

**PENGARUH LAMA PENYINARAN DAN MASSA KATALIS TERHADAP
EFEKTIVITAS DEGRADASI *METHYL RED* MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

Oleh :
KRISTA FIRDAUS SUWARNO PUTRI
NIM. 17630074



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

**PENGARUH LAMA PENYINARAN DAN MASSA KATALIS TERHADAP
EFEKTIVITAS DEGRADASI *METHYL RED* MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

**Oleh :
KRISTA FIRDAUS SUWARNO PUTRI
NIM. 17630074**

**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 LAMA PENYINARAN DAN MASSA KATALIS TERHADAP
EFEKTIVITAS DEGRADASI METHYL RED MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

**Oleh:
KRISTA FIRDAUS SUWARNO PUTRI
NIM 17630074**

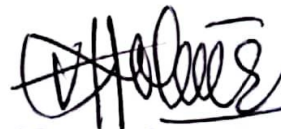
**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 14 Juni 2022**

Pembimbing I



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

Pembimbing II



**Nur Aini, M.Si.
NIP. 19840608 20160801 2 070**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi,**



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


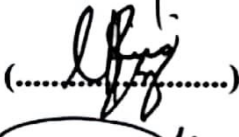

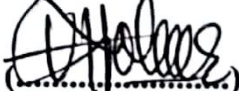
**PENGARUH LAMA PENYINARAN DAN MASSA KATALIS TERHADAP
EFEKTIVITAS DEGRADASI METHYL RED MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS TiO₂-ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

**Oleh:
KRISTA FIRDAUS SUWARNO PUTRI
NIM 17630074**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 14 Juni 2022**

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

| | | |
|----------------------------|--|---|
| Ketua Penguji | : Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821101 200901 2 007 |  |
| Anggota Penguji I | : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si NIP. 19831226 201903 2 008 |  |
| Anggota Penguji II | : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239 |  |
| Anggota Penguji III | : Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009 |  |

**Mengetahui,
Ketua Program Studi,**



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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini

Nama : Krista Firdaus Suwarno Putri

NIM : 17630074

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Pengaruh Lama Penyinaran dan Massa Katalis Terhadap Efektivitas Degradasi *Methyl Red* Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 3 Juni 2022
Yang Membuat Pernyataan,



Krista Firdaus Suwarno Putri
NIM. 17630074

MOTTO

“Selalu ada harapan bagi mereka yang berdoa dan selalu ada jalan bagi mereka yang sering berusaha. Karena usaha yang diiringi doa akan membuahkan hasil yang terbaik”

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk belajar dan berkarya hingga dapat menghasilkan naskah skripsi ini dengan sebaik mungkin. Pertama, penulis mempersembahkan naskah skripsi ini untuk Alm. Ayah Suwarno, yang telah mengajarkan penulis untuk tetap tegar, sabar, dan tidak mengeluh dalam menghadapi berbagai cobaan. Kedua, penulis persembahkan hasil karya ini kepada ibu tercinta, Nurkhayati. Beliau lah yang mengajarkan penulis untuk tetap teguh dan bersemangat dalam menjalani hidup karena hidup itu hanya sekali. Jadi, jangan sia-siakan hidup. Selagi masih bisa dijalani, tidak ada kata untuk menyerah. Ketiga, tak lupa kepada kakak satu-satunya yaitu Prisma Pradana Suwarno Putri yang telah mengajarkan penulis banyak hal terutama dalam kerja keras karena sukses bukan datang sendiri melainkan usaha dan doa yang harus silih berganti.

Tak lupa, Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, selaku pembimbing kimia dan Ibu Nur Aini selaku pembimbing agama yang telah memberikan arahan, kritik, dan saran selama penyelesaian naskah skripsi ini. Teman seperjuangan sekaligus sahabat terbaik sepanjang masa, Idhea Permei terima kasih telah menemaniku dalam suka dan duka. Untuk keluarga kelas B kimia 2017 dan Chem Girls SKD01 yang namanya tak bisa disebutkan satu per satu terima kasih juga telah memberikan semangat serta mengajarkan arti kebersamaan dan kesabaran dalam menjalani berbagai hal.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum wr. wb

Puji syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah Swt. karena berkat rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan seminar hasil yang berjudul **“Pengaruh Lama Penyinaran dan Massa Katalis Terhadap Efektivitas Degradasi *Methyl Red* Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam”**. Sholawat serta salam penulis curahkan kepada junjungan Nabi Muhammad saw. yang telah menuntun umat manusia menuju jalan kebenaran. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi suksesnya penyusunan proposal penelitian ini, karena tentu saja penulis tidak dapat mengerjakan segala hal tanpa bantuan dari pihak lain. Oleh karena itu, pada kesempatan ini dengan segala kerendahan hati, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orang tua dan kakak penulis yang selalu memberi dukungan penuh, doa, serta semangat yang tiada henti
2. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, M.A., selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si., selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

5. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Kimia yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan proposal penelitian sampai dengan skripsi
6. Ibu Nur Aini, M.Si., selaku Dosen Pembimbing Agama yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan proposal penelitian sampai dengan skripsi
7. Ibu Suci Amalia, M.Sc. dan Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si., selaku penguji utama dan anggota penguji I dalam sidang skripsi penulis yang selalu memberikan saran terhadap isi naskah skripsi, sehingga penyusunan naskah skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
8. Segenap dosen dan staff Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah meluangkan waktu sekaligus memberikan dukungan sarana dan prasana dalam penyusunan skripsi
9. Laboran jurusan kimia yaitu Mbak Is, Mbak Susi, Mbak Rika, Mbak Mei, Mas Abi, Pak Royyan, dan Pak Taufik yang telah banyak pembantu penulis selama proses penelitian.
10. Sahabat-sahabat penulis yang telah memberikan motivasi dan dukungan dalam penyusunan proposal hingga skripsi dari kelas kimia 2017, teman sekamar ChemGirls SKD01, dan teman sebimbingan anorganik yang penulis sayangi
11. Seluruh pihak yang telah memberikan bantuan, dukungan dan bimbingan yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan proposal penelitian ini masih terdapat kekurangan, maka dari itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun agar penyusunan skripsi ini dapat membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan penelitian selanjutnya.

Wassalamualaikum wr. wb

Malang, 3 Juni 2022

Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|---|-----------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PERSETUJUAN | ii |
| HALAMAN PENGESAHAN..... | iii |
| PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN..... | iv |
| MOTTO | v |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | vi |
| KATA PENGANTAR..... | vii |
| DAFTAR ISI..... | x |
| DAFTAR TABEL | xii |
| DAFTAR GAMBAR..... | xiii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiv |
| ABSTRAK | xv |
| ABSTRACT..... | xvi |
| مستخلص البحث..... | xvii |
| | |
| BAB I PENDAHULUAN..... | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 6 |
| 1.3 Tujuan..... | 6 |
| 1.4 Batasan Masalah..... | 7 |
| 1.5 Manfaat..... | 7 |
| | |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA..... | 8 |
| 2.1 Zat Warna <i>Methyl Red</i> | 8 |
| 2.2 Material Semikonduktor TiO ₂ Sebagai Fotokatalis | 10 |
| 2.3 Zeolit Sebagai Material Pendukung | 15 |
| 2.4 Sintesis TiO ₂ -Zeolit Dengan Metode Sonikasi | 19 |
| 2.5 Karakterisasi Material Hasil Sintesis | 21 |
| 2.5.1 Karakterisasi dengan XRD (<i>X-ray Diffraction</i>) | 21 |
| 2.5.2 Karakterisasi dengan FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>) | 23 |
| 2.5.3 Karakterisasi dengan UV-Vis/DRS (<i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>) | 24 |
| 2.6 Aktivitas Fotodegradasi Limbah Zat Warna | 26 |
| 2.7 Perspektif Islam Tentang Pencemaran Lingkungan Akibat Limbah Zat Warna | 29 |
| | |
| BAB III METODE PENELITIAN | 33 |
| 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian | 33 |
| 3.2 Alat dan Bahan | 33 |
| 3.2.1 Alat | 33 |
| 3.2.2 Bahan..... | 33 |
| 3.3 Rancangan Penelitian | 34 |
| 3.4 Tahapan Penelitian | 34 |
| 3.5 Prosedur Penelitian..... | 35 |
| 3.5.1 Preparasi Zeolit | 35 |
| 3.5.2 Aktivasi Zeolit..... | 35 |

| | |
|---|-----------|
| 3.5.3 Sintesis TiO ₂ -Zeolit Alam dengan Metode Sonikasi | 36 |
| 3.5.4 Karakterisasi Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit Alam | 36 |
| 3.5.4.1 Identifikasi Struktur Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit Alam dengan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>) | 36 |
| 3.5.4.2 Identifikasi Gugus Fungsi dengan FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>) | 36 |
| 3.5.4.3 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi <i>Band Gap</i> dengan UV-Vis/DRS (<i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>) | 37 |
| 3.5.5 Pembuatan Kurva Standar <i>Methyl Red</i> Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis | 38 |
| 3.5.5.1 Pembuatan Larutan Induk <i>Methyl Red</i> 100 ppm | 38 |
| 3.5.5.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Methyl Red</i> | 38 |
| 3.5.5.3 Pembuatan Larutan Kurva Standar <i>Methyl Red</i> | 39 |
| 3.5.6 Uji Efektivitas Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> | 39 |
| 3.5.6.1 Pengaruh Variasi Lama Penyinaran Terhadap Efektivitas Fotodegradasi | 39 |
| 3.5.6.2 Pengaruh Variasi Massa Katalis TiO ₂ -Zeolit Terhadap Efektivitas Fotodegradasi | 40 |
| 3.5.6.3 Efektivitas Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> Menggunakan Katalis TiO ₂ -Zeolit Alam | 40 |
| 3.5.7 Analisis Data | 41 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | 44 |
| 4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit | 44 |
| 4.2 Sintesis TiO ₂ -Zeolit | 45 |
| 4.3 Karakterisasi TiO ₂ -Zeolit | 47 |
| 4.3.1 Analisis Karakterisasi Struktur Fotokatalis dengan XRD | 47 |
| 4.3.2 Analisis Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR | 49 |
| 4.3.3 Analisis Daerah Serapan <i>Band Gap</i> dengan UV-Vis/DRS | 52 |
| 4.4 Uji Aktivitas Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> dengan Fotokatalis TiO ₂ -Zeolit Alam | 55 |
| 4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Methyl Red</i> | 55 |
| 4.4.2 Penentuan Kurva Standar <i>Methyl Red</i> | 56 |
| 4.4.3 Pengaruh Lama Penyinaran Terhadap Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> | 57 |
| 4.4.4 Pengaruh Massa Katalis Terhadap Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> | 60 |
| 4.4.5 Efektivitas Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> pada Kondisi Optimum | 62 |
| 4.5 Pembuatan Material Fotokatalis dalam Perspektif Islam | 65 |
| BAB V PENUTUP | 69 |
| 5.1 Kesimpulan | 69 |
| 5.2 Saran | 69 |
| DAFTAR PUSTAKA | 70 |
| LAMPIRAN | 78 |

DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 2.1 Komposisi kimia dari zeolit alam (%berat) | 17 |
| Tabel 3.1 Rancangan penelitian uji efektivitas fotodegradasi | 34 |
| Tabel 4.1 Ukuran kristal beberapa fotokatalis | 48 |
| Tabel 4.2 Perbandingan serapan gugus fungsional dari zeolit alam dan TiO-zeolit | 51 |
| Tabel 4.3 Energi celah pita dan daerah serapan panjang gelombang | 54 |
| Tabel 4.4 Signifikansi pengaruh lama penyinaran terhadap fotodegradasi <i>methyl red</i> | 59 |
| Tabel 4.5 Signifikansi pengaruh massa katalis terhadap fotodegradasi <i>methyl red</i> | 62 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|--|----|
| Gambar 2.1 Struktur zat warna <i>methyl red</i> | 8 |
| Gambar 2.2 Mekanisme fotodegradasi <i>methyl orange</i> pada fotokatalis TiO ₂ | 10 |
| Gambar 2.3 <i>Band gap</i> dari beberapa fotokatalis | 11 |
| Gambar 2.4 Mekanisme reaksi fotokatalis semikonduktor TiO ₂ | 12 |
| Gambar 2.5 Struktur kristal TiO ₂ rutil, anatase, dan brookit | 13 |
| Gambar 2.6 Aktivitas fotokatalis TiO ₂ dalam mendegradasi <i>methyl orange</i> | 14 |
| Gambar 2.7 Struktur dari zeolit mordenit | 16 |
| Gambar 2.8 Struktur (a) zeolit teraktivasi dan (b) TiO ₂ /zeolit | 18 |
| Gambar 2.9 Aktivitas fotokatalis TiO ₂ -zeolit dalam mendegradasi <i>methyl orange</i> | 18 |
| Gambar 2.10 Alat sonikasi | 20 |
| Gambar 2.11 Difraktogram XRD dari zeolit dan TiO ₂ /zeolit | 22 |
| Gambar 2.12 Spektra FTIR dari zeolit dan TiO ₂ /zeolit | 24 |
| Gambar 2.13 Spektra UV-Vis/DRS (a) absorbansi dan (b) energi celah pita dari HTOP (TiO ₂) dan MZTC (TiO ₂ -zeolit) | 26 |
| Gambar 2.14 Perbandingan penyinaran sinar matahari dan UV terhadap aktivitas fotodegradasi <i>methyl orange</i> | 27 |
| Gambar 2.15 Pengaruh lama penyinaran terhadap degradasi metilen biru | 28 |
| Gambar 2.16 Pengaruh massa katalis terhadap degradasi <i>methyl orange</i> | 28 |
| Gambar 4.1 Reaksi aktivasi zeolit dengan asam mineral | 45 |
| Gambar 4.2 Zeolit (a) sebelum teraktivasi dan (b) sesudah teraktivasi | 45 |
| Gambar 4.3 Sampel (a) TiO ₂ anatase (b) TiO ₂ -zeolit sebelum kalsinasi (c) TiO ₂ -zeolit sesudah kalsinasi | 46 |
| Gambar 4.4 Difraktogram XRD TiO ₂ anatase, zeolit alam, dan TiO ₂ -zeolit | 47 |
| Gambar 4.5 Spektra IR zeolit alam dan TiO ₂ -zeolit | 50 |
| Gambar 4.6 Grafik hubungan antara % reflektansi dengan panjang gelombang .. | 52 |
| Gambar 4.7 Grafik hubungan antara F(R) dengan panjang gelombang | 53 |
| Gambar 4.8 Nilai energi celah pita TiO ₂ dan TiO ₂ -zeolit | 54 |
| Gambar 4.9 Panjang gelombang maksimum <i>methyl red</i> | 55 |
| Gambar 4.10 Kurva standar <i>methyl red</i> | 57 |
| Gambar 4.11 Hasil degradasi variasi lama penyinaran | 58 |
| Gambar 4.12 Hasil degradasi variasi massa fotokatalis | 61 |
| Gambar 4.13 Struktur <i>methyl orange</i> pada pH basa (kuning) dan asam (merah) | 62 |
| Gambar 4.13 Perlakuan pada kondisi optimum | 63 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|---|-----|
| Lampiran 1. Rancangan penelitian..... | 78 |
| Lampiran 2. Diagram alir penelitian | 79 |
| Lampiran 3. Perhitungan..... | 86 |
| Lampiran 4. Dokumentasi..... | 88 |
| L.4.1 Preparasi dan aktivasi zeolit..... | 88 |
| L.4.2 Sintesis TiO ₂ -zeolit | 88 |
| L.4.3 Fotodegradasi <i>methyl red</i> | 89 |
| Lampiran 5. Hasil karakterisasi XRD | 89 |
| L.5.1 Zeolit Alam | 89 |
| L.5.2 TiO ₂ Anatas..... | 91 |
| L.5.3 TiO ₂ -Zeolit..... | 92 |
| L.5.4 Perhitungan Ukuran Kristal | 93 |
| Lampiran 6. Hasil Karakterisasi FTIR | 94 |
| L.6.1 Spektra FTIR Zeolit Alam | 94 |
| L.6.2 Spektra FTIR Zeolit Alam Sesudah Uji Fotodegradasi | 94 |
| L.6.3 Spektra FTIR Material Sintesis TiO ₂ -Zeolit | 95 |
| L.6.4 Spektra FTIR TiO ₂ -Zeolit Sesudah Uji Fotodegradasi | 95 |
| Lampiran 7. Hasil Karakterisasi UV-Vis/DRS | 96 |
| L.7.1 TiO ₂ Anatas | 96 |
| L.7.2 TiO ₂ -Zeolit | 96 |
| L.7.3 Zeolit..... | 97 |
| Lampiran 8. Uji Aktivitas Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> | 98 |
| L.8.1 Panjang Gelombang Maksimum <i>Methyl Red</i> | 98 |
| L.8.2 Penentuan Kurva Standar <i>Methyl Red</i> | 99 |
| L.8.3 Perhitungan Uji Aktivitas Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> | 100 |
| Lampiran 9. Hasil Analisis Statistik | 105 |
| L.9.1 Uji BNT Variasi Lama Penyinaran..... | 105 |
| L.9.2 Uji BNJ Variasi Massa Katalis | 106 |

ABSTRAK

Putri, K. F. S. 2021. **Pengaruh Lama Penyinaran dan Massa Katalis Terhadap Efektivitas Degradasi Methyl Red Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam.** *Skripsi.* Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Pembimbing II: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci: *methyl red*, fotokatalis, TiO₂-zeolit, sonikasi

Methyl red adalah limbah zat warna yang banyak digunakan oleh industri tekstil dan bersifat toksik terhadap lingkungan. Sebagian besar zat warna tekstil hilang selama proses pencelupan dan dilepaskan ke perairan sebagai limbah industri tekstil sehingga diperlukan metode yang dapat digunakan untuk menanggulangi limbah, salah satunya dengan fotodegradasi. TiO₂ adalah fotokatalis yang umum digunakan dan dipelajari karena memiliki kesetabilan secara kimiawi, tidak beracun, dan harga relatif terjangkau. Fotokatalis TiO₂ memiliki *band gap* yang cukup lebar yaitu 3,2 eV. Untuk meningkatkan kemampuan fotokatalitik dari TiO₂ dengan menurunkan energi *band gap*, maka diperlukan pengembangan ke material pendukung seperti zeolit alam.

