

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA METHYLENE BLUE  
MENGUNAKAN  $\text{TiO}_2$  / ZEOLIT ALAM DENGAN PENAMBAHAN  
HIDROGEN PEROKSIDA ( $\text{H}_2\text{O}_2$ )**

**SKRIPSI**

**Oleh :**

**MUKTADI AMRI ASSIDDIQI**

**NIM. 08630002**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2015**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA *METHYLENE BLUE*  
MENGUNAKAN TiO<sub>2</sub>/ZEOLIT ALAM DENGAN PENAMBAHAN  
HIDROGEN PEROKSIDA (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)**

**SKRIPSI**

Oleh:

**Muktadi Amri Assiddiqi**

**NIM. 08630002**

Telah disetujui oleh:

1. Pembimbing I : Suci Amalia, M.Sc  
NIP. 19821104 200901 2 007
2. Pembimbing II : A. Ghanaim Fasya, M.Si  
NIP. 19820616 200604 1 002
3. Konsultan : Susi Nurul Khalifah, M. Si  
NIPT. 2013091022317

(.....)  
(.....)  
(.....)

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamilah Hayati, M. Si  
NIP. 19700620 200604 2 002

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA *METHYLENE BLUE*  
MENGUNAKAN TiO<sub>2</sub>/ZEOLIT ALAM DENGAN PENAMBAHAN  
HIDROGEN PEROKSIDA (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)**

**SKRIPSI**

Oleh:

**MUKTADI AMRI ASSIDDIQI  
NIM. 08630002**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Tugas Akhir Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 10 Juli 2015**

Susunan Dewan Penguji

- |                       |   |
|-----------------------|---|
| 1. Penguji Utama      | : Tri Kustono Adi, M. Sc<br>NIP. 19710311 200312 1 002  |
| 2. Ketua Penguji      | :, Nur Aini, M.Si<br>NIPT. 2013091022316                |
| 3. Sekretaris Penguji | :, Suci Amalia, M.Sc<br>NIP. 19821104 200901 2 007      |
| 4. Anggota            | :, A. Ghanaim Fasya, M.Si<br>NIP. 19820616 200604 1 002 |

Tanda Tangan

(*Trikustono*)

(*Nur Aini*)

(*Suci Amalia*)

(*A. Ghanaim Fasya*)



Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia

**Elok Kamilah Hayati, M. Si  
NIP. 19740620 200604 2 002**

**SURAT PERNYATAAN**  
**ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Muktadi Amri Assiddiqi

NIM : 08630002

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : Fotodegradasi Zat Warna *Methylene Blue* Menggunakan TiO<sub>2</sub>/Zeolit Alam Dengan Penambahan Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka. Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 9 Januari 2015

Yang Membuat Pernyataan,

  
Muktadi Amri Assiddiqi  
NIM. 08630002

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaykum Warahmatullahi Wabarakatuh*

Segala puji syukur kehadiran Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat, taufiq, dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyusun skripsi berjudul “Fotodegradasi Zat warna *Methylene Blue* Menggunakan  $\text{TiO}_2$  –Zeolit alam dengan Penambahan Hidrogen Peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ )”. Penyusunan skripsi ini sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains (S.Si) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang. Penulis menyadari bahwa banyak pihak yang telah membantu selama penelitian, penyusunan sampai pada tahap penyelesaian skripsi ini. Untuk itu, iringan do'a dan ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. drh. Hj. Bayyinatul Muchtarromah, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan pembimbing akademik.
4. Dosen pembimbing Suci Amalia, M.Sc dan A. Ghanaim Fasya, M.Si karena atas bimbingan, pengarahan, kesabaran, dan motivasinya penyusunan skripsi ini dapat diselesaikan.

5. Dosen konsultan Susi Nurul Khalifah, M.Si karena atas bimbingan, pengarahan, kesabaran, dan motivasinya penyusunan skripsi ini dapat diselesaikan.
6. Dosen penguji Tri Kustono Adi, M.Sc dan Nur Aini, M.Si karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
7. Segenap Dosen, laboran dan staf Administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
8. Kedua orang tua tercinta penulis Humaidi Zain dan Rosikhun yang telah memberikan do'a, dukungan moral, spiritual dan material sejak awal hingga akhir.
9. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu secara langsung maupun tidak langsung yang telah memberikan bantuan selama penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan penelitian ini masih jauh dari sempurna, sehingga demi memperoleh hasil yang lebih baik dan bermanfaat, penulis mengharapkan kritik dan saran membangun dari semua pihak. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khazanah ilmu pengetahuan bagi penulis khususnya dan semua pihak umumnya.

*Wassalamualaikum Warahmatullahi wabarakatuh.*

Malang, 9 Januari 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMANAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN KEASLIAN TULISAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>v</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>x</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	9
1.3. Tujuan Penelitian .....	9
1.4. Batasan Masalah .....	9
1.5. Manfaat Penelitian .....	10
<b>BAB II KAJIAN PUSTAKA</b> .....	<b>11</b>
2.1. Zeolit Alam.....	11
2.2. Struktur Zeolit.....	14
2.3. Zeolit Mordenit.....	16
2.4. Aktivasi Zeolit .....	17
2.5. Pengembangan Logam dengan Metode Impregnasi .....	20
2.6. Karakterisasi .....	20
2.6.1 X-ray Diffraction (XRD) .....	20
2.6.2 Luas Permukaan Menggunakan Metode Adsorpsi Methylene Blue..	23
2.7. Semikonduktor TiO <sub>2</sub> sebagai Material Fotokatalis.....	25
2.6. Komposit TiO <sub>2</sub> /Zeolit Alam .....	25
2.8. <i>Methylene blue</i> .....	30
2.9. Fotodegradasi.....	33
2.10 Penambahan Anion Anorganik Dalam Proses Fotodegradasi .....	41
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>44</b>
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	44
3.2. Alat dan Bahan .....	44
3.2.1. Alat .....	44
3.2.2. Bahan .....	44
3.3. Tahapan Penelitian .....	44
3.4. Prosedur Penelitian .....	45
3.4.1. Preparasi Sampel .....	45
3.4.2. Aktivasi Zeolit .....	45
3.4.3. Pembuatan Komposit TiO <sub>2</sub> /Zeolit Alam Malang dengan Metode Hedrotermal (Rianto, 2012) .....	45
3.4.4. Karakterisasi TiO <sub>2</sub> /Zeolit Alam Menggunakan X-ray Diffraction	

(XRD) .....	46
3.4.5 Proses Fotodegradasi .....	46
3.4.5.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>methylene blue</i> .....	46
3.4.5.2. Penentuan Waktu Operasional .....	46
3.4.5.3. Penentuan Kurva Baku Pada T Optimum .....	46
3.4.5.4. Pengaruh variasi jumlah penambahan TiO <sub>2</sub> /Zeolit alam terhadap persen degradasi <i>methylene blue</i> .....	47
3.4.5.5. Pengaruh variasi konsentrasi H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> terhadap konstanta laju degradasi serta lama penyinaran terhadap degradasi <i>methylene         blue</i> .....	47
3.4.6. Analisis Data .....	48
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>49</b>
4.1. Preparasi Sampel .....	49
4.2. Aktivasi Zeolit alam dengan NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> .....	49
4.3. Pembuatan Komposit TiO <sub>2</sub> /Zeolit Alam Malang .....	52
4.4. Karakterisasi TiO <sub>2</sub> /Zeolit Alam Menggunakan X-ray Diffraction (XRD) .....	54
4.5. Proses Fotodegradasi .....	56
4.5.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>methylene blue</i> .....	56
4.5.2. Penentuan Waktu Operasional .....	57
4.5.3. Pembuatan Kurva Baku .....	58
4.5.4. Pengaruh Variasi Jumlah Penambahan Komposit terhadap Persen Degradasi .....	59
4.5.5. Pengaruh Variasi Konsentrasi H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> serta Lama Penyinaran terhadap Persen Degradasi Zat Warna <i>methylene blue</i> .....	63
4.5.6. Pemanfaatan TiO <sub>2</sub> /Zeolit alam Malang sebagai Fotodegradasi Pewarna <i>methylene blue</i> .....	67
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>71</b>
5.1. Kesimpulan .....	71
5.2. Saran .....	71
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>72</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>77</b>

## ABSTRAK

**Assiddiqi, MA. 2015.** Fotodegradasi Zat Warna Methylene Blue Menggunakan  $\text{TiO}_2$ /Zeolit Alam Dengan Penambahan Hidrogen Peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ). Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ghanaim Fasya, M.Si; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

**Kata Kunci:** Zeolit Alam Malang, Komposit,  $\text{TiO}_2$ , Fotodegradasi,  $\text{H}_2\text{O}_2$

*Methylene blue* merupakan zat warna memiliki efek berbahaya untuk kesehatan manusia, karena dibuat dari senyawa azo yang mengandung gugus kromofor  $-\text{N}=\text{N}-$  dalam molekulnya. Komposit  $\text{TiO}_2$ /zeolit dapat digunakan untuk mendegradasi zat pewarna. Allah berfirman dalam surat Ali Imran ayat 191, bahwa tidak ada satupun yang diciptakan oleh Allah di langit, di bumi dan diantara keduanya dengan sia-sia, seperti halnya zeolit alam Malang sebagai komposit. Aktivitas zeolit alam dapat ditingkatkan dengan aktivasi dan pengembangan  $\text{TiO}_2$ . Tujuan penelitian ini adalah mengetahui karakterisasi  $\text{TiO}_2$ /zeolit, jumlah penambahan  $\text{TiO}_2$ /zeolite efektif dan konsentrasi penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  efektif serta waktu lama penyinaran efektif terhadap fotodegradasi *methyleneblue*.

