity of TiO₂/Natural Zeolite Composite for Degradation of Methyl Orange under Visible Light Irradiation. *International Journal of Technology*, 6: 1159-1167.
- Rahman, T., Fadhlulloh, M.A., Nandiyanto, A.B., dan Mudzakir, A. 2014. Review: Sintesis Titanium Dioksida Nanopartikel. *Jurnal Integrasi Proses*, 5(1): 15-29.
- Ramadhana, A.K., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2013. Fotodegradasi Zat Warna *Methyl Orange* Menggunakan TiO₂-Zeolit dengan Penambahan Ion Persulfat. *Kimia Student Journal*, 1(2): 168-174.
- Riyani, K., Setyaningtyas, T., dan Dwiasih, D.W. 2012. Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO₂-Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari. *Valensi*, 2(5): 581-587.
- Rohman, A. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Saadati, F., Keramati N., Ghazi, MM. 2016. Synthesis of Nanocomposite Based on Semnan Natural Zeolite for Photocatalytic Degradation of Tetracycline Under Visible Light. *Advances in Environmental Technology*, 2(2): 63-70.
- Safrihsyah, dan Fitriani. 2014. Agama dan Kesadaran Menjaga Lingkungan Hidup. *Substantia*, 16(1): 61-78.
- Sagita, F.E. 2018. Sintesis dan Karakterisasi TiO₂/Zeolit Variasi Komposisi dengan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Sari, D.K., Lestiani, D.D., Atmodjo, D.P.D., dan Adventini, N. 2015. Pengaruh Efek Scattering Penggunaan Inserted Sample Holder pada EDXRF Epsilon5. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir 2015*.
- Sasti, H.T. 2011. Studi Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida Mesopori. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Sene, R.A., Moriadi G.R., dan Sharifina, S. 2017. Sono-Dispersion of TiO₂ Nanoparticles Over Clinoptilolite Used in Photocatalytic Hydrogen Production: Effect of Ultrasound Irradiation During Conventional Synthesis Methods. *Ultrasonics Sonochemistry*, 37: 491.
- Setiadi, P.A., dan Pertiwi, A., 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Untuk Konversi Senyawa ABE Menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS*, 0216-4183.
- Shankar, M.V., Anandan S., Venkatachalam, N., Arabindo, B., dan Murugesu, V. 2006. Fine route for an efficient removal of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) by zeolite-supported TiO₂. *Chemosphere*, 63(1): 1014-1021

- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati
- Sholeh, M., dan Setyorini, I. 2014. Tinjauan Penggunaan Advanced Oxidation Processes (AOPs) Untuk Pengolahan Air Limbah Industri Penyamakan Kulit. *Prosiding Seminar Nasional Kulit, Karet, dan Plastik ke-3 Yogyakarta*.
- Silviyanti, I. 2012. Pengolahan Zat Warna Tekstil Metil Jingga Menggunakan Bentonit Terpillar TiO₂. *Skripsi*. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Sirimahachai, U., Phongpaichit, S., dan Wongnawa, S. 2009. Evaluation of Bactericidal Activity of TiO₂ Photocatalysts : a Comparative Study of Laboratory-made and Commercial TiO₂ Samples. *Songklanakarin Journal of Science & Technology*, 31(5): 517-525.
- Smallman, R., dan Bishop, R. 1999. *Modern Physics Metallurgy and Materials Engineering*. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Stephanson, C.J., Stephanson, A.M., dan Flanagan, G.P. 2003. Evaluation of Hydroxyl Radical-Scavenging Abilities of Silica Hydride, an Antioxidant Compound, by a Fe²⁺-EDTA-Induced 2-Hydroxyterephthalate Fluorometric Analysis. *Journal of Medicinal Food*, 6(3): 249-253.
- Suherndi, A., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2014. Studi Pengaruh Penambahan Hidrogen Peroksida (H₂O₂) Terhadap Degradasi *Methylene Blue* Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Bentonit. *Kimia Student Journal*, 2(2): 569-575.
- Suslick, K.S., dan Price, G.J. 1999. Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Annual Review of Materials Science*, 29: 295-326.
- Sutarti, M., dan Rachmawati, M. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah LIPI.
- Sutisna, Edy, W., Mamat, R., Dui, Y.R., Riri, M., Khairurrijal, dan Mikrajuddin, A. 2017. Batik Wastewater Treatment Using TiO₂ Nanoparticles Coated on the Surface of Plastic Sheet. *Procedia Engineering*, 170: 78-83.
- Svehla, G. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Ke-5 Bagian I*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Thomas, O., dan Burgess, C. 2007. *UV-Vis Spectrophotometry of Water and Wastewater*. Brazil : Elsevier Science and Technology.
- Timuda, G.E., Maddu, A., dan Irmansyah, W.B. 2010. Sintesis Partikel Nanocrystalline TiO₂ untuk Aplikasi sel Surya menggunakan Metode Sonokimia. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIV HFI*, 104-109.
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi J. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ Sebagai Fotokatalisis: Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, 5(2): 81-91.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin*, 10: 269-282.

- Trivana, L., Sugiarti, A., dan Rohaeti, E. 2015. Sintesis Zeolit dan Komposit Zeolit/TiO₂ dari Kaolin Serta Uji Adsorpsi-Fotodegradasi Biru Metilena. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 11(2): 147-162.
- Utubira, Y. 2006. Preparation and Characterization of TiO₂-Zeolite and its Application to Degrade Textile Wastewater by Photocatalytic Method. *Indonesian Journal of Chemistry*, 6(3): 231-237.
- Wang, S., dan Yuelian, P. 2010. Natural Zeolite as Effective Adsorbents in Water and Wastewater Treatment. *Chemical Engineering Journal*, 156(1): 11-24.
- Wardhani, S., Rachmat, T.T., Deka, P.T., dan Jannah, A.R. 2015. Sintesis Fotokatalis Fe₂O₃-Zeolit Untuk Uji Fotodegradasi Zat Warna Jingga Metil. *Prosiding SEMIRATA 2015 bidang MIPA BKS-PTN Barat*. Universitas Tanjungpura, Pontianak.
- Wildan, A., Anastasia, S.P., dan Ebta, N.A. 2017. Pengolahan Limbah Batik dengan Metode Fotokatalitik di Desa Gemawang Kabupaten Semarang. *Abdimas Unwahas*, 2(2): 45-49.
- Zhang, W., Kuanling, W., Yang, Y., dan Hongbo, H. 2010. TiO₂/HSZ-5 Nano-composite Photocatalyst: HCl treatment of NaZSM-5 promotes photocatalytic degradation of methyl orange. *Jurnal Shenyang Ligong University*, 163: 62-67.
- Zhang, J. dan Nosaka, Y. 2014. 2014. Mechanism of The OH Radical Generation in Photocatalysis with TiO₂ of Different Crystalline Types. *The Journal of Physical Chemistry C*, 118(20) : 10824-10832.
- Zhong, S., Zhang, F., Yuan, B., Zhao, P., Jia, L., dan Zhang, S. 2016. Synthesis of PVP-BiO₂WO₆ Photocatalyst and Degradation of Tetracycline Hydrochloride under Visible Light. *Journal of Material Science*, 27(3): 3011-3020.