TiO₂-zeolit alam disintesis dengan metode sonikasi. Hasil material sintesis dikarakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal, FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk mengetahui gugus fungsi serapan, dan UV-Vis/DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*) untuk mengetahui energi celah pita dan daerah serapan sinar panjang gelombang. Sampel fotokatalis diuji aktivitas fotodegradasi dengan pengaruh variasi lama waktu penyinaran dan massa katalis TiO₂-zeolit alam dengan diukur absorbansi menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Hasil karakterisasi XRD yang dilakukan terhadap sampel menunjukkan bahwa TiO₂-zeolit mengandung fasa anatase dan zeolit mordenit dengan ukuran kristal TiO₂-zeolit sebesar 25,88 nm. Berdasarkan hasil spektra FTIR didapatkan serapan pada 682-698 cm⁻¹ yang menunjukkan interaksi yang terjadi antara TiO₂ dengan pori luar zeolit. Data UV-Vis/DRS menunjukkan bahwa TiO dan TiO₂ menghasilkan *band gap* sebesar 3,13 dan 3,02 eV. Waktu optimum yang diperoleh pada proses fotodegradasi adalah 40 menit, sedangkan massa optimum fotokatalis TiO₂-zeolit adalah 100 mg

ABSTRACT

Putri, K. F. S. 2021. **The Effect of Irradiation Time and Catalyst Mass on the Effectiveness of Methyl Red Degradation Using TiO₂-Natural Zeolite Photocatalyst.** Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science dan Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Advisor II: Nur Aini, M.Si

Key words : methyl red, photocatalyst, TiO₂-zeolite, sonication

Methyl red is a dye waste that is widely used by the textile industry and it has toxic properties to the environment. Most of the textile dyes are lost during the dyeing process and it is released into the waters as textile industry waste, so the method used to overcome the waste is needed, one of which is photodegradation. TiO₂ is a photocatalyst that is commonly studied because it is chemically stable, non-toxic, and relatively inexpensive. TiO₂ photocatalyst has a fairly wide band gap of 3.2 eV. To increase the photocatalytic ability of TiO₂ by reducing the band gap energy, it is necessary to attach it to a supporting material such as natural zeolite.

TiO₂-natural zeolite is synthesized by sonication method. The results of the synthesis material are characterized by XRD (X-Ray Diffraction) to determine the crystal structure and crystal size, FTIR (Fourier Transform Infrared) to determine the absorption functional group, and UV-Vis/DRS (Diffuse Reflectance Spectroscopy) to determine the band gap energy and wavelength absorption region. Photocatalyst samples are tested by photodegradation activity with the effect of variations on irradiation time and mass of TiO₂-natural zeolite catalyst by measuring absorbance using UV-Vis spectrophotometry.

The results of XRD characterization carried out on the samples showed that TiO₂-zeolite contained anatase and mordenite zeolite phases with a crystal size of 25.88 nm TiO₂-zeolite. Based on the results of the FTIR spectra, the absorption is at 682-698 cm⁻¹ which shows the interaction that occurs between TiO₂ and the outer pore of the zeolite. UV-Vis/DRS data shows that TiO₂ and TiO₂-zeolite produce a band gap of 3.13 and 3,02 eV. The optimum time obtained in the photodegradation process is 40 minutes, while the optimum mass of TiO₂-zeolite photocatalyst is 100 mg.

مستخلص البحث

فرتري، ك، ف، س. 2021. تأثير زمن الإشعاع وكتلة المحفز على فاعلية تحلل برتقال الميثيل باستخدام محفز TiO_2 -الزيوليت الضوئي الطبيعي. البحث العلمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: لؤلؤة الحميدة عليا، ماجستير؛ المشرف الثاني: نور عيني، ماجستير.

الكلمات المفتاح: ميثيل برتقال، TiO_2 -زيوليت، المحفز الضوئي، الصوتنة.

الميثيل البرتقالي هو نفايات صبغية تستخدم على نطاق واسع في صناعة النسيج وهي سامة للبيئة. تُفقد معظم أصباغ النسيج أثناء عملية الصباغة ويتم إطلاقها في المياه كنفايات صناعة النسيج، لذلك هناك حاجة إلى طريقة يمكن استخدامها لمعالجة النفايات، أحدها هو التحلل الضوئي. TiO_2 هي عبارة عن محفز ضوئي يتم استخدامه ودراسته بشكل شائع لأنه مستقر كيميائياً وغير سام و سعر معقول نسبياً. المحفز الضوئي TiO_2 له فجوة نطاق عريضة إلى حد ما تبلغ 3.2 فولت. لزيادة قدرة التحفيز الضوئي لـ TiO_2 عن طريق تقليل طاقة فجوة النطاق، من الضروري إرفاقها بمادة داعمة مثل الزيوليت الطبيعي.

تم تصنيع TiO_2 الزيوليت الطبيعي بطريقة الصوتنة. تم تمييز نتائج مادة التوليف بواسطة XRD (حيود الأشعة السينية) لتحديد التركيب البلوري وحجم البلورة، FTIR (تحويل فورييه للأشعة تحت الحمراء) لتحديد مجموعة الامتصاص الوظيفية، و UV-Vis / DRS (مطياف الانعكاس المنتشر) لمعرفة طاقة فجوة النطاق ومنطقة امتصاص شعاع الطول الموجي. تم اختبار عينات المحفز الضوئي لنشاط التحلل الضوئي مع تأثير التغيرات في وقت التشعيع وكتلة محفز TiO_2 -الزيوليت الطبيعي عن طريق قياس الامتصاصية باستخدام مقياس الطيف الضوئي بالأشعة المرئية وفوق البنفسجية.

أظهرت نتائج توصيف XRD الذي تم إجراؤه على العينات أن TiO_2 -زيوليت يحتوي على مرحلة الأناتس و الزيوليت الحديث بحجم بلوري TiO_2 -زيوليت 25.88 نانومتر. بناءً على نتائج أطياف FTIR، يكون الامتصاص عند 682-698 cm^{-1} مما يوضح التفاعل الذي يحدث بين TiO_2 والمسام الخارجية للزيوليت. بيانات UV-Vis / DRS تظهر أن TiO_2 و TiO_2 تنتج فجوة نطاق 3.13 و 3.02 فولت. الوقت الأمثل الذي تم الحصول عليه في عملية التحلل الضوئي هو 40 دقيقة، بينما الكتلة المثلى لمحفز TiO_2 -الزيوليت الضوئي هي 100 مجم.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah cair yang dikeluarkan oleh industri tekstil mengandung berbagai zat pewarna yang berbahaya bagi lingkungan. Sebagian besar pewarna tersebut digunakan sebagai bagian dari pigmentasi bahan, kulit, kertas, dan produksi keramik dari pewarna azo (Azad dan Gajanan, 2017). Diperkirakan dari 1 hingga 15% pewarna hilang selama proses pencelupan dan dilepaskan ke perairan sebagai limbah industri tekstil. Pelepasan air limbah berwarna ini dapat mengganggu kehidupan organisme akuatik (Senthilkumaar, dkk., 2006). Pelepasan limbah zat pewarna tersebut ke ekosistem merupakan sumber polusi karena memiliki sifat stabil, toksik, dan *non-biodegradable* (Rashed dan El-Amin, 2007). Salah satu zat warna azo yang bersifat karsinogenik dan banyak digunakan dalam proses laboratorium dan sebagai pewarna dalam industri tekstil adalah *methyl red* (Andarini, dkk., 2013).

Methyl red adalah salah satu zat warna anionik yang mengandung gugus azo. Zat warna ini banyak digunakan pada proses pewarnaan dan indikator dalam penentuan titik akhir titrasi. Walaupun *methyl red* tidak terlalu berbahaya tetapi dapat menyebabkan hipersensitif dan alergi. Keberadaan zat warna dalam perairan dapat mengurangi serapan cahaya matahari sehingga mengganggu proses fotosintesis tanaman yang menyebabkan berkurangnya kadar oksigen dalam air (Madjid, dkk., 2015). Pembuangan zat warna tekstil ke lingkungan perairan juga menyebabkan berbagai macam penyakit yang mengganggu aktivitas penduduk di

sekitar wilayah tersebut. Allah berfirman dalam Surah Ar-Rum (30) ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ٤١

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

Shihab (2002) dalam *Tafsir al-Misbah* menjelaskan, kata *fasad* pada ayat di atas memiliki makna “keluarnya sesuatu dari keseimbangan. Baik sedikit ataupun banyak”. Kata ini digunakan untuk merujuk segala hal baik jasmani, jiwa lingkungan dan hal lain sebagai antonim dari *al-salah* (manfaat). Al-Marâgî (1974) dalam buku *Tafsîr al-Marâgî* menjelaskan bahwa surat Ar-Rum ayat 41 merupakan isyarat telah muncul berbagai kerusakan di dunia akibat dari perbuatan manusia yang merusak lingkungan karena tidak ada lagi kesadaran yang timbul dari dalam diri mereka dan agama tidak dapat berfungsi untuk mengekang hawa nafsu dalam melakukan tindakan tercela. Oleh sebab itu, Allah Swt. memberikan mereka balasan dari sebagian apa yang telah mereka kerjakan berupa kemaksiatan dan perbuatan-perbuatan yang berdosa agar mereka senantiasa bertaubat dan kembali ke jalan yang benar. Ibnu Katsir (1978) dalam buku *Tafsîr al-Qur’an al-Azîm* juga menerangkan bahwa balasan dari orang-orang yang berbuat kerusakan di bumi adalah berkurangnya hasil tanam-tanaman dan buah-buahan. Semakin besar kerusakan yang ditimbulkan, maka semakin buruk pula pembalasan-Nya.

Terdapat berbagai metode yang dikembangkan oleh untuk menanggulangi dampak pencemaran lingkungan akibat limbah zat warna, antara lain adsorpsi, biodegradasi serta metode kimia seperti klorinasi dan ozonasi. Metode-metode tersebut walaupun cukup efektif namun memerlukan biaya operasional yang tidak sedikit sehingga perlu dicari alternatif lain yang relatif lebih murah dan efektif. Oleh

sebab itu, dikembangkan metode-metode yang lebih modern seperti koagulasi kombinasi, oksidasi elektrokimia, flokulasi, osmosis balik dan adsorpsi menggunakan karbon aktif. Namun metode-metode ini juga memiliki banyak kelemahan yaitu munculnya permasalahan baru seperti dihasilkannya fasa baru yang mengandung polutan yang lebih terkonsentrasi (Wijaya, dkk., 2005).

Salah satu teknologi yang banyak dikembangkan untuk mendegradasi berbagai limbah industri adalah proses fotokatalisis atau fotodegradasi. Fotokatalisis merupakan proses reaksi kimia yang dibantu adanya cahaya dan katalis (Andarini, dkk., 2013). Fotokatalisis dapat digunakan untuk menghancurkan pewarna menggunakan katalis semikonduktor di bawah iradiasi cahaya. Proses ini melibatkan akumulasi polutan pada permukaan fotokatalis yang kemudian difotodegradasi oleh spesies reaktif pada penyinaran dengan cahaya dengan panjang gelombang yang sesuai (Nyamukamba, dkk., 2017). Metode fotodegradasi dipilih karena merupakan metode yang efektif dalam menguraikan senyawa polutan menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti H_2O dan CO_2 (Irwan, dkk., 2016). Prinsip fotodegradasi adalah adanya loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada logam semikonduktor jika dikenai suatu energi foton. Loncatan elektron ini menyebabkan timbulnya *hole* (lubang elektron) yang dapat berinteraksi dengan pelarut (air) membentuk radikal $OH\bullet$. Radikal bersifat aktif dan dapat berlanjut untuk menguraikan senyawa organik target (Fatimah dan Wijaya, 2005).

TiO_2 adalah fotokatalis yang paling banyak digunakan dan dipelajari karena memiliki keunggulan antara lain stabilitas kimia yang tinggi, relatif tidak beracun, dan biaya terjangkau dibandingkan dengan beberapa semikonduktor yang lain seperti CdS , ZnS , $CdTe$, $ZnSe$, $CdSe$, ZnO , WO_3 , CeO_2 , ZrO_2 , Nb_2O_3 , Fe_2O_3 , dan

SnO₂ (Nyamukamba, dkk., 2017). TiO₂ dianggap sebagai semikonduktor yang sangat efisien karena dapat membentuk pasangan lubang elektron di bawah penyinaran sinar UV sehingga dapat digunakan sebagai material fotokatalis (Senthulkumaar, dkk., 2006). TiO₂ juga memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi dan energi *band gap* sebesar 3,2 eV untuk struktur anatas. Fatimah dan Wijaya (2005) melaporkan bahwa TiO₂ dalam bentuk kristal anatas merupakan komponen aktif dalam fotokatalis dibandingkan bentuk rutil yang memiliki energi *band gap* sebesar 3,04 eV. Jika fotokatalis TiO₂ dikenai suatu sinar UV dengan $\lambda < 385$ nm untuk anatas dan $\lambda = 405$ nm untuk rutil, akan menghasilkan spesies oksidator pada permukaan yang berperan penting dalam aktivitas fotodegradasi.

Material semikonduktor TiO₂ kurang maksimal jika digunakan dalam keadaan murni karena mempunyai luas permukaan yang relatif rendah. Selain itu, TiO₂ yang digunakan dalam sistem larutan (terdispersi dalam air) akan sulit dipisahkan karena membentuk gumpalan dan menghalangi radiasi sinar UV sehingga tidak mampu mengaktifkan seluruh partikel fotokatalis (Andari dan Wardhani, 2014). Untuk mengatasi kelemahan ini, TiO₂ perlu diimbangkan pada material penyangga untuk dapat meningkatkan kemampuan fotokatalitik dan kapasitas serapannya. Beberapa material penyangga yang telah digunakan adalah material alam seperti zeolit atau bentonit (Shankar, dkk., 2006). TiO₂ yang didispersikan ke dalam pori-pori zeolit, dapat dijadikan sebagai fotokatalis yang lebih irit dan praktis. Zeolit sering digunakan sebagai matriks untuk sintesis oksida-oksida logam karena mempunyai pori-pori yang besar sehingga dapat mengadsorpsi senyawa lain yang berukuran lebih kecil. Selain itu zeolit melimpah di alam dengan harga yang terjangkau (Utubira, dkk., 2006; Andari dan Wardhani, 2014).