Zeolit alam diaktivasi menggunakan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M dan diperoleh H-zeolit. H-zeolit dicampur  $\text{TiO}_2$  dengan perbandingan (97:3) % dengan metode hidrotermal dan kalsinasi pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Karakterisasi komposit  $\text{TiO}_2$ /zeolite dengan XRD. Dilakukan variasi penambahan komposit dalam proses fotodegradasi terhadap *methylene blue* dengan penyinaran lampu UV. Hasil terbaik variasi penambahan komposit akan ditambahkan pada variasi konsentrasi penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam proses fotodegradasi terhadap *methylene blue* dengan penyinaran lampu UV.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan zeolit alam tidak mengalami perubahan struktur, namun terjadi perubahan intensitas akibat penambahan  $\text{TiO}_2$ . Penambahan komposit  $\text{TiO}_2$ /zeolit terbaik sebanyak 75 mg dengan efektifitas degradasi sebesar 29,68 %. Dan penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  terbaik pada konsentrasi 1,5 M dengan efektifitas degradasi sebesar 30,15 % pada penyinaran lampu UV selama 100 menit.

## ABSTRACT

Assiddiqi, MA. 2015. Methylene Blue Dye Photodegradation Using TiO<sub>2</sub>/Zeolite with the Addition of Hydrogen Peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). Thesis. Chemistry Development, Science and Technology Faculty, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. First Supervisor, Suci Amalia, M.Sc; Second Supervisor, A. Ghanaim Fasya, M.si; Consultant, Susi Nurul Khalifah, M.Si.

**Keywords:** Natural zeolite malang, Composite, TiO<sub>2</sub>, Photodegradation, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Methylene blue is a dye that has a harmful effect for human health, because it is made of compounds containing azo chromophore group –N=N– in its molecule. Composite zeolite-TiO<sub>2</sub> can be used to degrade dye. Allah says in the letter Ali Imran paragraph 191, that no one has created gods in the heavens and in the earth in vain, as well as the natural zeolite malang composite. Natural zeolite activity can be enhanced by activation and development of TiO<sub>2</sub>. The purpose of this study is to investigate the characterization of zeolite-TiO<sub>2</sub>, the number of effective zeolite addition and addition of effective ion concentration, and prolonged irradiation is effective against methylene blue photodegradation.

Activated natural zeolite using NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 2 M retrieved H-zeolite, H-zeolite mixed TiO<sub>2</sub> with ratio (97:3) % by hydrothermal method and calcinations at temperatures 500 °C during the four-hour. Characterization of composite zeolite-TiO<sub>2</sub> with XRD. Do variations in the process of adding composite photodegradation to methylene blue by irradiating UV light. The best results are variations in the addition of composite will be added to increase H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> the concentration variation in the process of photodegradation to methylene blue by irradiating UV light.

The result of the characterization XRD of the natural zeolite showed no change in structure, however, the intensity changes due to the addition of TiO<sub>2</sub>. The best addition of composite zeolite-TiO<sub>2</sub> as much as 75 mg with the effectiveness of degradation at 29,68 % and addition of the best H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> to concentration at 1,5 M, with the effectiveness of degradation by 30,15 % at irradiating UV light as much as 100 minutes.

## مستخلص البحث

الصادقي، م.ا، ١٥.٢. تحليل الضوئي من مادة اللون ازرق الميثيلين (*Methylene Blue*) باستخدام الزيوليت  $TiO_2$  من مقارنتهما ٧٨:٢٢ بزيادة برأ أكسيد الهيدروجين ( $H_2O_2$ ). بحث العلمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم بالمج. المشرفة الأولى سوجي عملية الماجستير، والمشراف الثاني احمد غنائم فشا الماجستير، والمستشارة سوسى نور الخليفة الماجستير

الكلمة الأساسية: الزيوليت الطبيعي بمالانج، الخليط، ثاني اوكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ )، تحلل الضوئي، برأ أكسيد الهيدروجين ( $H_2O_2$ )

ارزق الميثيلين (*Methylene Blue*) هو مادة اللون لها تأثير الخطير لصحة الإنسان لأنه مصنوعة من مركبات آزو التي تحتوي مجموعة حامل اللون  $-N=N-$  في جزيئاته. يستطيع الباحث أن يستخدم خليط زيوليت ثاني اوكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) لإذلال مادة اللون. شرح الله في كتابه الكريم سورة العمران: ١٩١ أن لا خلق الله في السماوات والأرض عبثا مثل استخدام زيوليت الطبيعي بمالانج كمختلط. أنشطة زيوليت الطبيعي تعزز بتفعيل و النامية ثاني اوكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ). هدف هذا البحث ليعترف أنشطة زيوليت- $TiO_2$ ، و جملة التزديد من فعال زيوليت- $TiO_2$  و تركيز التزديد فعال إيونبر أ أكسيد الهيدروجين ( $H_2O_2$ )، و وقت طويل لتشجيع فعالة على تحلل الضوئي ارزق الميثيلين (*Methylene Blue*)

تنشيط زيوليت الطبيعي باستخدام ٢M نترات الـ  $(NH_4NO_3)$  و تحصيله H-زيوليت، يخلط H-زيوليت ب  $TiO_2$  بمقارنتهما ٧٨:٢٢ وبطريقة المائية و تكليس في درجات الحرارة  $500^{\circ}C$  من خلال أربع ساعات. أنشطة تخليط من زيوليت- $TiO_2$  ب XRD. متوع تزديد الخليط في عملية تحلل الضوئي على ارزق الميثيلين (*Methylene Blue*) بواسطة اضاءة مصباح الأشعة فوق البنفسجية. أفضل النتائج من متوع تزديد الخليط ستضاف على متوع أنشطة التزديد  $H_2O_2$  في عملية تحلل الضوئي على ارزق الميثيلين (*Methylene Blue*) بواسطة اضاءة مصباح الأشعة فوق البنفسجية.

تدل نتيجة أنشطة XRD أن زيوليت الطبيعي لا يتغير تركيبه و لكن تغير كثافة بسبب رباط  $TiO_2$ . أفضل ربط خليط الزيوليت- $TiO_2$  مجموعتهما ٧٥mg بنتيجة فعالية الإذلال ٩٤،٢٩% و تزديد أفضل إيونبر أ أكسيد الهيدروجين ( $H_2O_2$ ) على أنشطة  $M_{1,5}$  بنتيجة فعالية الإذلال ٣٠،٥١% على اضاءة مصباح الأشعة فوق البنفسجية من خلال ١٠٠ دقائق.