Metode yang dapat digunakan untuk sintesis material fotokatalis TiO₂-zeolit antara lain metode padatan, sol-gel, sonikasi, dan impregnasi. Salah satu metode sederhana dan menghasilkan ukuran partikel yang sangat kecil adalah metode sonikasi yang memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi ≥ 20 kHz (McClements, 1995). Kelebihan dari metode sonikasi dibandingkan metode lain yaitu: (a) waktu yang diperlukan relatif cepat, (b) alat yang relatif sederhana, (c) suhu yang digunakan rendah, dan (d) menghasilkan partikel ukuran yang seragam (Inggarwati, dkk., 2020).

Sintesis TiO₂-zeolit telah banyak dilakukan oleh para peneliti untuk mendegradasi limbah zat warna seperti *methyl red*. Parameter analisis yang digunakan adalah variasi lama penyinaran dan massa fotokatalis. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Liao, dkk (2019), zat warna metilen biru dapat didegradasi dengan fotokatalis TiO₂-zeolit alam hingga 93,6% dalam waktu penyinaran selama 60 menit. Rodriguez, dkk (2020) dalam penelitiannya menggunakan TiO₂/zeolit-Y dapat mendegradasi *methyl orange* sebesar 77,98% dengan waktu optimum 60 menit. Lama penyinaran mempengaruhi jumlah radikal hidroksil yang dihasilkan untuk mendegradasi zat warna. Semakin lama reaksi, semakin banyak interaksi yang terjadi antara foton dan fotokatalis (Aziztyana, dkk., 2019). Selain lama penyinaran, massa katalis dapat mempengaruhi tingkat degradasi. Zilfa, dkk (2017) menyatakan bahwa penambahan katalis 0,2 gram TiO₂/zeolit alam selama 60 menit dapat mendegradasi zat warna merah kongo sebesar 94,23%. Niu (2013) melaporkan bahwa fotokatalis TiO₂ dengan massa optimum 2 gram dapat mendegradasi *methyl orange* hingga 97,91%. Semakin tinggi persen degradasi, maka tingkat degradasi dapat menurun pada batas tertentu

apabila terdapat penambahan TiO_2 berlebih yang menyebabkan berkurangnya situs aktif yang terpapar.

Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit alam untuk mendegradasi limbah zat warna *methyl red* yang kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen *X-ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, dan *UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)*, dan diuji aktivitas fotodegradasi *Methyl Red* dengan varian lama waktu penyinaran dan massa fotokatalis TiO_2 -zeolit alam,

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh lama waktu penyinaran terhadap efektivitas degradasi zat warna *methyl red* menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit alam?
2. Bagaimana pengaruh massa fotokatalis TiO_2 -zeolit alam terhadap efektivitas degradasi zat warna *methyl red*?

1.3 Tujuan

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui lama waktu penyinaran optimum terhadap efektivitas degradasi zat warna *methyl red* menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit alam
2. Untuk mengetahui massa optimum fotokatalis TiO_2 -zeolit alam terhadap efektivitas degradasi zat warna *methyl red*

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Metode sintesis yang digunakan adalah metode sonikasi
2. Prekursor yang digunakan adalah TiO_2 anatas dan zeolit alam
3. Variasi lama waktu penyinaran adalah 30, 40, 60, dan 80 menit.
4. Variasi massa fotokatalis TiO_2 -zeolit alam adalah 20, 40, 60, 80, 100, dan 120 mg
5. Sampel zat warna yang digunakan adalah *methyl red* 10 mg/L
6. Sumber sinar uji fotodegradasi berasal dari lampu halogen 20W yang merupakan sinar tampak

1.5 Manfaat Penelitian

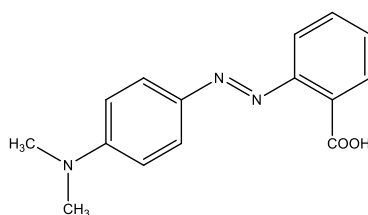
Manfaat penelitian ini adalah untuk memberikan informasi-informasi tentang lama waktu penyinaran optimum dan massa optimum fotokatalis TiO_2 -zeolit alam dalam mendegradasi zat warna *methyl red*. Diharapkan dengan adanya penelitian ini dapat digunakan sebagai pengembangan ilmu pengetahuan dalam mendegradasi suatu limbah zat warna guna mengatasi permasalahan lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zat Warna *Methyl Red*

Salah satu penghasil limbah cair adalah industri tekstil, terutama pada proses pewarnaan. Dalam proses pewarnaan tekstil banyak menggunakan air, maka jumlah air yang hilang tersebut diduga merupakan limbah cair yang pada akhirnya akan mencemari air sungai atau perairan yang menerimanya. Air limbah tekstil ini bila dibuang ke perairan selain menyebabkan air mempunyai tingkat warna yang tinggi juga dapat mencemari lingkungan (Mahatmanti dan Sumarni, 2003). Kehadiran pewarna dalam air limbah industri, bahkan pada konsentrasi rendah, tetap bersifat mutagenik, karsinogenik, dan dapat menyebabkan kerusakan signifikan pada kehidupan air dan kesehatan manusia, seperti disfungsi ginjal, sistem reproduksi, hati, otak, dan sistem saraf pusat (Foura, dkk., 2017). Selain itu, zat warna ini dapat mengakibatkan kerusakan permanen pada kornea jika terjadi kontak dengan mata (Irwan dkk., 2016).

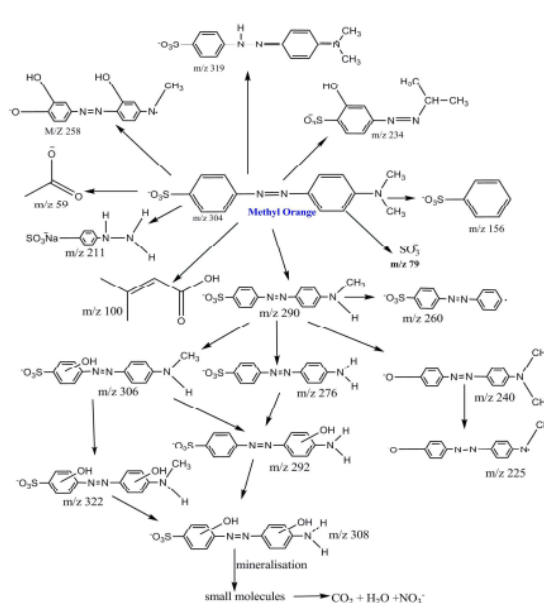


Gambar 2.1 Struktur zat warna *methyl red* (Ebrahimi dan Modrek, 2013)

Methyl red adalah senyawa azo yang berbentuk kristal berwarna kuning kemerahan, larut dalam air panas dan alkohol (Suirta, 2010). Zat warna ini merupakan salah satu pewarna anionik yang paling banyak digunakan, yang termasuk dalam kelompok pewarna azo, dalam industri tekstil. Keberadaan gugus

azo (-N=N) dalam molekul *methyl red* seperti yang terlihat pada Gambar 2.1 menjadikannya ancaman serius bagi lingkungan (Islam, dkk., 2016).

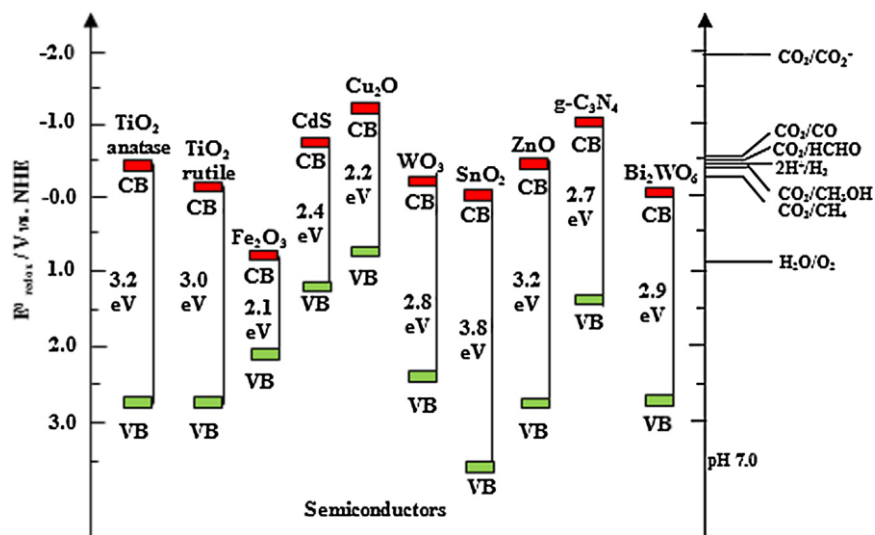
Mekanisme degradasi *methyl red* dan *methyl orange* diawali dengan serangan radikal hidroksil ke cincin benzena atau gugus metil melalui reaksi substitusi seperti yang terlihat pada Gambar 2.2. Ikatan C–N dalam gugus dimetilamino, cincin aromatik, dan gugus azo mudah putus yang menunjukkan bahwa ikatan C–N ini mudah rusak selama proses fotodegradasi. Pada cincin benzena, radikal hidroksil disisipkan pada posisi orto terhadap gugus N(CH₃)₂. Radikal hidroksil juga dapat menyerang benzena yang mengandung gugus SO₃. Radikal hidroksil bertindak sebagai agen aktif untuk memecah senyawa organik (Baiocchi, dkk., 2002). Umumnya gugus OH⁻ dan molekul air bersifat mudah menyerap (absorbat). Ketika permukaan OH⁻ dan H₂O terikat oleh *hole* pada pita valensi TiO₂, maka terbentuk OH[•] dengan proses oksidasi (Rajagopalan, dkk., 2020). Mekanisme pembentukan senyawa intermediet pada degradasi *methyl red* adalah sebagai berikut :



Gambar 2.2 Mekanisme fotodegradasi *methyl orange* pada fotokatalis TiO₂ (Sheikh, dkk., 2016)

2.2 Material Semikonduktor TiO₂ Sebagai Fotokatalis

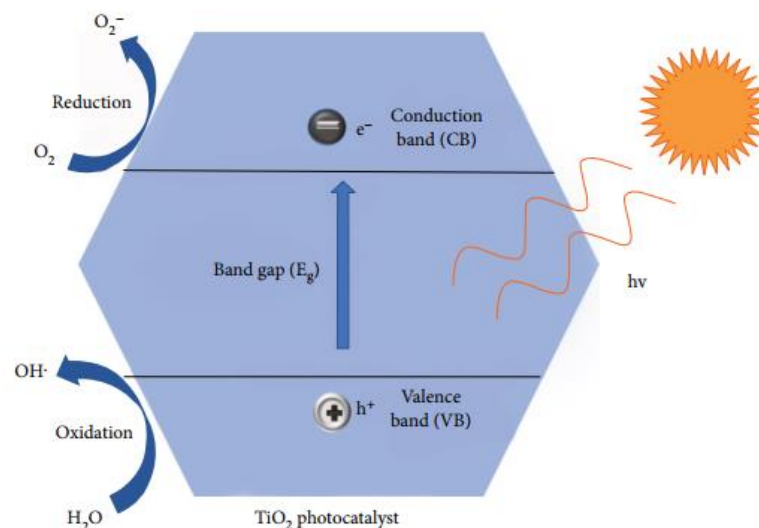
Semikonduktor adalah bahan yang berada di antara konduktor dan isolator dalam kemampuannya menghantarkan arus listrik. Semikonduktor memiliki pita valensi yang terisi penuh dan pita konduksi yang kosong. Kedua pita dipisahkan oleh celah yang disebut dengan energi *band gap*. *Band gap* atau celah pita adalah wilayah energi yang memanjang dari bagian bawah pita konduksi kosong (CB) ke bagian atas pita valensi terisi (VB) (Ola dan Maroto-Valer, 2015). Prinsip dari terjadinya mekanisme fotokatalis pada material semikonduktor adalah ketika elektron tereksitasi oleh energi cahaya dari pita valensi yang terisi penuh menuju pita konduksi yang kosong maka akan menghasilkan elektron (e^-) pada pita konduksi dan *hole* (h^+) pada pita valensi. Fotokatalis menyerap foton dengan energi yang sama atau lebih tinggi dari celah pita (Pawar, dkk., 2018; Wardhani, dkk., 2016). Hole ketika bereaksi dengan H₂O menghasilkan radikal OH• yang dapat mendegradasi zat warna (Pawar, dkk., 2018; Wardhani, dkk., 2016).



Gambar 2.3 *Band gap* dari beberapa fotokatalis (Ola dan Maroto-Valer, 2015)

Fotokatalis merupakan fenomena di mana pasangan lubang elektron dihasilkan pada paparan bahan semikonduktor terhadap cahaya yang terdiri dari

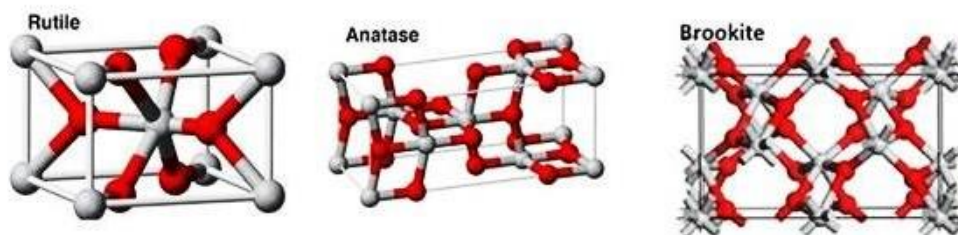
dua kata yaitu foto yang terkait dengan foton dan katalis yang merupakan zat yang mengubah laju reaksi dengan keberadaannya. Oleh karena itu, fotokatalis adalah bahan yang mengubah laju reaksi kimia pada paparan cahaya. Fenomena ini dikenal sebagai fotokatalisis. Fotokatalisis mencakup reaksi yang berlangsung dengan memanfaatkan cahaya dan semikonduktor. Substrat yang menyerap cahaya dan bertindak sebagai katalis untuk reaksi kimia dikenal sebagai fotokatalis. Semua fotokatalis pada dasarnya adalah semikonduktor dengan energi *band gap* berkisar 1,5 -3,0 eV seperti yang terlihat pada Gambar 2.3 (Ameta, dkk., 2018). Sebagian besar fotokatalis memiliki lebar celah pita (E_g) yang hanya aktif di daerah UV dengan rentang $\lambda < 387$ nm. Oleh sebab itu, diperlukan suatu modifikasi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik ke daerah yang terlihat (Ali, dkk., 2013) dan memanfaatkan 55% dari total radiasi matahari (Nyamukamba, dkk., 2017).



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi fotokatalis semikonduktor TiO_2 (Pawar, dkk., 2018)

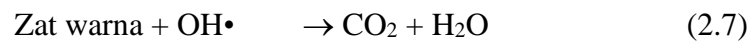
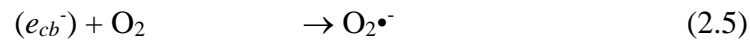
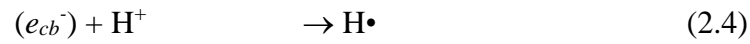
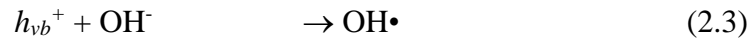
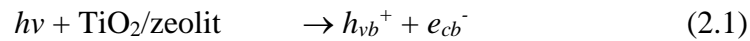
Di antara semikonduktor yang dapat bertindak sebagai fotokatalis seperti TiO_2 , V_2O_5 , ZnO , Fe_2O_3 , CdO , CdS , dan Al_2O_3 , material fotokatalisis yang sering digunakan adalah TiO_2 (Ameta, dkk., 2018). TiO_2 dikenal memiliki 3 jenis struktur

kristal, diantaranya: anatas (tetragonal), brookit (ortorombik), dan rutil (tetragonal) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.5. Struktur kristal TiO_2 yang penting secara teknologi adalah rutil dan anatas (Anitha, dkk., 2015). Anatas dan rutil memiliki parameter kisi (a dan c) masing-masing sebesar 0,3733/0,4584 nm dan 0,9370/0,2953 nm, dalam sel satuan berdasarkan struktur tetragonal pusat tubuh (Ola dan Maroto-Valer, 2015). TiO_2 adalah semikonduktor dengan energi celah pita untuk anatas, rutil, dan brookit adalah 3,2, 3,02, dan 2,96 eV. Pita valensi (VB) TiO_2 terdiri dari orbital 2p oksigen hibridisasi dengan orbital 3d titanium, sedangkan pita konduksi (CB) hanya orbital 3d dari titanium (Anitha, dkk., 2015). Mekanisme reaksi fotokatalis dari TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.5 Struktur kristal TiO_2 rutil, anatas, dan brookit (Woodley dan Catlow, 2019)

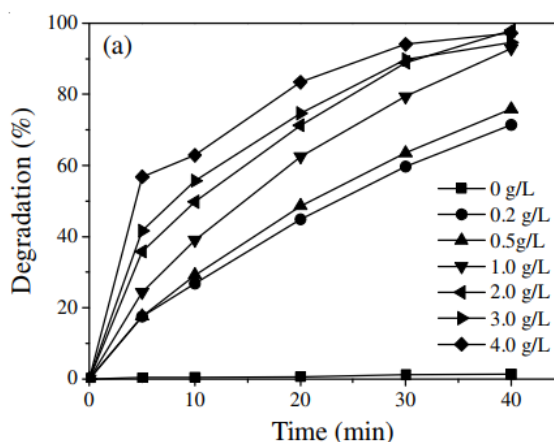
TiO_2 telah menjadi salah satu fotokatalis yang paling sering digunakan, karena fotoaktivitasnya yang tinggi, stabilitas yang besar terhadap penyinaran cahaya, harga terjangkau dan tidak beracun. Ketika TiO_2 disinari oleh sinar UV dengan energi yang lebih besar dari energi celah pitanya (3,2 eV), elektron valensi tereksitasi ke pita konduksi sehingga menghasilkan *hole* (lubang). Pasangan elektron/*hole* yang dihasilkan (e^-/h^+) dapat bergabung kembali atau bermigrasi ke permukaan dan memulai reaksi redoks (Dostanić, dkk., 2011). Mekanisme reaksi fotodegradasi yang terjadi adalah sebagai berikut (Zilfa, dkk., 2017) :



Energi foton ($h\nu$) yang mengenai fotokatalis dapat mengakibatkan terbentuknya pasangan elektron/hole. Hole yang terbentuk pada pita valensi dapat mengoksidasi air yang teradsorpsi dan ion hidroksil (OH^-) untuk menghasilkan radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$), sedangkan elektron dapat mereduksi ion H^+ dan molekul oksigen menjadi anion radikal superoksida ($\text{O}_2\cdot^-$). Radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) yang dihasilkan, menjadi oksidator yang sangat kuat (potensial redoks standar +2,8 V) yang dapat mengoksidasi sebagian besar zat warna *Methyl Red* menjadi produk akhir berupa molekul CO_2 dan H_2O (Rashed dan El-Amin, 2007). Spesies oksidan tinggi lainnya seperti radikal peroksida juga bertindak dalam fotodegradasi menggunakan fotokatalis TiO_2 . Selain itu, terdapat beberapa molekul lain yang teradsorpsi dapat mengalami oksidasi langsung melalui transfer elektron ke hole permukaan, atau reduksi langsung melalui reaksi dengan elektron (Dostanić, dkk., 2011).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Niu (2013), melaporkan bahwa TiO_2 dapat digunakan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi *methyl orange* dengan memvariasikan konsentrasi dari 0; 0,2; 0,5; 1; 2; 3; dan 4 g/L. Hal ini

dibuktikan dalam penelitiannya tentang pengaruh konsentrasi dan lama penyinaran pada proses fotodegradasi *methyl orange* yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.

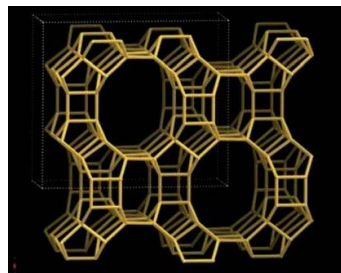


Gambar 2.6 Aktivitas fotokatalis TiO₂ dalam mendegradasi *methyl orange* (Niu, 2013)

Berdasarkan Gambar 2.6, menunjukkan bahwa fotokatalis TiO₂ dapat mendegradasi *methyl orange* dari 71,41% menjadi 97,91% seiring dengan peningkatan konsentrasi fotokatalis dari 0,2 g/L menjadi 2,0 g/L. Ketika konsentrasi ditingkatkan menjadi 4 g/L, tidak terjadi peningkatan persentase degradasi. Oleh karena itu, konsentrasi optimum fotokatalis TiO₂ untuk degradasi *methyl orange* adalah 2 g/L dengan waktu optimum selama 40 menit. Peningkatan degradasi *methyl orange* juga dipengaruhi oleh waktu penyinaran dimana semakin lama waktu penyinaran, maka semakin tinggi pula persentase degradasi. Meskipun TiO₂ merupakan fotokatalis yang relatif baik dalam mendegradasi limbah tekstil, namun energi *band gap* dari TiO₂ masih cukup lebar yaitu sebesar 3,2 eV sehingga perlu ditambahkan material pendukung seperti adsorben untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis semikonduktor TiO₂ dalam mendegradasi polutan. Salah satu material pendukung yang dapat digunakan adalah zeolit alam.

2.3 Zeolit Sebagai Material Pendukung

Zeolit merupakan mineral alumino silikat terhidrasi yang terjadi secara alami dan tergolong ke dalam kelas tektosilikat. Struktur zeolit terdiri dari kerangka tiga dimensi tetrahedra SiO_4 dan AlO_4 (Panneerselvam, dkk., 2009). Kerangka silikat murni (SiO_2) pada zeolit bersifat netral namun ketika terjadi substitusi Si^{4+} oleh Al^{3+} maka akan menghasilkan muatan negatif, yang harus dikompensasi oleh kation penyeimbang muatan di dalam struktur sangkar atau pori-pori (Martinez dan Corma, 2013). Muatan negatif tersebut diseimbangkan oleh kation (Na^+ , K^+ , atau Ca^{2+}) yang dapat dipertukarkan dengan kation tertentu dalam larutan, seperti timbal, kadmium, tembaga, seng, dan mangan. Dengan sifat tersebut, zeolit dapat digunakan sebagai material untuk pengemban Ti (IV) sehingga dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna limbah tekstil (Panneerselvam, dkk., 2009).



Gambar 2.7 Struktur dari zeolit mordenit (Narayanan, dkk., 2020)

Zeolit terdiri dari dua macam, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses perubahan alam (zeolitisasi) dari batuan vulkanik, seperti analsim (ANA), chabazit (CHA), klipnotilolit (HEU), erionit (ERI), mordenit (MOR), filipsit (PHI), feririt (FER), dan laumontit (LAU). Jenis-jenis zeolit sintetis antara lain, zeolit A, X, Y, NaP1, hidroksil sodalit, faujasit (FAU), dan ZSM-5 merupakan zeolit yang dibuat oleh industri untuk mendapatkan sifat tertentu. Baik zeolit X dan Y pada dasarnya memiliki struktur kristal yang

sama. Zeolit X memiliki rasio silika-alumina, stabilitas termal, dan hidrotermal yang lebih rendah daripada zeolit Y. Zeolit sintetis dikembangkan untuk mengatasi kelemahan dari zeolit alam. Kelemahan zeolit alam antara lain, banyak mengandung pengotor dan kristalinitasnya yang rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai adsorben dan katalis. Oleh karena itu, dilakukan sintesis zeolit untuk memperbaiki sifat-sifat dan mensubstitusi zeolit yang berasal dari alam (Trivana, dkk., 2015). Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi jenis zeolit yang terbentuk antara lain ukuran kristal, morfologi, dan komposisi kimia (Martinez dan Corma, 2013). Komposisi kimia pada zeolit bergantung pada keadaan lingkungan hidrotermal, seperti suhu, tekanan, komposisi uap air, dan lokasi pembentukan air tanah zeolit (Ismawati, 2018). Mineral-mineral kimia yang terkandung zeolit alam adalah sebagai berikut (Liao, dkk., 2019).

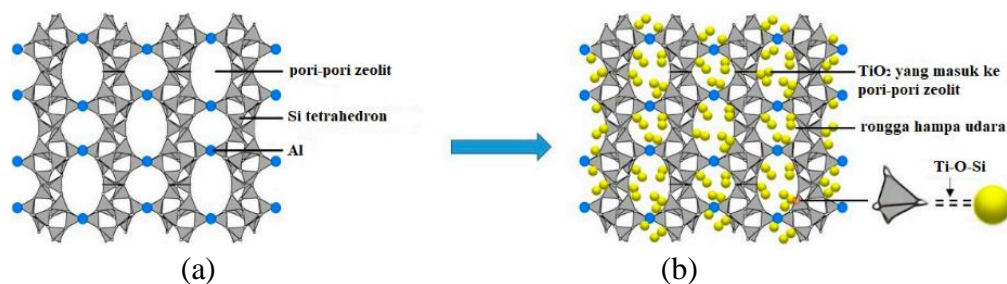
Tabel 2.1 Komposisi kimia dari zeolit alam (%berat)

| SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Na ₂ O | CaO | K ₂ O | MgO | Fe ₂ O ₃ | FeO | TiO ₂ | P ₂ O ₅ |
|------------------|--------------------------------|-------------------|-----|------------------|-----|--------------------------------|-----|------------------|-------------------------------|
| 60-70 | 17,8 | 4,2 | 2,6 | 3,2 | 0,8 | 1,6 | 1,2 | 0,6 | 0,26 |

Mordenit adalah salah satu dari jenis zeolit alam yang paling banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang. Mordenit termasuk dalam zeolit berpori besar (diameter saluran sekitar 7 Å) dan bertindak sebagai *molecular sieve* (2D) untuk molekul kecil seperti nitrogen dan oksigen, sedangkan untuk molekul yang lebih besar menjadi zeolit (1D). Hal ini menunjukkan bahwa mordenit memiliki ketahanan kimia yang lebih baik, stabilitas termal yang lebih besar, mengandung situs asam Brønsted dan Lewis, volume pori yang besar, dan luas permukaan yang tinggi. Karena sifat-sifat ini, mordenit digunakan dalam banyak proses industri seperti sintesis metilamin, disproporsionasi, trans-alkilasi, dan hidroisomerisasi.

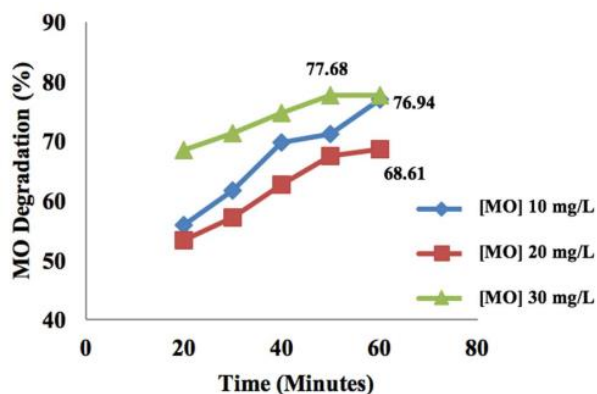
Mordenit dapat berfungsi sebagai katalis asam yang digunakan dalam proses isosif untuk meningkatkan angka oktan bensin dan dalam alkilasi bifenil dengan propena. Karakteristik dari zeolit mordenit yaitu memiliki sistem kristal ortorombik (Cmcm, a 18,3 Å, b 20,5 Å, c 7,5 Å) dan memiliki kerapatan struktur 17,2 T/1000°Å (Narayanan, dkk., 2020).

Zeolit dipilih sebagai material pendukung karena memiliki luas permukaan spesifik yang besar, sifat hidrofobik/hidrofilik yang dapat diatur, kemampuan adsorpsi yang tinggi, dan ramah lingkungan. Karena sifat pertukaran ion yang relevan pada zeolit, maka dari itu zeolit sangat cocok digunakan untuk adsorpsi dan degradasi katalitik dari molekul pewarna bermuatan positif (Foura, dkk., 2017). Zeolit yang diimbangkan pada TiO₂ dapat memperkecil luas permukaan fotokatalis akibat agregasi oksida-oksida yang terdapat pada permukaan TiO₂ sehingga menutupi pori-pori zeolit alam seperti yang terlihat pada Gambar 2.8. Kemampuan oksida logam fotokatalitik akan meningkat jika ukuran partikel sangat kecil (Aziztyana, dkk., 2019).



Gambar 2.8 Struktur (a) zeolit teraktivasi dan (b) TiO₂/zeolit (Liao, dkk., 2019)

Dalam penelitian Aziztyana, dkk (2019), melaporkan bahwa TiO₂ yang diimbangkan pada zeolit dapat mendegradasi *methyl orange* menggunakan sinar UV selama 60 menit seperti ditunjukkan pada Gambar 2.9 berikut.



Gambar 2.9 Aktivitas fotokatalis TiO_2 -zeolit dalam mendegradasi *methyl orange* (Aziztyana, dkk., 2019)

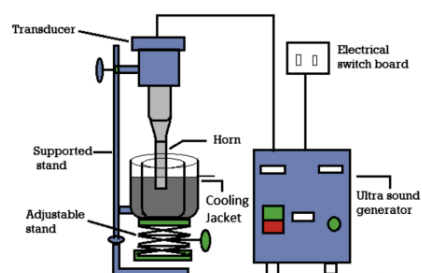
Berdasarkan Gambar 2.9, menunjukkan bahwa persentase degradasi *methyl orange* bertambah seiring dengan meningkatnya lama waktu penyinaran menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit dengan konsentrasi 10, 20, dan 30 mg/L. Degradasi tertinggi sebesar 77,68% terjadi pada konsentrasi *methyl orange* 10 ppm dengan waktu penyinaran optimum adalah 50 menit sedangkan konsentrasi *methyl orange* 20 dan 30 ppm mampu mendegradasi hingga 76,94% dan 68,61% dengan waktu penyinaran optimum adalah 60 menit (Aziztyana, dkk., 2019). Peningkatan presentase degradasi ini disebabkan oleh banyaknya sisi aktif dari fotokatalis yang mengenai foton sehingga dapat menghasilkan radikal hidroksil lebih banyak guna proses fotodegradasi.

2.4 Sintesis TiO_2 -Zeolit dengan Metode Sonikasi

TiO_2 -zeolit dapat disintesis dengan metode sonikasi dengan menggunakan gelombang ultrasonik yang dapat mempercepat proses pelarutan suatu materi dengan prinsip pemecahan reaksi intermolekuler, sehingga terbentuk suatu partikel yang berukuran nano. Gelombang tersebut ditembakkan ke dalam medium cair

sehingga menghasilkan gelembung kavitasi yang dapat menyebabkan partikel memiliki diameter dalam skala nano (Suslick dan Price, 1998). Fenomena kavitasi merupakan pembentukan, pertumbuhan, dan ledakan gelembung di dalam larutan, yang menghasilkan suhu dan tekanan yang sangat tinggi yang tidak dapat dicapai dengan metode lain. Selain itu, kelebihan dari metode sonikasi adalah dispersi nanopartikel yang lebih seragam, luas permukaan yang lebih tinggi, stabilitas termal yang lebih baik, dan kemurnian fasa tinggi (Colmenares, dkk., 2013).