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Contoh struktur 3 dimensi zeolit alam .....	12
Gambar 2.2 Difraktogram XRD zeolit alam Malang, Jawa Timur.....	13
Gambar 2.3 Tetrahedral alumina dan silica (TiO <sub>4</sub> ) pada struktur zeolit.....	14
Gambar 2.4 Satuan pembangun sekunder dalam zeolit .....	15
Gambar 2.5 Struktur mordenit .....	16
Gambar 2.6 Proses pertukaran ammonium dengan kation yang pada zeolit .....	18
Gambar 2.7 Analisis SEM zeolit alam.....	19
Gambar 2.8 Analisis SEM zeolit alam teraktivasi menggunakan larutan Ammonium nitrat .....	19
Gambar 2.9 Spektrum XRD zeolit alam asal Malang, Jawa Timur.....	22
Gambar 2.10 Difraktogram X-ray Diffraction (XRD) mordenit .....	23
Gambar 2.11 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor.....	26
Gambar 2.12 Energi band gap dari beberapa semikonduktor di dalam larutan Elektrolit pH=1 .....	27
Gambar 2.13 Struktur kristal anatas TiO <sub>2</sub> .....	28
Gambar 2.14 Struktur kristal rutil TiO <sub>2</sub> .....	29
Gambar 2.15 struktur <i>Methylene blue</i> .....	30
Gambar 2.16 Fotodegradasi senyawa <i>Methylene blue</i> dengan TiO <sub>2</sub> .....	39
Gambar 3.1 Rangkaian reaktor uji fotodegradasi .....	47
Gambar 4.1 Skema pertukaran kation antara amonium dengan kation zeolit.....	51
Gambar 4.2 Pergerakan ammonium sebagai bahan aktivasi zeolit.....	52
Gambar 4.3 Dugaan reaksi modifikasi zeolit menggunakan TiO <sub>2</sub> .....	53
Gambar 4.4 Difraktogram komposit TiO <sub>2</sub> /zeolit .....	54
Gambar 4.5 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang <i>Methylene blue</i> .....	56
Gambar 4.6 Grafik hubungan konsentrasi <i>Methylene blue</i> dengan Absorbansi .	59
Gambar 4.7 Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> anatas .....	63

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi zeolit alam.....	13
Tabel 2.2	Luas permukaan karaktrisasi adsorpsi <i>methylene blue</i> .....	25
Tabel 2.3	Perbandingan sifst dari struktur Kristal TiO <sub>2</sub> rutil .....	29
Tabel 4.1	Puncak dipraktogram komposit TiO <sub>2</sub> /zeolit.....	55
Tabel 4.2	Hubungan waktu pengukuran dengan absorbansi.....	57
Tabel 4.3	Perlakuan sampel pembanding yang disinari lampu UV selama 100 menit .....	60
Tabel 4.4	Pengaruh variasi penambahan komposit terhadap persen degradasi <i>methylene blue</i> dengan penambahan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2 M dan penyinaran Lampu UV selama 100 menit .....	61
Tabel 4.5	Pengaruh variasi konsentrasi H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> dan lama penyinaran terhadap degradasi <i>methylene blue</i> dengan penambahan komposit TiO <sub>2</sub> /Zeolit 75 mg .....	64



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Zeolit merupakan mineral yang terbentuk dari abu gunung berapi dan garam laut selama jutaan tahun. Keberadaannya sangat melimpah, salah satu kecamatan di Malang selatan misalnya, memiliki kandungan mineral zeolit sebanyak 4,8 juta ton yang belum dimanfaatkan dan belum ada penanganan yang jelas (Setiadi dan Pertiwi, 2007). Laniwati (1999) juga melaporkan bahwa zeolit alam asal malang banyak mengandung mineral jenis mordenit (55-85 %) dan kristalinitas mordenitnya 38-39 %.

Zeolit mempunyai sejumlah sifat kimia maupun fisika menarik, diantaranya memiliki sifat inert, stabilitas termal tinggi, memiliki rongga yang memungkinkan terjadinya adsorpsi, mempunyai kemampuan untuk mengikat logam sebagai katalis, memiliki luas permukaan yang besar yang memungkinkan terjadinya proses katalitik, penukar kation, penyangga, separator, sebagai pembawa herbisida dan pestisida dan sebagai media tanam (Augustine, 1996; Maygasari, dkk., 2010; Istadi, 2011).

Penggunaan zeolit alam sebagai pengemban merupakan salah satu bentuk usaha untuk meningkatkan daya guna zeolit alam. Hal ini berarti manusia sebagai makhluk yang berpikir telah mempelajari salah satu ciptaan Allah SWT. secara mendalam dan tidaklah Allah SWT. menciptakan ini semua dengan sia-sia. Allah SWT. berfirman dalam Q.S Shad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۖ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

*“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, Maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka” (Q.S Shad:27).*

Berdasarkan ayat di atas menjelaskan bahwa Allah SWT. menciptakan semua yang ada di bumi, langit dan alam semesta pasti ada hikmahnya dan manfaatnya. Hanya orang kafir yang tidak percaya hal tersebut sehingga celakalah dia yang tidak mempercayai ayat-ayat Allah SWT. Oleh karena itu, banyak sekali pelajaran yang dari alam semesta ini. Sebagai contoh kecil yaitu batu zeolit alam Malang yang akan dimanfaatkan dalam penelitian ini.

Salah satu upaya peningkatan kerja zeolit alam yaitu zeolit akan diaktivasi dan dimodifikasi. Suharto (2007) melakukan aktivasi dan modifikasi terhadap zeolit alam. Dalam penelitian tersebut dilakukan aktivasi kimia dengan menggunakan amonium nitrat dan aktivasi fisika dengan kalsinasi sedangkan untuk modifikasinya berupa impregnasi logam Ti, Ni dan Cr. Pada penelitian tersebut diperoleh hasil pengukuran terhadap luas permukaan katalis semakin meningkat dengan adanya perlakuan aktivasi dan modifikasi impregnasi logam. Sampel zeolit alam mempunyai luas permukaan sebesar 97 m<sup>2</sup>/g, sampel zeolit teraktivasi sebesar 105 m<sup>2</sup>/g, dan katalis zeolit bifungsional sebesar 110 m<sup>2</sup>/g.

Rianto (2012) juga telah melakukan penelitian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi logam terimpregnasi logam TiO<sub>2</sub>. Pada penelitian tersebut diperoleh luas permukaan dengan masing-

masing konsentrasi  $\text{TiO}_2$  0,1; 0,2 dan 0,3 M sebesar 22,433; 23,365 dan 21,502  $\text{m}^2/\text{gram}$ .

Utubira, dkk., (2006) melaporkan bahwa zeolit yang termodifikasi dengan titan dioksida memiliki sifat-sifat fisikokimia yang lebih baik dibandingkan dengan zeolit alam, seperti kandungan titan meningkat dari 0,26 % pada zeolit menjadi 2,80 % pada  $\text{TiO}_2$ -zeolit; luas permukaan spesifik dari 19,57  $\text{m}^2/\text{g}$  pada zeolit menjadi 67,96  $\text{m}^2/\text{g}$  pada  $\text{TiO}_2$ -zeolit; volume pori total dari  $20,64 \times 10^{-3}$   $\text{mL}/\text{g}$  menjadi  $49,56 \times 10^{-3}$   $\text{mL}/\text{g}$ ; serta penurunan rerata jejari pori dari 21,10 Å pada Zeolit menjadi 14,58 Å pada  $\text{TiO}_2$ -zeolit dan mampu menurunkan angka COD limbah industry tekstil sebesar 57,85 %.

Fotokatalis yang telah banyak dilaporkan penggunaannya yaitu  $\text{ZnO}$ ,  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Corro, dkk., 2013; Slamet, dkk., 2003; Slamet, dkk., 2008; Slamet, dkk., 2010; Widihati, dkk., 2010) dan memiliki fotosensitifitas dan kestabilan yang sangat tinggi (Carraway, 1994; Jang, 2006; Kuo, 2007). Semikonduktor  $\text{TiO}_2$  memiliki banyak keunggulan yaitu memiliki aktivitas fotokatalisis yang tinggi, stabil, tidak beracun, dan harga yang relatif lebih murah (Hasibuan, 2012).

Aktivitas  $\text{TiO}_2$ , salah satunya dipengaruhi oleh bentuk kristalnya (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001). Katalis  $\text{TiO}_2$  memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu anatas, rutil dan brukit. Namun hanya struktur anatas dan rutil yang keberadaannya di alam cukup stabil, karena struktur brukit sulit dimurnikan dari mineralnya sehingga sulit ditemukan dan diamati (Marlupi, 2003). Faktor lain yang berpengaruh terhadap aktivitas  $\text{TiO}_2$  adalah luas permukaan, distribusi

ukuran partikel, porositas, densitas permukaan group hidroksil dan sebagainya (Wanhong, 1999).

Kemampuan  $\text{TiO}_2$  dalam proses degradasi dapat ditingkatkan dengan cara diimbangkan pada zeolit sehingga memiliki fungsi ganda yaitu adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan mampu mengalami pertukaran kation) dan fotokatalis (Wardhani, dkk., 2013). Material  $\text{TiO}_2$  merupakan semikonduktor yang dapat digunakan dalam proses fotokatalis. Sedangkan zeolit dapat berperan sebagai pengemban  $\text{TiO}_2$ , selain itu zeolit juga aktif digunakan sebagai katalis. Hal ini disebabkan penggunaan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  tanpa adanya material pengemban dapat menghasilkan *sintering*  $\text{TiO}_2$  yang tinggi pada campuran reaksi dan kesulitan untuk memisahkan  $\text{TiO}_2$ , sehingga akan menurunkan tingkat aktivitas material katalis.

Munculnya permasalahan limbah mendorong pemerintah untuk mengeluarkan Peraturan Pemerintah Nomor 18 Tahun 1999 (Riyanto, 2010) tentang pengolahan limbah bahan berbahaya dan beracun. Pada tanggal 27 Februari ditetapkan bahwa jenis industri atau kegiatan tekstil diantaranya (kode limbah D213), menghasilkan pencemaran dari pigmen, zat warna dan pelarut organik, termasuk dalam daftar limbah B3 dari sumber yang spesifik.

Limbah cair tekstil yang mengandung zat warna dapat memberikan masalah tersendiri karena beberapa hal berikut: (1) Konsumsi tekstil akan selalu mengikuti peningkatan populasi penduduk, (2) Sebagian besar zat warna yang dibuat agar mempunyai resistensi terhadap pengaruh lingkungan seperti efek pH,

suhu dan mikroba, (3) Pengolahan zat warna menjadi sulit karena struktur aromatik pada zat warna sulit terdegradasi (Qodri, 2011).

Beberapa macam zat pewarna dari limbah cair tekstil yang sering digunakan, diantaranya *congo red*, *methyl orange*, *malachite green*, *Methylene blue* dan lain-lain. Dalam industri tekstil, *Methylene blue* merupakan salah zat warna *thiazine* yang sering digunakan, karena harganya ekonomis dan mudah diperoleh. Zat warna *Methylene blue* merupakan zat warna dasar yang penting dalam pewarnaan kulit, kain moori, kain katun, dan lain sebagainya (Ayu, dkk., 2011). Dalam pewarnaan, senyawa *Methylene blue* hanya digunakan sekitar 5 % sedangkan sisanya yaitu 95 % akan dibuang sebagai limbah (Riyanto dan Julianto, 2009). Senyawa ini bersifat toksik, menyebabkan mutasi genetik dan berpengaruh pada reproduksi. Zat warna *Methylene blue* dapat memberikan efek iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup dan iritasi kulit jika tersentuh (Hamdaoui dan chiha, 2006). *Methylene blue* merupakan senyawa yang tersusun dari senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus benzen yang sangat sulit didegradasi, jika fotodegradasi dimungkinkan dibutuhkan waktu yang lama. Senyawa azo bila terlalu lama berada di lingkungan, akan menjadi sumber penyakit karena sifatnya karsinogen dan mutagenik (Christina, dkk., 2007). Sehingga, dibutuhkan pengolahan limbah lain untuk menghindari penumpukan *secondary pollution/waste* tersebut (Stylidi, dkk., 2003; Chen dan Ray., 1999).

Beberapa cara pengolahan limbah konvensional telah banyak dilakukan, dalam mendegradasi zat pewarna tekstil, misalnya dengan metode koagulasi-flokulasi dan metode adsorpsi. Hendrasari (2001) telah melakukan proses

koagulasi dan flokulasi untuk menurunkan konsentrasi zat warna pada limbah industri tekstil dengan menggunakan koagulan PAC (polialuminium klorida). Dalam metode ini digunakan banyak bahan kimia sehingga memerlukan biaya yang mahal. Selain itu proses ini akan menghasilkan lumpur (*sludge*) dalam jumlah yang relatif besar. Sehingga lumpur yang dihasilkan pada akhirnya akan menimbulkan masalah baru dan harus dilakukan pengolahan lebih lanjut. Pada metode adsorpsi, metode tersebut relatif sederhana dan efektif namun tidak dapat menghilangkan toksisitas melainkan hanya memindahkan zat warna ke dalam padatan adsorben, apabila adsorben telah jenuh maka akan menjadi limbah padat baru (Slamet, 2008 dalam Alawiyah, 2012).

Salah satu alternatif untuk mengatasi permasalahan tersebut adalah dengan metode fotodegradasi menggunakan semikonduktor berupa titanium dioksida. Metode ini efisien dalam mendegradasi senyawa organik dalam fase cair dan gas untuk menjadi senyawa sederhana, misalkan limbah tekstil yang mengandung karbon, hidrogen, nitrogen, sulfur dan halogen akan terdegradasi menjadi  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , anion  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^-$  dan halida (Hoffman, dkk., 1995). Madhu, dkk., (2007) dalam penelitiannya melaporkan bahwa proses fotodegradasi zat warna akan menghasilkan  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , dan asam-asam mineral. Hal ini disebabkan oleh  $\text{TiO}_2$  merupakan semikonduktor dengan struktur elektronik yang khas yaitu memiliki pita valensi dan pita konduksi yang kosong sehingga ketika dikenai sinar matahari maka akan mengalami eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang menjadikan  $\text{TiO}_2$  sebagai oksidator kuat, sehingga dapat mendegradasi senyawa organik menjadi  $\text{CO}_2$  dan air.

Penelitian Sumerta, dkk., (2002) tentang fotodegradasi *Methylene blue* dengan katalis TiO<sub>2</sub>-montmorilonit menghasilkan persentase degradasi sebesar 94,91 % dengan konstanta laju reaksi sebesar 0,0059 menit<sup>-1</sup>. Sedangkan penelitian Ratih (2009) tentang fotodegradasi *Methylene blue* dengan katalis ZnO dihasilkan persentase degradasi zat warna sebesar 94,67 %.

Fatimah (2006) telah melakukan fotodegradasi senyawa *alizarin S* menggunakan TiO<sub>2</sub>-zeolit, dalam reaksi fotodegradasi tersebut senyawa *alizarin S* teradsorpsi ke permukaan partikel fotokatalis secara simultan dan disertai proses oksidasi fotokatalitik, dimana senyawa *alizarin S* terdegradasi menjadi senyawa sederhana yaitu CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O dan SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>. Pada penelitian tersebut diketahui TiO<sub>2</sub>-zeolit mampu mendegradasi zat warna *alizarin S* sebesar 99 % dalam waktu 60 menit. Sedangkan Houas, dkk., (2001) melaporkan bahwa metode fotodegradasi dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub> mampu mendegradasi senyawa *Methylene blue* pada temperatur kamar yang diketahui hasil akhirnya dengan menggunakan analisis *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS), berupa CO<sub>2</sub>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dan NH<sub>4</sub><sup>+</sup>.

Dalam meningkatkan pengaruh degradasi terhadap proses fotodegradasi, Zhang, dkk., (2005) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa adanya penambahan anion pada proses fotodegradasi dan fotoelektrokatalisis dapat mempengaruhi konstanta laju degradasi. Adanya konsentrasi anion yang berlebih menyebabkan sebagian anion tidak teradsorpsi dan dapat membentuk senyawa radikal yang dapat mempercepat degradasi zat warna. Anion anorganik dapat berupa ion klorida, nitrat, bikarbonat, sulfat, persulfat dan klorat.

Palupi (2006) mendegradasi *Methylene blue* menggunakan metode fotokatalisis dan fotoelektrokatalisis dengan penambahan hidrogen peroksida ( $H_2O_2$ ) secara bervariasi pada kaca konduktif ITO (*Indium Tin Oxide*). Penambahan  $H_2O_2$  mempunyai dua fungsi dalam proses degradasi, yaitu  $H_2O_2$  selain mengikat elektron sehingga terjadi pemisahan muatan juga berfungsi membentuk radikal  $OH\cdot$ . Hasil yang diperoleh persentase degradasi *Methylene blue* sebesar 84,19 % dengan konstanta laju reaksi sebesar  $0,011 \text{ menit}^{-1}$ , tercapai pada pH optimum yaitu pH 11.

Suyata dan Mardiyah (2012) dalam penelitiannya menggunakan metode elektrokolorisasi dengan penambahan hidrogen peroksida secara bervariasi pada  $TiO_2$ -zeolit dalam mendegradasi zat warna *congo red*. Dalam penelitian tersebut melaporkan bahwa persentase dekolorisasi *congo red* sebesar 98,87 % dan konsentrasi  $H_2O_2$  500 mg/L tercapai pada kondisi optimum pH 4.