Gelombang ultrasonik termasuk ke dalam gelombang mekanik longitudinal yang tidak dapat didengar oleh telinga manusia karena memiliki frekuensi tinggi, dapat merambat dalam medium padat, cair, dan gas (Suwandi, dkk., 2015). Proses yang kontinu menyebabkan terjadinya rapatan dan renggangan di dalam medium yang disebabkan oleh getaran partikel secara periodik pada saat dilewati oleh gelombang ultrasonik. Kecepatan dan penyerapan ultrasonik berbeda dalam medium perambatan. Hal ini disebabkan oleh interaksi gelombang ultrasonik yang terjadi bergantung pada ciri-ciri fisik medium perambatan dan mekanisme interaksi dengan material. Kecepatan perambatan gelombang longitudinal bergantung pada modulus elastisitas yang setara dengan modulus dalam jumlah besar dan densitas medium yang dipengaruhi oleh parameter sonikasi, seperti daya input, waktu sonikasi, diameter probe, dan frekuensi sonikasi (Cai, dkk, 2018). Bentuk dari sonikator *vibracell* dapat dilihat pada Gambar 2.10 berikut.



Gambar 2.10 Alat sonikasi (Bethi dan Sonawane, 2018)

Gelembung kavitasi umumnya diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu stabil dan sementara. Gelembung kavitasi yang stabil mengalami banyak siklus kompresi dan penghalusan dan sering kali berosilasi secara non-linier di sekitar daerah keseimbangan. Gelembung kavitasi yang sementara hanya sekali atau beberapa siklus akustik dan berkembang sangat cepat hingga setidaknya dua kali lipat ukuran awalnya sebelum runtuh dengan keras menjadi gelembung yang lebih kecil (Chemat, dkk., 2016). Selama proses kavitasi berlangsung, terjadi *bubble collapse* yaitu pecahnya gelembung yang kecil akibat suara. Hal ini mengakibatkan terjadinya *hot spot* yaitu pemanasan lokal yang intens, tekanan tinggi, dan berlangsung dalam waktu yang singkat pada suhu di atas 5000°C, tekanan sekitar 1000 atm, dan laju pemanasan dan pendinginan di atas 10¹⁰°K/s. Dengan demikian, kavitasi berfungsi sebagai sarana untuk memusatkan energi suara yang menyebar ke dalam serangkaian kondisi tertentu untuk menghasilkan material yang berbeda dari prekursor terlarut yang secara umum mudah menguap (Suslick dan Price, 1998).

Metode sonikasi memiliki beberapa keunggulan dibandingkan metode yang lain yaitu proses sintesis dapat berlangsung dalam waktu singkat dengan reproduktifitas tinggi, mengurangi penggunaan pelarut, menghasilkan kemurnian produk akhir yang lebih tinggi, menghilangkan air limbah pasca pengolahan, dan lebih ramah lingkungan karena menggunakan sebagian kecil dari energi fosil (Chemat, dkk., 2017). Komposit yang disintesis dengan metode sonikasi telah digunakan dalam teknologi fotokatalis. Inggarwati, dkk (2020) melaporkan bahwa komposit Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ dapat menghasilkan energi celah pita sebesar 3,09 - 3,16

eV. Selain itu, Colmenares, dkk (2013) menyatakan bahwa $\text{TiO}_2\text{-Cr}$ yang diimbangkan pada zeolit dapat menghasilkan energi celah pita sebesar 3,04 eV.

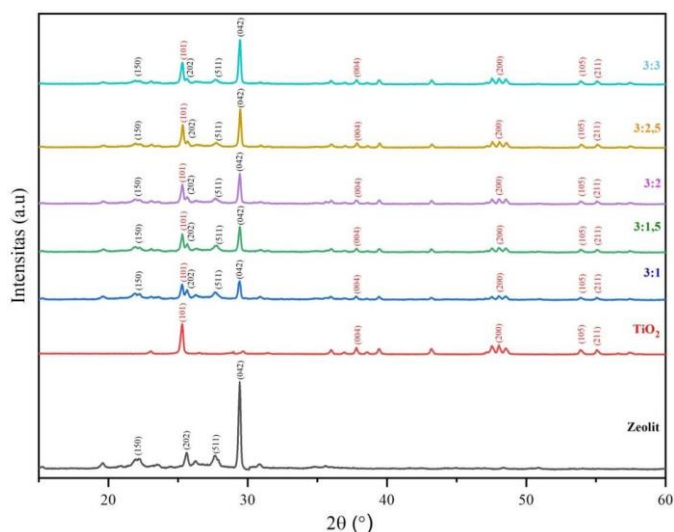
2.5 Karakterisasi Material Hasil Sintesis

2.5.1 Karakterisasi dengan XRD (*X-ray Diffraction*)

Prinsip dasar dari XRD didasarkan pada cahaya monokromatik berupa sinar-X yang difokuskan atau diteruskan pada sampel untuk mengetahui informasi struktural material kristal (Tiwari dan Talreja, 2020). Sinar-X dihasilkan dalam tabung sinar katoda dengan memanaskan filamen untuk menghasilkan elektron, mempercepat elektron menuju target dengan menerapkan tegangan, dan membombardir bahan target dengan elektron. Ketika elektron memiliki energi yang cukup untuk melepaskan elektron kulit bagian dalam dari bahan target, karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Sinar-X yang telah mengenai sampel dan memenuhi hukum Bragg akan menghasilkan interferensi konstruktif dan terbentuk puncak intensitas. Detektor akan merekam dan memproses sinyal sinar-X tersebut dan mengubah sinyal menjadi pola difraktogram, yang kemudian dikeluarkan ke perangkat seperti komputer dan printer (Bunaciu, dkk., 2015).

Putri dan Side (2021) menunjukkan hasil karakterisasi XRD fase anatase TiO_2 pada Gambar 2.11 dengan variasi komposisi masing-masing puncak (2θ) $25,292^\circ$; $25,307^\circ$; $25,286^\circ$; $25,346^\circ$; $25,294^\circ$ memiliki kesesuaian dengan difraktogram TiO_2 yaitu $25,291^\circ$ dan standar JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) No. 21-1272 pada $25,281^\circ$. Selain itu, puncak-puncak khas zeolit mordenit juga terbentuk dengan variasi komposisi masing-masing puncak

(2 θ) 29,411°; 29.443°; 29.432°; 29.460°; 29,439° dan sesuai dengan difraktogram zeolit jenis mordenit yaitu 29,417° serta standar JCPDS No. 06-0239 pada 29,43°.



Gambar 2.11 Difraktogram XRD dari zeolit dan TiO₂/zeolit (Putri dan Side, 2021)

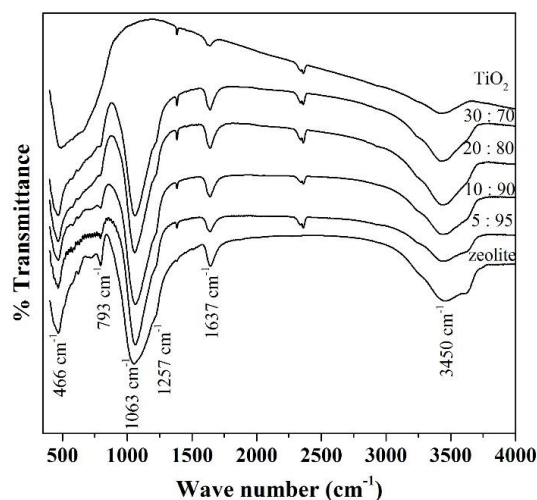
Liu, dkk (2018) melaporkan bahwa terjadi penurunan ukuran pori rata-rata yang menggunakan metode sol-gel yaitu dari zeolit yang memiliki ukuran pori sebesar 3,6 nm menjadi 2,7 nm pada TiO₂-zeolit alam. Hal serupa juga terjadi pada penelitian yang dilakukan Zhang, dkk (2015) dengan menggunakan metode deposisi hidrolisis bahwa penurunan ukuran pori terjadi dari material TiO₂ menjadi TiO₂-zeolit yaitu masing-masing 8,3 dan 7,7 nm. Penurunan ukuran pori ini dapat disebabkan oleh pengendapan partikel TiO₂ pada permukaan zeolit yang mengisi pori, dan fenomena aglomerasi atau pertumbuhan TiO₂ selama proses kalsinasi (Setthaya, dkk., 2017). Selain itu, penelitian yang dilakukan Yesica (2016) menggunakan fotokatalis TiO₂/zeolit, menyatakan bahwa ukuran kristal berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye Scherrer mengalami penurunan dari yang semula zeolit sebesar 106,3920 nm menjadi TiO₂-zeolit alam sebesar 66,4093 nm.

2.5.2 Karakterisasi dengan FT-IR (*Fourier Transform Infrared*)

Prinsip dasar dari FTIR adalah mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap setiap senyawa berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan dikuantifikasikan (Sjahfirdi, dkk., 2015). Analisis FTIR dilakukan dengan menyorotkan berkas sinar inframerah (IR) pada sampel yang berpengaruh pada getaran atom molekul dalam sampel sehingga menghasilkan absorpsi atau transmisi energi yang kemudian diteruskan ke detektor. Detektor mengukur intensitas radiasi yang diserap dan diteruskan oleh sampel sehingga menghasilkan output yang dikeluarkan oleh komputer atau printer berupa spektrum inframerah (Munajad, dkk., 2018; Nandiyanto, dkk., 2019). Spektrum inframerah tersebut kemudian diplot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang (μm) atau bilangan gelombang (cm^{-1}) (Anam, dkk., 2007).

Aini, dkk (2019) dalam mendegradasi metilen biru melaporkan bahwa struktur vibrasi TiO_2 -zeolit jenis mordenit dapat diamati pada puncak 1641 dan 3459 cm^{-1} yang berasosiasi dengan vibrasi tekuk dan vibrasi ulur gugus OH seperti yang terlihat pada Gambar 2.12. Fase anatas dari TiO_2 terlihat pada puncak 1370 cm^{-1} yang dikaitkan dengan jaringan struktural atau vibrasi kisi Ti-O-Ti dan 667 cm^{-1} terkait dengan vibrasi ulur simetris Ti-O-Ti. Bilangan gelombang 460 cm^{-1} adalah vibrasi tekuk O-Al-O dan O-Si-O, $690\text{-}795 \text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi ulur simetrik T-O-T (690 cm^{-1} ; Si-O-Al dan 795 cm^{-1} : Si-O-Si/O-Si-O), dan 1070 cm^{-1} adalah vibrasi ulur asimetrik T-O-T (T: Si/Al). Fase zeolit menunjukkan karakteristik puncak vibrasi pada 460 , $690\text{-}795$ dan 1070 cm^{-1} . Tidak ada puncak baru yang terdeteksi untuk interaksi kimia yang terbentuk antara TiO_2 dan zeolit seperti ikatan

Ti-O-Si. Namun interaksi antar molekul yang lebih kuat terjadi pada TiO₂ dan zeolit dengan adanya penguatan ikatan Ti-O-Ti pada puncak 1070 cm⁻¹ yang cenderung bergeser seiring dengan meningkatnya kandungan TiO₂.

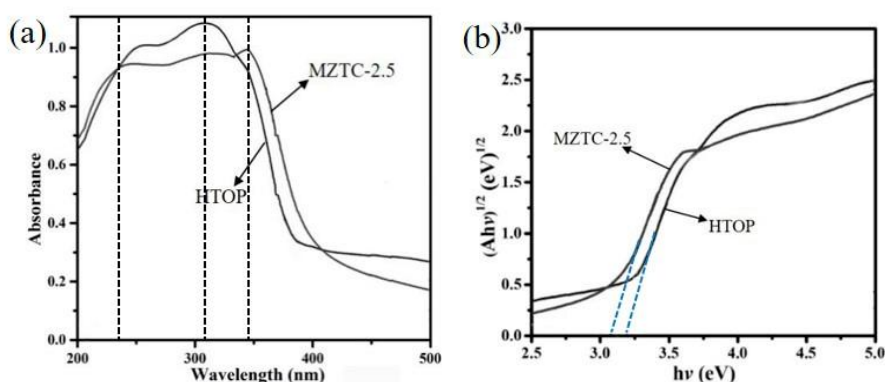


Gambar 2.12 Spektra FTIR dari zeolit dan TiO₂/zeolit (Aini, dkk., 2019)

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

Prinsip dasar dari spektroskopi reflektansi adalah unsur atau senyawa dapat disinari baik oleh sumber cahaya langsung maupun difus. Kedua sumber cahaya akan memberikan refleksi spekular dan difus. Refleksi spekular didefinisikan sebagai pemantulan dari permukaan material, di mana sudut datang sama dengan sudut pantul sedangkan refleksi difus muncul dari interaksi cahaya dengan berbagai faktor kimia dan fisik dalam volume reaksi unsur yang merupakan komponen utama pengukuran. Interaksi ini tergolong dalam absorpsi, transmisi, dan sifat hamburan dari unsur yang disinari. Sebuah lapisan di mana kromofor sedang dihasilkan atau terdegradasi disinari pada panjang gelombang yang sesuai untuk melakukan pengukuran. Jumlah sinar difus yang diperoleh kembali dalam unsur yang mengandung fungsi reflektif digunakan untuk mengukur kemajuan reaksi (Danielson, 1996).

Liao, dkk (2019) melaporkan bahwa berdasarkan spektrum DRS/UV-Vis dan teori Kubelka-Munk, TiO₂-zeolit alam mengalami pergeseran ke panjang gelombang yang lebih panjang dari 310 nm menjadi 345 nm disertai dengan penurunan energi *band gap* dari 3,23 eV menjadi 3,10 eV seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.13. Hal serupa juga terjadi pada penelitian yang dilakukan oleh Rodriguez, dkk (2020) di mana terjadi penurunan energi *band gap* pada TiO₂ yang diimbangkan pada zeolit-Y dari 3,04 menjadi 3,03 eV. Selain itu, Wardhani, dkk (2016) juga melaporkan bahwa terjadi penurunan energi celah pita yang cukup signifikan pada TiO₂-zeolit alam jika dibandingkan dengan TiO₂ dari 3,28 eV menjadi 3,15 eV. Hal ini dapat diakibatkan oleh peristiwa eksitasi elektron yang menghasilkan lebih banyak radikal hidroksil (OH•) radikal sehingga memberikan kontribusi efisiensi fotodegradasi yang lebih tinggi.



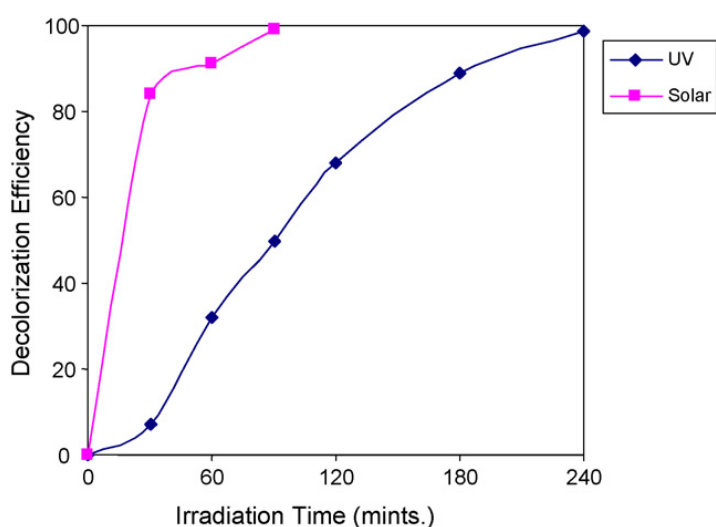
Gambar 2.13 Spektra UV-Vis/DRS (a) absorbansi dan (b) energi celah pita dari HTOP (TiO₂) dan MZTC (TiO₂-zeolit) (Liao, dkk., 2019)

2.6 Aktivitas Fotodegradasi Limbah Zat Warna

Proses fotodegradasi limbah zat warna *methyl orange* yang dilakukan oleh Wardhani, dkk (2016) dilakukan di bawah radiasi sinar matahari. Sinar matahari memiliki intensitas dan panjang gelombang yang lebih besar (310-2300 nm) dibandingkan sinar UV (200-380 nm). Oleh sebab itu, sinar matahari dapat

menghasilkan *hole* yang lebih banyak pada fotokatalis. *Hole* inilah yang akan mengoksidasi zat warna ketika bereaksi dengan air, di mana akan menghasilkan radikal hidroksil yang lebih banyak sedangkan pada penyinaran UV, fotokatalis hanya mampu menyerap energi foton pada daerah UV untuk mengeksitasi elektron sehingga dihasilkan *hole* yang lebih sedikit. Chatti, dkk (2007) melaporkan bahwa aktivitas fotokatalitik dalam degradasi *methyl orange* (MO) mengalami peningkatan dari 5% menjadi 10% dengan menggunakan cahaya tampak dan sinar matahari.