Wardhani (2013) juga menggunakan penambahan anion berupa ion persulfat pada  $TiO_2$ -zeolit dalam mendegradasi zat warna *methyl orange*. Pada penelitian tersebut dilakukan penambahan ion persulfat secara bervariasi, dan diperoleh hasil bahwa laju foto degradasi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi ion persulfat. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya penambahan ion persulfat ini mampu menangkap eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi ( $e_{cb}^-$ ) sehingga terbentuk radikal pengoksidasi berupa  $SO_4^{\bullet-}$  yang bereaksi dengan  $H_2O$  dan menjadi radikal pengoksida berupa  $\bullet OH$  yang akan mendegradasi senyawa *methyl orange*.

Dalam penelitian ini akan dilakukan aktivasi, modifikasi dengan metode impregnasi  $\text{TiO}_2$  pada zeolit alam pada konsentrasi  $\text{TiO}_2$  0,2 M (Rianto, 2012), kemudian dilakukan karakterisasi zeolit alam teraktivasi dan termodifikasi  $\text{TiO}_2$ , XRD (X-Ray Diffraction). Setelah itu dilakukan uji degradasi dengan penambahan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), dengan harapan dapat meningkatkan proses fotodegradasi terhadap laju degradasi zat pewarna *Methylene blue*.

## **1.2 Rumusan Masalah**

1. Bagaimana karakterisasi zeolit alam Malang setelah dilakukan modifikasi dengan penambahan logam  $\text{TiO}_2$ ?
2. Berapakah jumlah penambahan  $\text{TiO}_2$ -zeolit efektif terhadap fotodegradasi *Methylene blue*?
3. Berapakah konsentrasi penambahan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dan lama penyinaran UV efektif terhadap fotodegradasi *Methylene blue*?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

1. Mengetahui karakterisasi zeolit alam Malang setelah dilakukan modifikasi dengan penambahan logam  $\text{TiO}_2$ .
2. Mengetahui jumlah penambahan  $\text{TiO}_2$ -zeolit terbaik terhadap fotodegradasi *Methylene blue*.
3. Mengetahui konsentrasi penambahan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dan lama penyinaran UV terbaik terhadap fotodegradasi *Methylene blue*.

## **1.4 Batasan Masalah**

1. Zeolit alam yang digunakan berasal dari daerah Sumbermanjing Wetan Kabupaten Malang.
2. Logam  $\text{TiO}_2$  yang dilakukan untuk memodifikasi zeolit alam menggunakan variasi konsentrasi 0,2 M.
3. Karakterisasi yang dilakukan dengan menggunakan XRD (X-Ray Diffraction).
4. Jumlah penambahan  $\text{TiO}_2$ -zeolit pada proses fotodegradasi *Methylene blue* menggunakan variasi 12,5; 25; 50 dan 75 mg.
5. Konsentrasi penambahan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) pada proses fotodegradasi *Methylene blue* menggunakan variasi 0,5; 1; 1,5 dan 2 M dan variasi lama penyinarannya adalah 20; 40; 60; 80 dan 100 menit.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

1. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh penambahan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) terhadap peningkatan keaktifan zeolit alam yang sudah termodifikasi. Jika penambahan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) pada modifikasi zeolit alam Malang dapat meningkatkan keaktifan dalam proses katalitik, maka dapat dimanfaatkan dalam proses degradasi zat pewarna *Methylene blue*.
2. Dapat berpartisipasi dalam memberikan kontribusi terhadap pengembangan keilmuan sains dan agama, khususnya dalam bidang ilmu Kimia.
3. Sebagai bentuk aplikasi ilmu yang telah penulis dapatkan selama belajar di bangku kuliah untuk mengkaitkan ilmu kimia dengan kehidupan nyata yang merupakan kebutuhan manusia.

4. Memberikan informasi kepada masyarakat agar lebih memanfaatkan zeolit alam Malang yang merupakan salah satu sumber kekayaan alam khususnya daerah Malang sebagai material yang memiliki kemanfaatan tinggi.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

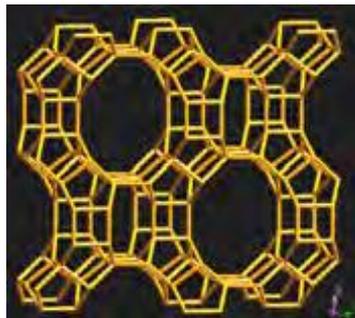
#### **2.1 Zeolit Alam**

Zeolit merupakan senyawa alam yang banyak terdapat di wilayah Indonesia. Berdasarkan proses pembentuknya, zeolit dapat dikelompokkan menjadi dua kelompok besar yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis (Mortimer dan Taylor, 2002). Zeolit alam adalah zeolit yang diperoleh dari endapan di alam, sedangkan zeolit sintetis adalah zeolit yang direkayasa dari bahan berkemurnian tinggi, mempunyai jenis kation tunggal, mempunyai ukuran pori, saluran dan rongga tertentu (Mortimer dan Taylor, 2002).

Zeolit mempunyai sejumlah sifat kimia maupun fisika menarik, diantaranya memiliki sifat inert, stabilitas termal tinggi, memiliki rongga yang memungkinkan terjadinya adsorpsi, mempunyai kemampuan untuk mengikat logam sebagai katalis dan memiliki luas permukaan yang besar yang memungkinkan terjadinya proses katalitik (Augustine, 1996).

Zeolit mempunyai struktur tiga dimensi unik yang berperan penting terhadap penyaringan molekul. Zeolit yang diperoleh dari alam umumnya mempunyai ukuran pori sebesar 20 Å, sehingga kemampuan adsorpsinya rendah terhadap molekul yang berukuran besar. Mengingat pentingnya peranan zeolit dalam kehidupan, maka perlu dilakukan usaha untuk mendapatkan zeolit dengan daya guna yang lebih dibanding zeolit alam (Sutarti dan Rachmawati, 1994). Zeolit alam mempunyai beberapa sifat di antaranya dehidrasi, adsorpsi, penukar ion, katalisator dan separator (Amelia, 2003). Zeolit alam banyak dimanfaatkan

sebagai agen pendehidrasi, penukar ion, penyerap bau, penyerap molekul polutan, pengatur sistem pemupukan tanaman, dan katalis (Trisunaryanti, 2009). Selain itu zeolit alam juga dapat berperan sebagai material pengemban atau *support* dari material aktif / katalis lain. Hal ini disebabkan potensi dari zeolit alam yang melimpah di Indonesia serta memiliki stabilitas yang tinggi. Sebagai material pengemban, zeolit cukup dominan peranannya terhadap luas permukaan spesifik sehingga dapat meningkatkan aktifitas katalisis dari material aktif yang diembankan (Rodiansono, dkk., 2009).



**Gambar 2.1** Contoh struktur 3 dimensi zeolit alam (Utubira, dkk., 2006)

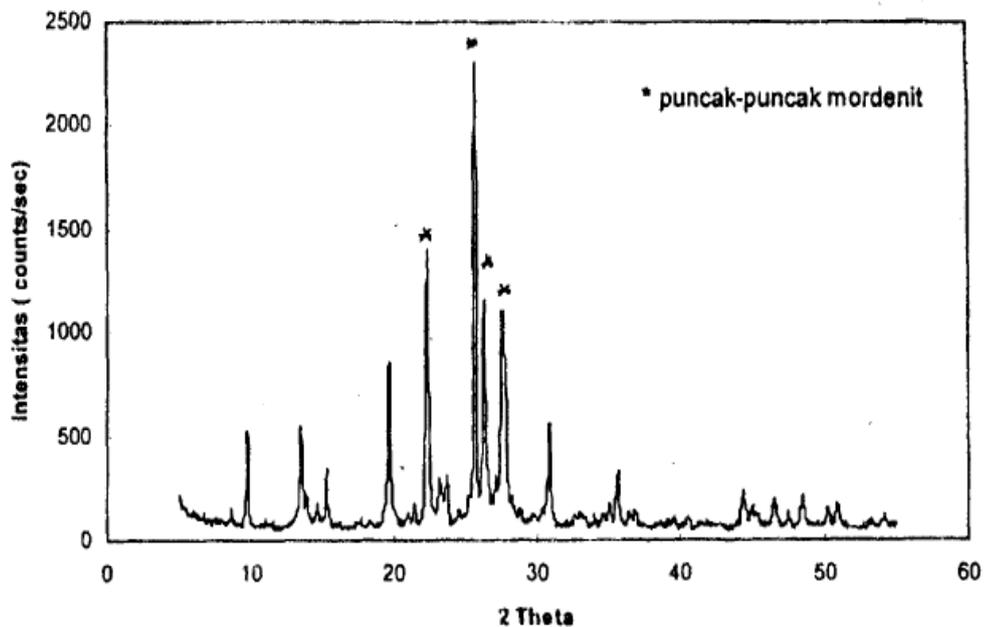
Zeolit alam mempunyai struktur rangka, mengandung ruang kosong yang ditempati oleh kation dan molekul air yang bebas sehingga memungkinkan pertukaran ion atau *chemisorptions* (Adamson, 1990). Dengan adanya rongga intra kristalin, zeolit dapat digunakan sebagai katalis. Reaksi katalitik dipengaruhi oleh ukuran mulut rongga dan sistem alur, karena reaksi ini tergantung pada difusi pereaksi dan hasil reaksi. Adapun komposisi zeolit alam disajikan pada table 2.1 berikut:

**Tabel 2.1** Komposisi zeolit alam

Komposisi	% Berat
SiO <sub>2</sub>	78,83
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,50
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,50
K <sub>2</sub> O	2,27
Na <sub>2</sub> O	1,07
MgO	1,95
CuO	2,14

Sumber: Sutarti dan Rachmawati, 1994

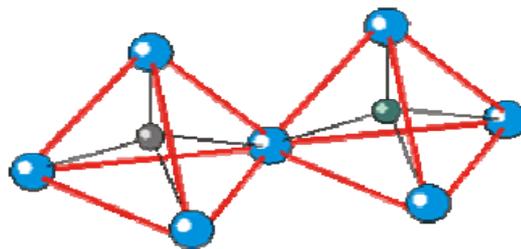
Laniwati (1999) telah melakukan penelitian menggunakan zeolit alam asal Malang menghasilkan pola difraktogram sinar-X seperti Gambar 2.2 dan dapat disimpulkan bahwa komponen utama zeolit alam Malang adalah mordenit dengan kandungan mineral mordenit 55-85 %. Puncak mordenit pada difraktogram Gambar 2.2 ditandai dengan puncak tajam pada daerah  $2\theta = 20 - 30^\circ$ .



**Gambar 2.2** Difraktogram XRD zeolit alam Malang, Jawa Timur (Laniwati, 1999)

## 2.2 Struktur Zeolit

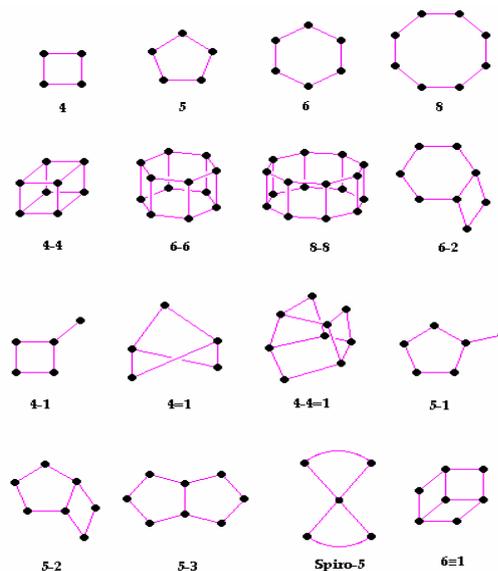
Zeolit merupakan mineral alami aluminosilikat yang terhidrasi. Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  dan  $(\text{SiO}_4)^{4-}$  yang saling berhubungan melalui atom oksigen. Rumus umum yang didefinisikan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) untuk zeolit adalah:  $M_{x/m} [(\text{AlO}_2)_x (\text{SiO}_2)_y] \cdot w \text{H}_2\text{O}$ . Kation M dengan valensi m menetralkan muatan negatif pada kerangka aluminosilikat, dimana x dan y adalah bilangan tetrahedral  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  dan  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan w adalah bilangan mol dari molekul air yang dapat dihilangkan dengan pemanasan tanpa mengakibatkan perubahan dalam struktur kerangka. Biasanya perbandingan y/x antara 1 sampai 5, tetapi bisa mencapai 10 sampai 100 untuk zeolit dengan kandungan silika yang tinggi (Breck, 1974). Perbandingan Al:Si akan menentukan kerapatan muatan di dalam kristal. Jika perbandingan besar maka dalam struktur kerapatan muatan akan tinggi, molekulnya polar dan kemampuan untuk mengikat molekul besar akan bertambah, dengan kata lain kapasitas tukarnya tinggi (Komar, 1985).



**Gambar 2.3** Tetrahedral alumina dan silika ( $\text{TO}_4$ ) pada struktur zeolit (Rakhmatullah, dkk., 2007)

Tetrahedron  $TO_4$  ( $T = Si$  atau  $Al$ ) merupakan unit pembangun primer (Primary Building Units, PBU) yang dapat digabungkan dengan berbagai cara untuk membentuk unit pembangun sekunder (Secondary Building Units, SBU). Contohnya struktur cincin-4 (dibangun oleh 4 unit  $TO_4$ ), ganda cincin-4 (dibangun oleh dua cincin-4) dan sebagainya. Penomoran SBU dihubungkan dengan jumlah ikatan tetrahedron  $TO_4$ . Beberapa unit pembangun sekunder (SBU) ditunjukkan dalam Gambar 2.5 (Baerlocher, 2001).

Di dalam setiap jenis SBU, atom T ditunjukkan sebagai titik dan berada diakhir garis atau berada di penjuru tetrahedron, sedangkan atom O ditunjukkan sebagai garis dan berada di tengah-tengah garis diantara dua titik T. Unit pembangun sekunder ini boleh berikatan dengan beberapa cara untuk membangun struktur baru yang akan menghasilkan berbagai kerangka zeolit. Setiap bangunan baru mempunyai ukuran pori yang berbeda, tergantung dari SBU yang bergabung. Penggabungan 24 tetrahedron silika dan alumina akan membentuk sangkar sodalit, yang mempunyai dua bentuk muka yaitu tetragon dan heksagon.

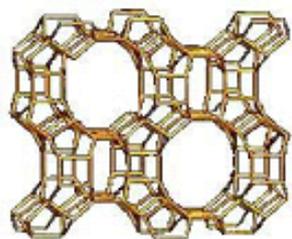


**Gambar 2.4** Satuan pembangun sekunder dalam zeolit (Baerlocher, 2001)

Terdapat dua macam bentuk keasaman yaitu keasaman Brønsted dan Lewis. Keasaman Brønsted merupakan ion hidrogen yang menyeimbangkan muatan negatif dalam kerangka zeolit akibat kehadiran  $[AlO_4]^{5-}$ . Keasaman Lewis akan terbentuk apabila hasil pembentukan dari asam Brønsted dipanaskan pada suhu tinggi (500 °C), penambahan air pada kristal zeolit bila bereaksi dengan kation  $Al^{3+}$  akan membentuk gugus asam Al-OH sehingga air akan keluar dan terbentuk ion Al terkoordinasi, dan menghasilkan asam Lewis yang kuat (Smart dan Moore, 1993).

### 2.3 Zeolit Mordenit

Mordenit merupakan mineral zeolit yang langka, dengan rumus empiris  $(Ca,Na_2,K_2)Al_2Si_{10}O_{24} \cdot 7H_2O$  dan sistem kristalnya ortorombik. Mordenit adalah jenis zeolit alam dengan rasio Si/Al yang tinggi sehingga mordenit memiliki stabilitas termal yang tinggi untuk dehidrasi terjadi pada range 80-4000 °C (Rahmawati, 2008). Zeolit alam jenis mordenit merupakan jenis zeolit yang memiliki kandungan Si sedang dengan perbandingan Si/Al = 5 yang termasuk sangat stabil (Hapsari, 2006).



**Gambar 2.5** Struktur Mordenit (Utubira, dkk., 2006)

Dilihat dari strukturnya, setiap kerangka atom berada di sebelah rongga cincin 12 atau 8. Struktur menyebabkan semua atom aluminium dan anion atau situs asam yang bergabung dengannya berada pada dinding rongga dan dapat dicapai oleh spesies reaktan yang melaluinya (Augustine, 1996). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator (Dyer, 1988).

#### **2.4 Aktivasi Zeolit**

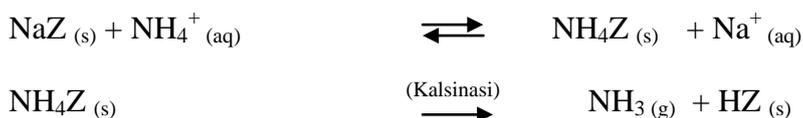
Aktivasi merupakan proses peningkatan mutu zeolit alam dengan cara mengurai pengotor-pengotor yang menutupi permukaan eksternal dan pori-pori zeolit yang dimaksudkan untuk memperbesar kemampuan zeolit baik dari segi daya katalisis, adsorben maupun pertukaran ion (Fatimah, 2000). Adapun proses aktivasi zeolit alam dapat menggunakan dua cara, yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia.