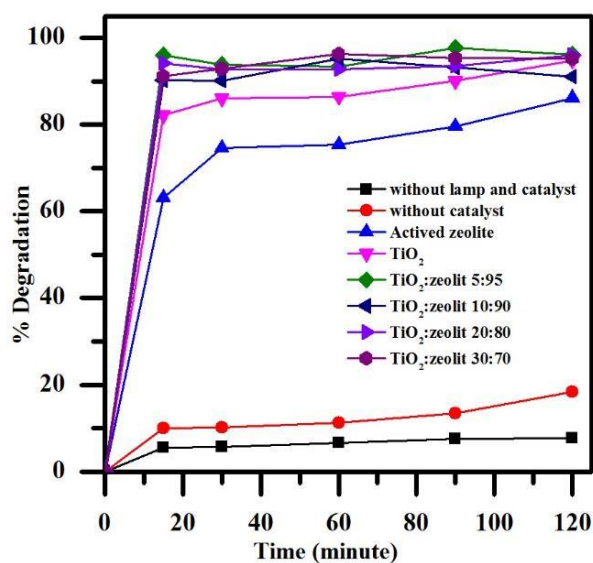
Perbedaan sumber cahaya yang digunakan dapat mempengaruhi fotokatalisis yang terjadi. Rahman, dkk (2018) telah membuktikan bahwa proses fotokatalisis terbaik terjadi dengan sinar matahari sebagai sumber cahaya daripada dengan sinar UV. Rashed dan El-Amin (2007) juga melaporkan bahwa proses degradasi *methyl orange* lebih optimal dilakukan dengan adanya sinar matahari jika dibandingkan dengan penggunaan lampu halogen atau lampu neon sebagai sumber cahaya. Selain itu, proses pendegradasian *methyl orange* terjadi lebih cepat dengan adanya sinar matahari daripada di sinar UV (Kansal, dkk., 2007).



Gambar 2.14 Perbandingan penyinaran sinar matahari dan UV terhadap aktivitas fotodegradasi *methyl orange* (Kansal, dkk., 2007)

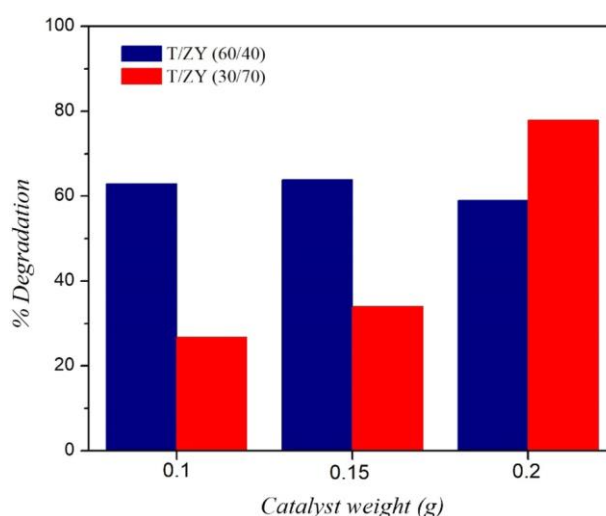
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Rahman, dkk (2018) bahwa proses fotokatalisis tidak terjadi dalam kondisi gelap karena terbentuk rekombinasi antara elektron (e^-) dan *hole* (h^+) yang dapat terjadi di dalam atau di permukaan partikel fotokatalis sehingga menyebabkan berkurangnya aktivitas fotokatalitik. Selain itu, dalam kondisi gelap fotokatalis tidak menyerap foton untuk mengeksitasi elektron ke pita konduksi sehingga tidak dihasilkan *hole* dalam sistem fotokatalis dan pada fotokatalis hanya bertindak sebagai absorben (Wardhani, dkk., 2016).

Pengembangan material pendukung pada fotokatalis dapat meningkatkan laju degradasi secara signifikan. Zilfa, dkk (2017) telah mendegradasi zat warna merah kongo selama 60 menit dengan katalis zeolit, TiO_2 , dan TiO_2 /zeolit berturut-turut adalah 10,73 %, 28,68%, 56,09 % dan 94,23%. Selain itu, Aini, dkk (2019) juga telah melakukan uji aktivitas fotokatalitik dengan variasi TiO_2 /zeolit, zeolit teraktivasi, tanpa lampu dan tanpa katalis di mana degradasi optimum terjadi pada lama penyinaran 15 menit dan tetap konstan dalam interval waktu reaksi 15-120 menit.



Gambar 2.15 Pengaruh lama penyinaran terhadap degradasi metilen biru (Aini, dkk., 2019)

Fatimah (2020) melaporkan bahwa fotokatalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ alam dapat mendegradasi indigosol biru sebesar 58,3% dengan degradasi maksimum terjadi pada massa 20 mg dan mengalami penurunan hingga massa 80 mg. Laju degradasi *Methyl Red* yang dilakukan oleh Rodríguez, dkk (2020) menggunakan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ -Y dengan komposisi 30:70 juga dapat mendegradasi hingga 77,98% dengan massa optimum 200 mg, sedangkan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ -Y dengan komposisi 60:40 dapat mendegradasi sebesar 60% dengan massa optimum 100 dan 200 mg.



Gambar 2.16 Pengaruh massa katalis terhadap degradasi *Methyl Red* (Rodríguez, dkk., 2020)

2.7 Perspektif Islam Tentang Pencemaran Lingkungan Akibat Limbah Zat Warna

Pencemaran lingkungan adalah suatu kondisi lingkungan yang memberikan pengaruh negatif terhadap makhluk hidup yang disebabkan oleh manusia. Secara umum, pencemaran berawal dari lingkungan perairan (Dewata dan Danhas, 2018). Walaupun air merupakan sumber daya alam yang dapat diperbarui, tetapi air cukup mudah terkontaminasi oleh aktivitas manusia seperti pembangunan industri tekstil yang membuang limbah zat warna secara langsung tanpa proses pengolahan terlebih dahulu. Definisi pencemaran air menurut Surat Keputusan Menteri Negara

Kependudukan dan Lingkungan Hidup Nomor : KEP-02/MENKLH/I/1988 tentang Penetapan Baku Mutu Lingkungan adalah masuk atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi dan atau komponen lain ke dalam air dan atau berubahnya tatanan air oleh kegiatan manusia atau oleh proses alam, sehingga kualitas air turun sampai ke tingkat tertentu yang menyebabkan air menjadi kurang atau sudah tidak berfungsi lagi sesuai dengan peruntukannya (Irianto, 2015).

Air memiliki manfaat yang besar bagi keberlangsungan hidup manusia

Allah berfirman dalam Surah Al-An'am (6) ayat 99 berikut:

وَهُوَ الَّذِي أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ نَبَاتَ كُلِّ شَيْءٍ فَأَخْرَجْنَا مِنْهُ خَضِرًا مِّنْهُ خَبَأَ مُتْرَاكِبًا وَمِنَ النَّخْلِ مِن طَلْعِهَا قِنْوَانٌ دَانِيَةٌ وَجَنَّاتٍ مِّنْ أَعْنَابٍ وَالزَّيْتُونَ وَالرُّمَّانَ مُشْتَبِهًا وَغَيْرَ مُنْتَشَبَةٍ أَنْظَرُوا إِلَى ثَمَرِهِ إِذَا أَثْمَرَ وَيَنْعِهِ إِنَّ فِي ذَلِكُمْ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يُؤْمِنُونَ ٩٩

Artinya:

“Dan Dialah yang menurunkan air dari langit, lalu Kami tumbuhkan dengan air itu segala macam tumbuh-tumbuhan, maka Kami keluarkan dari tumbuh-tumbuhan itu tanaman yang menghijau, Kami keluarkan dari tanaman yang menghijau itu butir yang banyak; dan dari mayang kurma, mengurai tangkai-tangkai yang menjulai, dan kebun-kebun anggur, dan (Kami keluarkan pula) zaitun dan delima yang serupa dan yang tidak serupa. Perhatikanlah buahnya pada waktu berbuah, dan menjadi masak. Sungguh, pada yang demikian itu ada tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi orang-orang yang beriman” (QS. Al-An'am: 99)

Menurut Shihab (2002) dalam *Tafsir al-Misbah* ayat di atas menjelaskan tentang hal-hal yang menjadi kebutuhan manusia sehari-hari agar mereka secara mudah dapat memahami kekuasaan, kebijaksanaan, serta pengetahuan Allah. Allah Swt. menjelaskan bahwa Allah-lah yang menurunkan hujan dari langit, yang menyebabkan tumbuhnya berbagai jenis tumbuh-tumbuhan yang terdiri dari berbagai ragam bentuk, macam dan rasa. Dengan demikian, tindakan perusakan lingkungan merupakan perbuatan yang dibenci oleh Allah Swt., baik perusakan itu berupa pengotoran, ketidakadilan ataupun penyalahgunaan lingkungan dari tujuan penciptaannya. Perbuatan semacam ini merupakan salah satu bentuk sikap kufur nikmat yang bisa mendatangkan siksa-Nya (Al-Qardhawy, 1998).

Islam memiliki sistem keyakinan yang cukup jelas bahwa Allah Swt. telah menjadikan sumber daya alam dan lingkungan menjadi faktor utama keberlangsungan makhluk hidup. Secara teologis bahwa dalam ekologi Islam pelestarian lingkungan merupakan bagian dari sistem keberimanan seseorang yang mutlak harus dilakukan oleh manusia (Abdullah, 2001). Shihab (2007) dalam buku *Secercah Cahaya Ilahi* mengemukakan tentang alam raya diciptakan oleh Allah dalam bentuk yang sangat serasi dan selaras bagi kepentingan manusia seperti yang terdapat pada Surah Al-Mulk (67) ayat 3-4 yang menjelaskan bentuk kekuasaan Allah Swt., ada juga yang tidak bisa terlihat oleh pandangan mata manusia biasa. Akan tetapi, Maha besar Allah, manusia sebagai hamba-Nya harus mampu mengimani bentuk kekuasaan Allah Swt. Oleh sebab itu, manusia diwajibkan menjaga kelestarian lingkungan demi tercapainya keselarasan hubungan antara manusia dengan lingkungan hidup. Allah Swt. berfirman dalam Surah At-Jatsirah (45) ayat 13:

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيْعًا مِّنْهُۥ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ ۙ ۱۳

Artinya:

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

Berdasarkan Tafsir Min Fathil Qadir oleh Syaikh Dr. Muhammad Sulaiman Al Asyqar, (لِقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ) yang artinya: (“...yang demikian hanya ditangkap oleh orang-orang yang berpikir”) memiliki makna hanya orang-orang yang yang memiliki kesadaran, kearifan dan kepedulian cukup tinggi yang dapat melestarikan lingkungan. Shihab (2007) menjelaskan bahwa pelestarian alam adalah upaya melestarikan kemampuannya sehingga selalu serasi dan seimbang.

Dengan demikian, pelaksanaan tugas kekhalifahan (pembangunan) tidak boleh mengakibatkan terganggunya keserasian dan keseimbangan yang menjadi ciri alam raya sejak awal penciptaan. Apabila dalam proses melaksanakan tugas kekhalifahan (pembangunan) itu terjadi dampak yang kurang baik, maka harus dilakukan upaya untuk meniadakan atau mengurangi dampak negatif yang ditimbulkan. Inilah yang diistilahkan oleh Al-Quran dengan *ishlah* (perbaikan). Salah satu cara mengatasi pencemaran lingkungan adalah dengan menerapkan metode fotodegradasi untuk menanggulangi pencemaran lingkungan akibat zat warna seperti *Methyl Red*.

Sudah sepatutnya manusia memperlakukan alam dengan baik, tidak merusaknya dengan cara apapun tanpa pengolahan yang baik (Sabarudin, 2017). Sebab sejatinya Allah menciptakan alam dan lingkungan hidup adalah untuk manusia nikmati. Allah Swt. berfirman dalam Surah Luqman (31) ayat 20:

أَلَمْ تَرَوْا أَنَّ اللَّهَ سَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ وَأَسْبَغَ عَلَيْكُمْ نِعْمَهُ ظَاهِرَةً وَبَاطِنَةً وَمِنَ النَّاسِ مَن يُجَادِلُ فِي اللَّهِ بِغَيْرِ عِلْمٍ وَلَا هُدًى وَلَا كِتَابٍ مُّنبِئٍ ۚ ٢٠

Artinya:

“Tidakkah kamu memperhatikan bahwa Allah telah menundukkan apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi untuk (kepentingan)mu dan menyempurnakan nikmat-Nya untukmu lahir dan batin. Tetapi di antara manusia ada yang membantah tentang (keesaan) Allah tanpa ilmu atau petunjuk dan tanpa Kitab yang memberi penerangan” (QS. Al-Luqman:20)

Shihab (2003) dalam *Tafsir al-Misbah* menyebutkan bahwa penundukan Allah dimaksudkan untuk kepentingan manusia, maka manusia harus mengelola alam dengan konsep yang sesuai dengan kehendak Allah yaitu konsep yang tidak memudaratkan seperti penggunaan bahan yang ramah lingkungan. Upaya pelestarian lingkungan yang dapat ditingkatkan dalam mendegradasi limbah

zat warna adalah dengan pengembanan material pendukung berupa zeolit pada TiO_2 untuk memaksimalkan kemampuan fotokatalisnya.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada 31 Januari 2022 sampai dengan 20 Mei 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 alat gelas, *magnetic stirrer*, spatula, *hot plate*, cawan krusibel, ayakan 200 mesh, loyang, pH meter, neraca analitik, botol semprot, oven (*Thermo Scientific*), *ultrasonic vibracell* QSonica, tanur, spektrofotometer UV-Vis Varian tipe Cary 50, dan instrumen karakterisasi VARIAN tipe FT 1000, Benchtop Powder XRD Rigaku, dan UV-Vis/DRS Evolution 220.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam jenis mordenit, titanium (IV) dioksida (TiO₂) anatas (*Sigma Aldrich*, 99,8%), HCl 6 M, (Merck), akuades, etanol p.a (Merck, 99,9%), kertas saring, dan *methyl red* (Merck).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksploratif yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh lama waktu penyinaran dan massa fotokatalis TiO₂-zeolit alam terhadap aktivitas fotodegradasi *methyl red*. Penelitian diawali dengan preparasi dan aktivasi zeolit sebelum disintesis TiO₂-zeolit alam dengan metode sonikasi. TiO₂-zeolit alam yang dihasilkan dikarakterisasi dengan instrumen *X-ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, dan *UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)*. Setelah itu, diuji aktivitas fotodegradasi dengan variasi lama waktu penyinaran dan massa katalis TiO₂-zeolit alam yang ditampilkan pada Tabel 3.1. Selanjutnya, dilakukan uji kontrol dengan kondisi optimum yaitu (1) tanpa katalis, (2) zeolit, (3) TiO₂ (4) TiO₂-zeolit

Tabel 3.1 Rancangan penelitian uji efektivitas fotodegradasi

| Variasi waktu penyinaran | Variasi massa katalis |
|--------------------------|-----------------------|
| 30 menit | 20 mg |
| 40 menit | 40 mg |
| 60 menit | 60 mg |
| 80 menit | 80 mg |
| | 100 mg |
| | 120 mg |

3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi zeolit
2. Aktivasi zeolit
3. Sintesis TiO₂-zeolit alam dengan metode sonikasi
4. Karakterisasi struktur dan ukuran kristal, gugus fungsi, serta analisis daerah serapan serta *band gap* material fotokatalis TiO₂-zeolit alam menggunakan instrumen XRD, FTIR, dan UV-Vis/DRS
5. Uji efektivitas fotodegradasi *methyl red*

- a. Pengaruh variasi lama waktu penyinaran terhadap fotodegradasi *methyl red* di bawah sinar lampu halogen 20W
- b. Pengaruh variasi massa katalis TiO₂-zeolit alam terhadap fotodegradasi *methyl red* di bawah sinar lampu halogen 20W
- c. Uji efektivitas fotodegradasi *methyl red* dalam kondisi optimum yaitu (1) tanpa katalis (2) zeolit (3) TiO₂, dan (4) TiO₂-zeolit

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Zeolit

Zeolit alam sebanyak 150 gram dihaluskan dan diayak dengan ukuran 200 mesh. Selanjutnya, zeolit alam ditimbang 100 g dan ditambahkan 200 mL akuades dalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 120 *rpm* selama 30 menit. Larutan disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan residu dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Padatan zeolit tersebut kemudian didesikator selama 30 menit dan ditimbang hingga berat konstan (Wardhani, dkk., 2016).