Aktivasi fisika merupakan proses pemanasan zeolit yang dilakukan pada suhu sekitar 300-400°C, baik secara kontak langsung (dengan udara panas) maupun secara kontak tidak langsung (sistem vakum) (Sugiarti dan Amiruddin, 2008). Perlakuan tersebut bertujuan untuk menguapkan air kristal yang terperangkap di dalam pori-pori zeolit, sehingga luas permukaan internal pori akan meningkat. Sedangkan aktivasi kimia merupakan pereaksi kimia yang dapat dipergunakan untuk proses aktivasi zeolit antara lain:  $H_2SO_4$ , HCl, NaOH,  $HNO_3$  (Sugiarti dan Amiruddin, 2008). Prinsip dari aktivasi kimia adalah penambahan pereaksi tertentu sehingga didapatkan pori-pori zeolit yang aktif (Fatimah, 2000). Tujuan aktivasi kimia adalah membersihkan dan memperluas permukaan pori, membuang

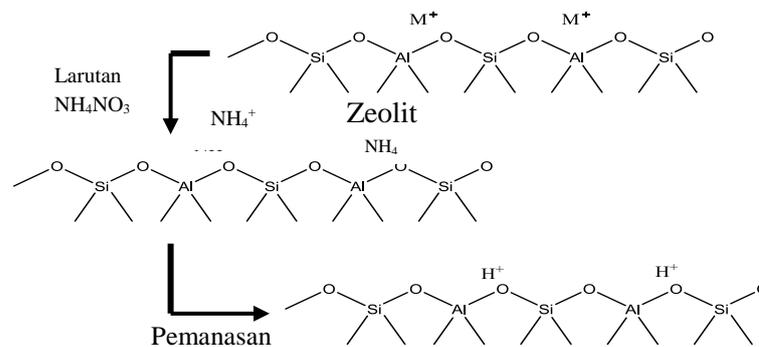
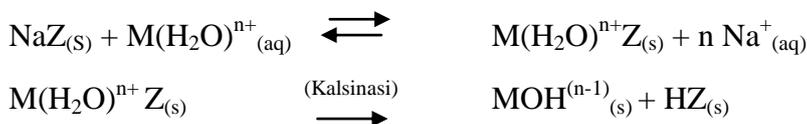
senyawa pengotor, mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan (Sugiarti dan Amiruddin, 2008).

Aktivitas zeolit sebagai katalis ditentukan oleh situs asam bronsted yang berasal dari gugus hidroksil dalam struktur pori zeolit. Gugus hidroksil ini biasanya dibentuk dengan pertukaran amonium atau kation polivalen diikuti dengan kalsinasi (Dyer, 1988). Mekanisme pembentukan asam Brønsted melalui pertukaran dengan amonium atau ion polivalen adalah sebagai berikut:

➤ Pertukaran dengan ion amonium:



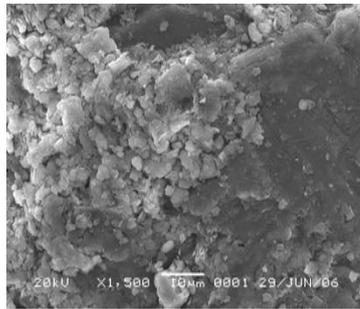
➤ Pertukaran dengan ion polivalen:



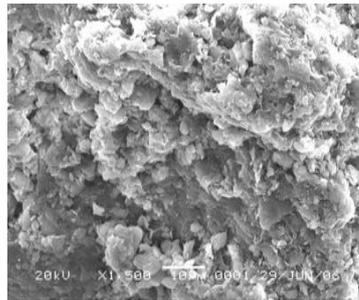
**Gambar 2.6** Proses pertukaran amonium dengan kation yang ada pada zeolit (Banan dan Suharto, 2008)

Suharto, dkk., (2007) telah melakukan pembuatan dan karakterisasi katalis bifungsional dari zeolit alam dengan menggunakan logam Cr, Ni, dan Ti. Katalis zeolit bifungsional ini telah berhasil dibuat dengan cara aktivasi zeolit alam

menggunakan larutan amonium nitrat dan larutan asam klorida. Hasil karakterisasi SEM dari zeolit setelah dilakukan aktivasi memiliki perbedaan morfologi permukaan. Zeolit alam yang belum diaktivasi menunjukkan morfologi permukaan dengan karakter rapuh dan amorf. Sedangkan zeolit alam yang telah diaktivasi dengan amonium nitrat maupun asam klorida memiliki lamelar-lamelar yang berlapis, dan disela-sela lamelar tersebut terdapat banyak rongga pori dengan ukuran yang berbeda-beda. Morfologi permukaan zeolit alam maupun yang sudah diaktivasi dapat dilihat pada Gambar 2.7 dan 2.8.



**Gambar 2.7** Analisis SEM zeolit alam



**Gambar 2.8** Analisis SEM zeolit alam teraktivasi menggunakan larutan amonium nitrat

Suharto (2007) telah melakukan aktivasi zeolit alam menggunakan larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  dan HCl 2 M dan dilakukan pengadukan 4 jam tanpa pemanasan sehingga dihasilkan H-zeolit alam. Laniwati (1999) juga telah melakukan aktivasi terhadap zeolit alam dengan menggunakan larutan HCl 2 N. Rodiansono, dkk.,

(2007) juga telah melakukan aktivasi zeolit alam menggunakan larutan amonium klorida 10 % dan dilakukan pemanasan pada suhu 90 °C selama 12 jam. Hasil penelitian menunjukkan keasaman zeolit yang telah diaktivasi yaitu 2,55 mmol/g dan luas permukaan spesifik 26,96 m<sup>2</sup>/g.

## **2.5 Pengembanan Logam dengan Metode *Impregnasi***

Pengembanan logam merupakan salah satu usaha yang dilakukan pada zeolit untuk meningkatkan keaktifan dari zeolit. Pengembanan logam-logam tersebut pada zeolit akan mendistribusikannya secara merata pada permukaan pengemban, sehingga menambah luas permukaan spesifik sistem katalis secara keseluruhan (Trisunaryanti, dkk., 2005). Pengembanan logam pada zeolit juga dapat meningkatkan selektivitas katalis (Satterfield, 1980). Trisunaryanti (1991), Suharto (2007) dan Kalangit (1995) melaporkan bahwa logam-logam transisi seperti logam Cr, Pt, Ni, Pd, Ti dan Mo baik untuk diemban pada zeolit alam. Menurut Hegedus (1987) logam-logam yang diemban ke dalam zeolite akan menyebabkan luas permukaan relatif besar, yang pada akhirnya akan memperbesar luas kontak antara katalis dengan reaktan, sehingga reaksi berjalan cepat.

## **2.6 Karakterisasi**

### **2.6.1 *X-ray Diffraction (XRD)***

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, 2004).

Difraksi sinar-X merupakan bentuk metode menggunakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang pendek yang sesuai dengan jarak antar atom atau bidang kristal. Prinsip kerja difraksi sinar-X adalah sinar-X dihasilkan dari tabung sinar-X yang terjadi akibat adanya tumbukan elektron-elektron yang bergerak sangat cepat dan mengenai logam sasaran, elektron ini membawa energi foton yang cukup untuk mengionisasi sebagian elektron di kulit K (1s), sehingga elektron yang berada pada orbital kulit luar akan berpindah dan mengisi orbital 1s dengan memancarkan sejumlah energi berupa sinar-X. Radiasi yang dihasilkan orbital K ke orbital lain disebut sinar-X deret K, dimana K1 adalah eksitasi elektron ke kulit L. K2 adalah eksitasi elektron ke kulit M. Demikian juga untuk K3 dan seterusnya (Ewing, 1985).