3.5.2 Aktivasi Zeolit

30 gram zeolit direndam dalam 60 mL HCl 6 M sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 100 *rpm* selama 3 jam. Kemudian endapannya disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral. Zeolit (pH=7) dikeringkan selama 2 jam pada suhu 100°C dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 4 jam (Wardhani, dkk., 2016).

3.5.3 Sintesis TiO₂-Zeolit Alam dengan Metode Sonikasi

TiO₂ anatas SA (Sigma Aldrich) ditimbang sebanyak 1,8 gram dan zeolit alam ditimbang sebanyak 3 gram dan ditambahkan 48 mL etanol p.a (99,9%). Selanjutnya, campuran diaduk dengan *mortar agate* selama 1 jam kemudian disonikasi dengan frekuensi 20 kHz selama 30 menit hingga terbentuk suspensi. Suspensi tersebut, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 2 jam dan dikalsinasi menggunakan tanur pada suhu 500 °C selama 6 jam. Setelah dikalsinasi, padatan kemudian dihaluskan hingga berbentuk serbuk (Wardhani, dkk., 2016; Sene dkk., 2017).

3.5.4 Karakterisasi Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam

3.5.4.1 Identifikasi Struktur Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. 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 5-90°. Pertama sampel TiO₂ anatas, zeolit alam teraktivasi, dan TiO₂-zeolit alam dihaluskan dengan *mortar agate* untuk membentuk pelet. Kemudian sampel ditempatkan pada preparat dan dipress. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X.

3.5.4.2 Identifikasi Gugus Fungsi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk pada zeolit dan TiO₂-zeolit baik sebelum dan sesudah dilakukan uji

aktivitas fotodegradasi. Mula-mula, diambil padatan KBr dan sampel dengan perbandingan 10:1. kemudian dihaluskan dengan *mortar agate*. Padatan yang sudah halus kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan ditembakkan dengan sinar IR hingga terbentuk spektra puncak sampel.

3.5.4.3 Identifikasi Daerah Serapan dan Energi *Band Gap* dengan UV-Vis/DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*)

Karakterisasi dengan UV-Vis/DRS dilakukan untuk mengetahui karakter serapan sinar dari material TiO₂ anatas dan hasil sintesis TiO₂-zeolit alam di daerah ultraviolet dan sinar tampak. Dari data DRS juga dapat ditentukan energi celah pita material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada sampel *holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 400-800 nm. Hasil dari karakterisasi ini akan menghasilkan grafik energi *band gap* di mana akan menunjukkan grafik hubungan antara foton dengan kuadrat koefisien absorpsi.

Hasil karakterisasi spektrometri UV-Vis akan memperlihatkan spektrum absorbsi larutan TiO₂-zeolit yang terdiri dari sumbu x menerangkan panjang gelombang (nm) dan sumbu y menerangkan absorbansi (a.u). Penentuan nilai energi celah pita optik dianalisis menggunakan metode Touch plot. Metode ini ditentukan dengan menggunakan nilai transmitansi yang dihasilkan dari spektrometri UV-Vis dengan menarik ekstrapolasi pada daerah linier dari grafik hubungan $h\nu$ dan $(A h\nu)^2$ hingga memotong sumbu energi. h adalah konstanta Planck, ν adalah frekuensi dengan $\nu = c/\lambda$ dan A adalah nilai absorbansi. Dari grafik hubungan $h\nu$

dan $(Ah\nu)^2$ dapat ditarik garis yang bersinggungan dengan titik belok pada kurva, serta nilai $h\nu$ dari sumbu horizontal adalah nilai celah pita energinya.

3.5.5 Pembuatan Kurva Standar *Methyl Red* Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

3.5.5.1 Pembuatan Larutan Induk *Methyl Red* 100 ppm

Pembuatan larutan *methyl red* dilakukan dengan melarutkan 10 mg *methyl red* ke dalam *beaker glass* 100 mL. Kemudian dimasukkan larutan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tepat tanda batas. Setelah itu, dikocok hingga homogen, sehingga diperoleh larutan induk *methyl red* 100 ppm.

3.5.5.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methyl Red*

Larutan induk *methyl red* 100 ppm dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan labu ukur 100 mL. Kemudian dilarutkan dengan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan sampel *methyl red* dengan konsentrasi 10 ppm. Selanjutnya, dipipet 10 mL *methyl red* 10 ppm ke dalam tabung reaksi untuk diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang 200-800 nm, sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum larutan sampel *methyl red*. Panjang gelombang maksimum diperoleh dari nilai absorbansi tertinggi. Sebelum pengukuran sampel dengan spektrofotometer UV-Vis, perlu dilakukan pengukuran blanko dengan akuades.

3.5.5.3 Pembuatan Kurva Standar *Methyl Red*

Larutan induk *methyl red* 100 ppm dipipet sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Setelah itu, dilarutkan dengan

akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan *methyl red* dengan variasi konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Kemudian, dipipet 10 mL masing-masing konsentrasi ke dalam tabung reaksi untuk diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methyl red* yang telah diperoleh. Selanjutnya, absorbansi yang diperoleh dari setiap konsentrasi dibuat kurva standar dengan sumbu x sebagai konsentrasi larutan standar (ppm) dan sumbu y sebagai absorbansi yang dihasilkan oleh larutan standar. Dari grafik tersebut didapatkan persamaan regresi linier $y = bx + a$.

3.5.6 Uji Efektivitas Fotodegradasi *Methyl Red*

3.5.6.1 Pengaruh Variasi Lama Penyinaran Terhadap Efektivitas Fotodegradasi

Larutan *methyl red* 10 mg/L sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam lima *beaker glass* 100 mL dan ditambahkan beberapa tetes HCl 0,1 M hingga pH 2 (Rahmawati, 2020). Kemudian, ditambahkan massa fotokatalis TiO₂-zeolit alam sebanyak 50 mg. Uji efektivitas fotodegradasi *methyl red* dilakukan di bawah sinar lampu halogen 20W dengan variasi lama penyinaran selama 30, 40, 60, dan 80 menit sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Kemudian, disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 15 menit untuk diambil filtrat sehingga dapat diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *Methyl Red*.

3.5.6.2 Pengaruh Variasi Massa Katalis TiO₂-Zeolit Terhadap Efektivitas Fotodegradasi

Larutan *methyl red* 10 mg/L sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam lima *beaker glass* 100 mL dan ditambahkan beberapa tetes HCl 0,1 M hingga pH 2 (Rahmawati, 2020). Kemudian, ditambahkan variasi massa fotokatalis TiO₂-zeolit alam masing-masing sebesar 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 mg. Selanjutnya disinari di bawah sinar lampu halogen 20W selama waktu penyinaran optimum sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Setelah itu, disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 15 menit untuk diambil filtrat sehingga dapat diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methyl red*.

3.5.6.3 Efektivitas Fotodegradasi *Methyl Red* Menggunakan Katalis TiO₂ Zeolit Alam

Untuk mengetahui efektivitas fotodegradasi zat warna *methyl red* dilakukan dengan beberapa kondisi yaitu tanpa katalis, dengan katalis zeolit, dengan katalis TiO₂, dan dengan katalis TiO₂-zeolit. Larutan *methyl red* dengan konsentrasi 10 mg/L dipipet sebanyak 25 mL ke dalam *beaker glass* 100 mL dan ditambahkan beberapa tetes HCl 0,1 M hingga pH 2 (Rahmawati, 2020). Kemudian, ditambahkan massa optimum fotokatalis TiO₂-zeolit pada masing-masing *beaker glass* dan disinari di bawah sinar lampu halogen 20W dengan waktu penyinaran optimum sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Setelah itu, disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 15 menit untuk diambil filtrat sehingga dapat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methyl red*.

3.5.7 Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO₂ anatase (JCPDS No. 211272) untuk mengetahui karakteristik dari zeolit dan TiO₂ setelah diimbaskan pada zeolit. Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel rata-rata TiO₂ hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer berikut:

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots (3.1)$$

dengan D adalah ukuran partikel (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, k adalah konstanta (0,9), θ adalah sudut Bragg, dan β adalah luas setengah puncak *Full Width at Half Maximum* (FWHM, radian)

2. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan FTIR adalah gugus fungsi yang terbentuk pada zeolit teraktivasi dan TiO₂-zeolit alam. Spektra yang dihasilkan dibandingkan sebelum dan sesudah dilakukan uji aktivitas fotodegradasi.
3. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis/DRS akan dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk:

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{(1-R^2)}{2R} \dots \dots \dots (3.2)$$

di mana $F(R)$ = faktor Kubelka-Munk, K = koefisien absorpsi, S = koefisien *scattering* dan R = nilai reflektansi yang diukur. Nilai energi *band gap* ditentukan dengan membuat plot antara $(F(R) \cdot hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu y) vs energi foton (hv) (sebagai sumbu x). hv bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, di mana $hv=hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya

dan h adalah tetapan *planck*. Energi celah pita dihitung dengan cara menarik garis regresi linier pada nilai x ($h\nu =$ energi celah pita) ketika $y = 0$.

4. Data yang diperoleh dari aktivitas fotodegradasi adalah absorbansi maksimum spektra UV-Vis dari degradasi larutan *methyl red* kemudian dibuat larutan kurva standar dengan sumbu y adalah nilai absorbansi sedangkan sumbu x merupakan nilai konsentrasi dari *methyl red*. Melalui kurva standar, akan diperoleh persamaan regresi yaitu $y = ax + b$ untuk mengetahui konsentrasi akhir larutan *methyl red* setelah proses degradasi.

$$\% \text{ degradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \dots \dots \dots (3.3)$$

Konsentrasi awal *methyl red* didefinisikan sebagai C_0 sedangkan konsentrasi akhir *methyl red* setelah dilakukan fotodegradasi dilambangkan dengan C_t . Persen degradasi *methyl red* dapat diperoleh dengan memasukkan nilai absorbansi ke dalam persamaan regresi linear untuk mendapatkan konsentrasi akhir kemudian hasil tersebut dimasukkan ke dalam persamaan 3.3.

5. Data yang diperoleh dari analisis ANOVA Rancangan Acak Lengkap (RAL) diinterpretasikan berdasarkan hasil statistik uji F dan nilai probabilitas (p -value/sig.). Nilai F tabel diperoleh dengan memasukkan rumus sebagai berikut:

$$=F_{INV}(\alpha, df1, df2) \dots \dots \dots (3.4)$$

dengan df adalah derajat kebebasan (*degree of freedom*) yang mana $df1$ merupakan derajat kebebasan yang dimiliki oleh perlakuan/faktor, sedangkan $df2$ adalah derajat kebebasan yang dimiliki oleh galat/error.

Hipotesis yang digunakan dalam analisis ANOVA adalah sebagai berikut:

1. $H_0 : \mu\alpha_1 = \mu\alpha_2 = \mu\alpha_3 = 0$ artinya tidak ada perbedaan pengaruh antara perlakuan satu dengan perlakuan yang lain
2. $H_1 : \mu\alpha_1 \neq \mu\alpha_2 \neq \mu\alpha_3 \neq 0$ artinya minimal terdapat satu pasang perlakuan yang memberikan pengaruh yang berbeda.

Apabila statistik uji F dan nilai probabilitas (p-value/sig.) menghasilkan H_0 ditolak atau H_1 diterima maka perlu dilakukan Uji Lanjut dengan Uji BNT (LSD Test) atau BNJ (HSD Test) dengan signifikansi 5%.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Semakin tinggi lama penyinaran, maka efektivitas fotodegradasi akan semakin meningkat pada waktu penyinaran tertentu, degradasi akan turun dan waktu optimum penyinaran pada penelitian ini adalah 40 menit.
2. Semakin besar massa fotokatalis, maka efektivitas fotodegradasi akan semakin meningkat pada massa tertentu, degradasi akan turun dan massa optimum fotokatalis pada penelitian ini adalah 100 mg.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan uji SEM untuk mengetahui bentuk kristal dari fotokatalis TiO₂-zeolit.
2. Perlu dilakukan XRF untuk mengetahui unsur yang terkandung dalam fotokatalis TiO₂-zeolit.
3. Perlu dilakukan variasi lain untuk mengetahui lebih jauh efektivitas fotodegradasi dengan variasi konsentrasi *methyl red*.
4. Dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang *methyl red* yaitu 506 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mujiono. 2001. *Agama Ramah Lingkungan; Perspektif Al-Qur'an*. Jakarta: Paramadina
- Aini, N., Sagita, F. E., Diyanah, K., Arifah, A., Chasanah, S. N., & Prasetyo, A. 2019. Structural dan Photocatalytic Properties of TiO₂/Zeolite Synthesized Using Sol-Gel Method. *Alchemy: Journal of Chemistry*, 7(1), 25–30.
- Alfina, B. T., Wardhani, S., & Triandi, R. 2015. Sintesis TiO₂-N/Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru. *Kimia Student Jurnal*, 1(1), 599–605.
- Ali, M., Idris, M., & Quayum, M. 2013. Fabrication of ZnO Nanoparticles by Solution-Combustion Method for the Photocatalytic Degradation of Organic Dye. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 3(1), 36.
- Al-Maraghi, A. M. 1974. *Tafsîr al-Marâghî*. Jilid 21. Mesir: Mustafa Al-Babi Al-Halabi
- Al-Maraghi, A. M. 1985. *Tafsir al-Maraghi*. Jilid 1. Beirut: Dar al-Ihya' al-Turas al-'Arabiyah
- Al-Qardhawy. 1998. *As-Sunnah Sebagai Sumber Iptek dan Peradaban*. Terj. Setiawan Budi Utomo, Jakarta: Pustaka al-Kautsar
- Ameta, R., Solanki, M. S., Benjamin, S., & Ameta, S. C. 2018. Photocatalysis. In *Advanced Oxidation Processes for Wastewater Treatment: Emerging Green Chemical Technology*.
- Anam, C., Sirojudin, & Firdausi, K. S. 2007. Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji, Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi Ftir. *Berkala Fisika*, 10(1), 79–85.
- Andari, N. D., & Wardhani, S. 2014. Fotokatalis TiO₂-Zeolit untuk Degradasi Metilen Biru. *Chemistry Progress*, 7(1), 9–14.
- Andarini, N. R., Wardhani, S., & Khunur, M. M. 2013. Fotodegradasi Zat Warna Jingga Metil Menggunakan TiO₂-Zeolit dengan Penambahan Anion Anorganik No 3-. *1(1)*, 98–104.
- Anitha, V. C., Banerjee, A. N., & Joo, S. W. 2015. Recent Developments in TiO₂ as n-Type and p-Type Transparent Semiconductors: Synthesis, Modification, Properties, and Energy-Related Applications. *Journal of Materials Science*, 50(23), 7495–7536.
- Ansori, S., Sriatun, S., & Pardoyo, P. 2016. Modifikasi Zeolit Alam Menggunakan TiO₂ sebagai Fotokatalis Zat Pewarna Indigo Carmine. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 19(2), 68–71.
- Atikah, W. S. 2017. Potensi Zeolit Alam Gunung Kidul Teraktivasi Sebagai Media Adsorben Pewarna Tekstil. *Arena Tekstil*, 32, 17–24.

- Azad, K., & Gajanan, P. 2017. Photodegradation of Methyl Orange in Aqueous Solution by the Visible Light Active Co:La:TiO₂ Nanocomposite. *Chemical Sciences Journal*, 08(03).
- Aziztyana, A. P., Wardhani, S., Prananto, Y. P., Purwonugroho, D., & Darjito. 2019. Optimisation of Methyl Orange Photodegradation Using TiO₂-Zeolite Photocatalyst dan H₂O₂ in Acid Condition. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 546(4), 1–8.
- Baiocchi, C., Brussino, M. C., Pramauro, E., Prevot, A. B., Palmisano, L., & Marci, G. 2002. Characterization of Methyl Orange and Its Photocatalytic Degradation Products by HPLC/UV-VIS Diode Array and Atmospheric Pressure Ionization Quadrupole Ion Trap Mass Spectrometry. *International Journal of Mass Spectrometry*, 214(2), 247–256.
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. Gabriela, & Aboul-Enein, H. Y. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289–299.
- Cai, X., Jiang, Z., Zhang, X., & Zhang, X. 2018. Effects of Tip Sonication Parameters on Liquid Phase Exfoliation of Graphite into Graphene Nanoplatelets. *Nanoscale Research Letters*, 13, 1–10.
- Chatti, R., Rayalu, S. S., Dubey, N., Labhsetwar, N., & Devotta, S. 2007. Solar-Based Photoreduction of Methyl Orange Using Zeolite Supported Photocatalytic Materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 91(2–3), 180–190.
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A. G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A. S., & Abert-Vian, M. 2016. Ultrasound Assisted Extraction of Food and Natural Products. Mechanisms, Techniques, Combinations, Protocols and Applications. a Review in *Ultrasonics Sonochemistry* (pp. 1–66). Elsevier B.V.
- Chong, M. N., & Jin, B. 2012. Sol-Gel Synthesis of Inorganic Mesostructured Composite Photocatalyst for Water Purification: An Insight Into the Synthesis Fundamentals, Reaction, and Binding Mechanisms. *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic and Nano-Metal Chemistry*, 42(1), 68–75.
- Colmenares, J. C., Magdziarz, A., Chernyayeva, O., Lisovytskiy, D., Kurzydłowski, K., & Grzonka, J. 2013. Sonication-Assisted Low-Temperature Routes for the Synthesis of Supported Fe- TiO₂ Eco Nanomaterials: Partial Photooxidation of Glucose and Phenol Aqueous Degradation. *ChemCatChem*, 5(8), 2270–2277.
- Danielson, S. J. 1996. Thin-Film Immunoassays. Academic Press, Inc.
- 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.

- Dewata, I., & Danhas, Y. H. 2018. *Pencemaran Lingkungan*. Depok: Rajawali Press.
- Dostanić, J. M., Lončarević, D. R., Banković, P. T., Cvetković, O. G., Jovanović, D. M., & Mijin, D. Z. 2011. Influence of Process Parameters on the Photodegradation of Synthesized azo Pyridone Dye in TiO₂ Water Suspension Under Simulated Sunlight. *Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering*, 46(1), 70–79.
- Ebrahimi, H. R., & Modrek, M. 2013. Photocatalytic Decomposition of Methyl Red Dye by Using Nanosized Zinc Oxide Deposited on Glass Beads in Various pH and Various Atmosphere. *Journal of Chemistry*, 2013, 1–5.
- Fatimah, Husnul. 2020. Aktivitas Degradasi Zat Warna Indigosol Biru Menggunakan Fotokatalis TiO₂/Zeolit Alam. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim
- Fatimah, I., & Wijaya, K. 2005. Sintesis TiO₂/Zeolit Sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *Teknoin*, 10(4), 257–267.
- Foura, G., Chouchou, N., Soualah, A., Kouachi, K., Guidotti, M., & Robert, D. 2017. Fe-doped TiO₂ supported on HY-Zeolite for Solar Photocatalytic Treatment of Dye Pollutants. *Catalysts*, 7(11).
- Ibnu Katsîr, Ismâ'îl al-Qurasyî al-Dimasyqi.. 1978. *Tafsîr al-Qur'an al-Azîm*. Juz 3. Beirut: Dâr al-Ma'rifah
- Inggarwati, E. D., Istighfarini, V. N., & Prasetyo, A. 2020. Sintesis Komposit Bi₄Ti₃O₁₂/ TiO₂ dengan Metode Sonikasi. *Jurnal Ilmu Dasar*, 21(2), 81–86.
- Irianto, I. K. 2015. Buku Bahan Ajar Pencemaran Lingkungan. *Buku Bahan Ajar Pencemaran Lingkungan*, 1–88.
- Irwan, Lubis, S., Ramli, M., & Sheilatina. 2016. Photocatalytic Degradation of Indigo Carmine by TiO₂/Activated Carbon from Waste Coffee Ground. *Jurnal Natural*, 16(1), 21–26.
- Islam, M. S., Ang, B. C., Gharekhani, S., & Afifi, A. B. M. 2016. Adsorption Capability of Activated Carbon Synthesized from Coconut Shell. *Carbon Letters*, 20(1), 1–9.
- Ismawati, R. 2018. Zeolite: Structure and Potential in Agriculture. *Jurnal Pena Sains*, 5(1), 57–64.
- Kansal, S. K., Singh, M., & Sud, D. 2007. Studies on Photodegradation of Two Commercial Dyes in Aqueous Phase Using Different Photocatalysts. *Journal of Hazardous Materials*, 141(3), 581–590.

- Liao, G., He, W., & He, Y. 2019. Investigation of Microstructure and Photocatalytic Performance of a Modified Zeolite Supported Nanocrystal TiO₂ Composite. *Catalysts*, 502(9), 1–13.
- Liu, X., Liu, Y., Lu, S., Guo, W., & Xi, B. 2018. Performance and Mechanism into TiO₂/Zeolite Composites for Sulfadiazine Adsorption and Photodegradation. *Chemical Engineering Journal*, 350, 131–147.
- Madjid, A., Nitsae, M., Atikah, & Sabarudin, A. 2015. Pengaruh Penambahan Tripolyfosfat pada Kitosan Beads untuk Adsorpsi Methyl Orange. *Jurnal MIPA*, 38(2), 144–149.
- Mahatmanti, F. W., & Sumarni, W. 2003. Kajian Termodinamika Penyerapan Zat Warna Indikator Metil Oranye (MO) dalam Larutan Air oleh Adsorben Kitosan. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 6(2), 13–18.
- Martínez, C., & Corma, A. 2013. Zeolites. *Comprehensive Inorganic Chemistry II (Second Edition): From Elements to Applications*, 5, 103–131.
- McClements, D. J. 1995. Advances in the Application of Ultrasound in Food Analysis and Processing. *Trends in Food Science and Technology*, 6(9), 293–299.
- Meechoowas, E., Petchareanmongkol, B., Jampeerung, P., & Tapasa, K. 2018. The Effect of Decolorizing Agent on The Optical Properties of High Iron Contents Soda-Lime Silicate Glass. *Key Engineering Materials*, 766, 28–33.
- Munajad, A., Subroto, C., & Suwarno. 2018. Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy Analysis of Transformer Paper in Mineral Oil-Paper Composite Insulation Under Accelerated Thermal Aging. *Energies*, 11(2), 1–12.
- Muniroh, Muqoyatul. 2014. Studi Fotodegradasi-Adsorpsi *Methyl Red* Menggunakan Komposit TiO₂-Kitosan. *Skripsi*. Yogyakarta: UIN Sunan Kalijaga
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. 2019. How to Read and Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118.
- Narayanan, S., Tamizhdurai, P., Mangesh, V. L., Ragupathi, C., Santhana krishnan, P., & Ramesh, A. 2020. Recent Advances in the Synthesis and Applications of Mordenite Zeolite - review. *Royal Society of Chemistry Advances*, 11(1), 250–267.
- Niu, P. 2013. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO₂ Suspensions. *Asian Journal of Chemistry*, 25(2), 1103–1106.

- Norvia, S., Suhartana, & Pardoyo. 2016. Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi Dealuminasi Zeolit Alam Menggunakan Asam (HCl dan H₂SO₄). *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 19(2), 72–76.
- Nyamukamba, P., Tichagwa, L., Mamphweli, S., & Petrik, L. 2017. Silver/Carbon Codoped Titanium Dioxide Photocatalyst for Improved Dye Degradation Under Visible Light. *International Journal of Photoenergy*, 1–9.
- Ola, O., & Maroto-Valer, M. M. 2015. Review of Material Design and Reactor Engineering on TiO₂ Photocatalysis for CO₂ Reduction. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 24, 16–42.
- Panneerselvam, P., Bala, V. S. S., Thiruvengadaravi, K. V., Nandagopal, J., Palachinamy, M., & Sivanesan, S. 2009. The Removal of Copper Ions from Aqueous Solution Using Phosphoric Acid Modified β -Zeolites. *Indian Journal of Science and Technology*, 2(2), 63–66.
- Pawar, M., Sengođular, S. T., & Gouma, P. 2018. a Brief Overview of TiO₂ Photocatalyst for Organic Dye Remediation: Case Study of Reaction Mechanisms Involved in Ce-TiO₂ Photocatalysts System. *Journal of Nanomaterials*, 5953609, 1–13.
- Putri, S. E., & Side, S. 2021. The Effect of Ratio Zeolite dan TiO₂ Toward the Particle Size of Zeolite/ TiO₂ Composites. *Journal of Physics: Conference Series*, 1899(1), 1–7.
- Rahman, A., Nurjayadi, M., Wartilah, R., Kusri, E., Prasetyanto, E. A., & Demergenci, 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.
- Rahmawati, A. F. I. 2020. Pengaruh Komposisi TiO₂:N dan pH pada Degradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis TiO₂:N/Zeolit. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim
- Rajagopalan, V., Abirami, M., & Yuvaraja, N. 2020. Photodegradation of Contaminants in Bathroom Wastewater Under UV Illumination Source. *Materials Today: Proceedings*, 33, 1–4.
- Rashed, M. N., & El-Amin, A. A. 2007. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO₂ Under Different Solar Irradiation Sources. *International Journal of Physical Sciences*, 2(3), 73–81.
- Rodríguez, L. M. G., Escobar, J. A. P., López, J. G. P., Rio, D. A. D. H. Del, Vázquez, S. I. S., Martínez, C. J. C., Solis, C. G., & Chulim, A. C. 2020. Synthesis, Characterization and Photocatalytic Activity Evaluation of WO₃, TiO₂ dan WO₃/ TiO₂ Supported on Zeolite Faujasite. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, 18(10–11), 1–16.
- Sabarudin. 2017. *Islam dan Lingkungan Hidup*. Yogyakarta: Aswaja Pressindo.

- Sene, R. A., Moradi, G. R., & Sharifnia, 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, 490–501.
- Senthilkumar, S., Porkodi, K., Gomathi, R., Geetha Maheswari, A., & Manonmani, N. 2006. Sol-gel derived silver doped nanocrystalline titania catalysed photodegradation of methylene blue from aqueous solution. *Dyes and Pigments*, 69(1–2), 22–30.
- Setthaya, N., Chindaprasirt, P., Yin, S., & Pimraksa, K. 2017. TiO₂-Zeolite Photocatalysts Made of Metakaolin and Rice Husk Ash for Removal of Methylene Blue Dye. *Powder Technology*, 1–35.
- Shankar, M. V., Andanan, S., Venkatachalam, N., Arabindoo, B., & Murugesan, V. 2006. Fine Route for an Efficient Removal of 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid (2,4-D) by Zeolite-supported TiO₂. *Chemosphere*, 63(6), 1014–1021.
- Sheikh, M. U. D., Naikoo, G. A., Thomas, M., Bano, M., & Khan, F. 2016. Solar-Assisted Photocatalytic Reduction of Methyl Orange Azo Dye Over Porous TiO₂ Nanostructures. *New Journal of Chemistry*, 40(6), 1–33.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an Vol. 14*. Jakarta: Lentera Hati
- Shihab, M. Quraish. 2003. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an Jilid 11*, Jakarta: Lentera Hati,
- Shihab, M. Quraish. 2005. *Tafsir Al-Misbah*. Jakarta : Lentera Hati
- Shihab, M. Quraish. 2007. *Ensiklopedi Al-Qur'an: Kajian Kosakata Jilid 2*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab. M. Quraish. 2007. *Secercah Cahaya Ilahi*, Mizan. Bandung: Mizan
- Sjahfirdi, L., Aldi, N., Maheshwari, H., & Astuti, P. 2015. Aplikasi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan Pengamatan Pembengkakan Genital Pada Spesies Primata, Lutung Jawa (*Trachypithecus auratus*) Untuk Mendeteksi Masa Subur. *Jurnal Kedokteran Hewan - Indonesian Journal of Veterinary Sciences*, 9(2), 156–160.
- Sofia, W. N. 2021. Interpretasi Imam Al-Maraghi dan Ibnu Katsir Terhadap Qs. Ali Imran Ayat 190-191. *Tafkir: Interdisciplinary Journal of Islamic Education*, 2(1), 41–57. <https://doi.org/10.31538/tijie.v2i1.16>
- Suirta, I. W. 2010. Sintesis Senyawa Orto-Fenilazo-2-Naftol Sebagai Indikator Dalam Titrasi. *Jurnal Kimia*, 4(1), 27–34.
- Suslick, K. S., & Price, G. J. 1998. Applications of Ultrasound to Materials Chemistry. *Ultrasound and Material Chemistry*, 29, 295–326.

- Suwandi, R., & Mardiono Jacob, A. 2015. Aplikasi Gelombang Ultrasonik Sebagai Alternatif untuk Mempertahankan Kesegaran Ikan Nila. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 18(1), 50–60.
- Tiwari, S., & Talreja, S. 2020. Powder X-Ray Crystallography a Powerful Tool of Analysis and Powder X-Ray Crystallography a Powerful Tool of Analysis. *The International Journal Of Analytical And Experimental Modal Analysis*, 12(12), 109–116.
- Trivana. L., Sugiarti, S., & Rohaetib, E. 2015. Sintesis Zeolit dan Komposit TiO₂/Zeolit dari Kaolin serta Uji Adsorpsi-Fotodegradasi Metilen Biru. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 11(2), 147–162.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono, T., & Sugiharto, E. 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.
- Wardhani, S., Bahari, A., & Misbah Khunur, M. 2016. Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO₂-N/Zeolit-Kitosan pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembangan, Sumber Sinar, dan Lama Penyinaran). *Journal of Enviromental Engineering and Sustainable Technology*, 3(2), 78–84.
- Wardhani, S., Farid Rahman, M. F., Purwonugroho, D., Triandi Tjahjanto, R., Adi Damayanti, C., & Oktavia Wulandari, I. 2016. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using TiO₂-Natural Zeolite as a Photocatalyst. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 5(1), 19–27.
- Wijaya, K., Tahir, I., & Haryanti, N. 2005. Synthesis of Fe₂O₃-Montmorillonite and Its Application as a Photocatalyst for Degradation of Congo Red Dye. *Indonesian Journal of Chemistry*, 5(1), 41–47.
- Windati, Wahyu. 2012. Impregnasi Zeolit Alam dengan TiO₂ untuk Degradasi Jingga Metil Secara Fotokatalitik. *Skripsi*. Surabaya: Universitas Airlangga
- Woodley, S. M., & Catlow, C. R. A. 2009. Structure Prediction of Titania Phases: Implementation of Darwinian Versus Lamarckian Concepts in an Evolutionary Algorithm. *Computational Materials Science*, 45(1), 84–95.
- Yesica, Septivani. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Malang dengan Variasi Waktu Pemeraman. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim
- Yusefah, D., & Amaria. 2014. Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Ukuran Kristal dan Energi Celah Pita Komposit TiO₂-SiO₂. *Journal of Chemistry*, 3(1), 33–37.
- Zhang, W., Xiao, X., Zheng, L., & Wan, C. 2015. Fabrication of TiO₂/MoS₂@Zeolite Photocatalyst and its Photocatalytic Activity for Degradation of Methyl Orange Under Visible Light. *Applied Surface Science*, 1–11.

Zilfa, Rahmayeni, Septiani, U., & Fajri, M. L. 2017. Utilization Natural Zeolite from West Sumatera for TiO₂ Support in Degradation of Congo Red dan a Waste Simulation by Photolysis. *Der Pharmacia Lettre*, 9(5), 1–10.