Spektroskopi XRD selain digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta dapat digunakan untuk mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi Kristal adalah persamaan Bragg (Aji dan Anjar, 2009):

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \dots \dots \dots \text{Pers.1}$$

Keterangan:

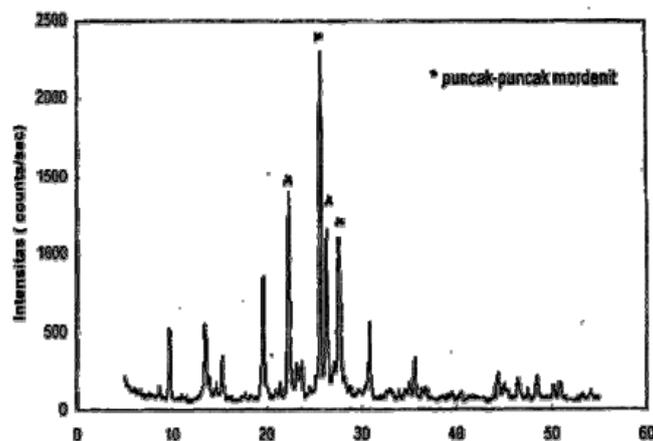
$\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,

$d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,

$\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan

$n$  adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

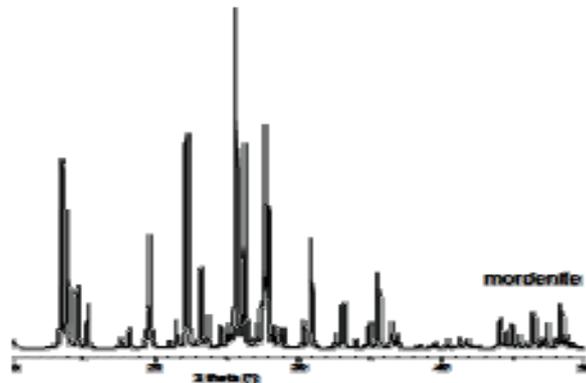
Identifikasi spesies dari pola difraksi didasarkan pada posisi garis (dalam  $\theta$  dan  $2\theta$ ) dan intensitas relatifnya. Harga  $2\theta$  ditentukan oleh harga  $d$ . Dengan bantuan persamaan Bragg, maka harga  $d$  dapat dihitung dari panjang gelombang yang diketahui dan sudut terukur. Intensitas garis tergantung pada jumlah dan jenis pusat atom pemantul yang ada pada setiap lapisan. Identifikasi kristal dilakukan secara empiris dimana diperlukan data standar mengenai harga  $d$  dan garis intensitas dari senyawa murni. Dengan mengukur intensitas dari garis difraksi dan membandingkannya dengan standar maka analisis kuantitatif dari campuran kristal dapat dilakukan (Skoog dan West, 1980).



**Gambar 2.9** Spektrum XRD zeolit alam asal Malang, Jawa Timur (Laniwati, 1999)

Zeolit alam Malang terdiri atas berbagai jenis senyawa zeolit. Berdasarkan pola difraktogram sinar X gambar 2.9 seperti yang diambil dari bank data JCPDS-ICDD NO.22-1340 untuk mordenit sintesis, menunjukkan bahwa komponen utama zeolit alam Malang adalah mordenit (Laniwati, 1999). Hal ini diperkuat dengan difraktogram hasil penelitian dari savitri dan veronica (2005). Secara jelas

dapat diketahui berbagai posisi puncak-puncak khas berada pada rentang sudut difraksi ( $2\theta$ ) antara  $20-45^\circ$  yang ditunjukkan dari difraktogram Gambar 2.10.



**Gambar 2.10** Difraktogram X-Ray Diffraction (XRD) mordenit (Savitri dan Veronica, 2005)

Penjumlahan *peak intensity* (counts) untuk kedua spektrum tersebut dengan posisi puncak yang simetrik sama. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa % kristalinitas Mordenit zeolit alam Malang sebesar 44,1 % yang berarti kandungan MOR dalam zeolit alam Malang relatif tinggi (Setiadi dan Pertiwi, 2007).

### **2.6.2 Luas Permukaan Menggunakan Metode Adsorpsi *Methylene blue***

Zeolit merupakan katalis yang sangat berguna yang menunjukkan beberapa sifat penting yang tidak ditemukan pada katalis amorf tradisional. Katalis amorf hampir selalu dibuat dalam bentuk serbuk untuk memberikan luas permukaan yang besar sehingga jumlah sisi katalitik semakin besar. Keberadaan rongga pada zeolit memberikan luas permukaan internal yang sangat luas sehingga dapat menampung 100 kali molekul lebih banyak daripada katalis amorf

dengan jumlah yang sama. Peranan sifat fisikokimiawi material katalis yang mendukung mekanisme katalisis heterogen seperti luas permukaan spesifik ditunjukkan dengan konversi total dan aktivitas katalitik yang lebih besar pada penggunaan SiO<sub>2</sub>-zeolit dibandingkan dengan penggunaan zeolit alam (Fatimah, 2006). Zeolit memiliki bentuk kristal yang teratur dengan rongga yang saling berhubungan ke segala arah yang menyebabkan luas permukaan zeolit sangat besar sehingga sangat baik digunakan sebagai penambah sisi aktif zeolit (Sutarti dan Rachmawati, 1994).

Menurut Hegedus (1987) logam-logam yang diimbangkan ke dalam zeolit akan menyebabkan luas permukaan relatif besar, yang pada akhirnya akan memperbesar luas kontak antara katalis dengan reaktan, sehingga reaksi berjalan cepat. Menurut Trisunaryanti (1991) dan Kalangit (1995) logam-logam transisi seperti logam Cr, Pt, Ni, Pd, Mo dan transisi telah diteliti sebagai logam yang diimbangkan pada zeolit alam dengan hasil yang baik. Setyawan (2002) menambahkan, dalam penelitian sebelumnya telah diketahui luas permukaan spesifik untuk zeolit Malang adalah 183,78 m<sup>2</sup>/g. Sehingga jika dilakukan modifikasi diharapkan akan didapatkan luas permukaan yang lebih baik dan meningkatkan guna dari zeolit alam.

Penentuan luas permukaan menggunakan metode *Methylene blue* terdapat tiga tahapan yaitu, tahap penentuan panjang gelombang maksimum dari *Methylene blue*, tahap pembuatan kurva kalibrasi dan tahap penentuan konsentrasi *Methylene blue* yang terserap. Banyaknya molekul *Methylene blue* yang dapat diadsorpsi sebanding dengan luas permukaan biosorben (Riesthandie, 2010).

Pengukuran absorbansi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, hal ini dikarenakan metilen biru adalah senyawa berwarna. Menurut Yudi (2011), warna dari *Methylene blue* disebabkan oleh perpanjangan sistem konjugasi, dimana hal ini dapat terjadi karena sistem konjugasi akan mengecilkan jarak antara tingkat energi dasar ke tingkat energi tereksitasi. Jarak yang kecil ini menyebabkan energi yang diperlukan untuk melakukan eksitasi elektron dari keadaan dasar ke keadaan yang lebih tinggi (keadaan eksitasi) akan berkurang, sehingga akan menyebabkan panjang gelombang sinar Uv-Vis yang diperlukan dalam terjadinya serapan akan meningkat (Underwood, 2002). Pengukuran serapan dari suatu zat dalam analisis kuantitatif secara spektrofotometer dilakukan pada panjang gelombang maksimum. Data yang diperoleh dari pengukuran panjang gelombang maksimum metilen biru diperlukan untuk pengukuran konsentrasi *Methylene blue* dalam proses model adsorpsi oleh zeolit.

Rianto (2012) telah melakukan pengukuran luas permukaan Ti-zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi TiO<sub>2</sub> 0,1 M; 0,2 M; dan 0,3 M. Adapun hasil luas permukaan spesifik zeolit modifikasi yang terbaik dalam setiap konsentrasi dapat dilihat dalam Tabel 2.2.

Table 2.2 Luas permukaan karakterisasi adsorpsi *Methylene blue*

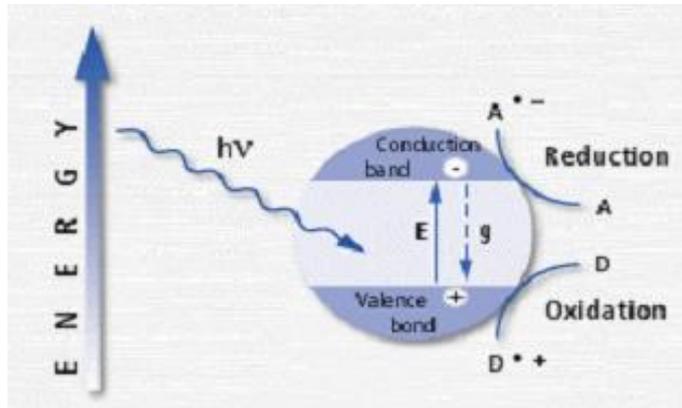
Konsentrasi Ti dalam zeolit alam Malang (M)	Luas Permukaan (m/gram)
0,1	23,159
0,2	23,365
0,3	21,530

Sumber: Rianto (2012)

## 2.7 Semikonduktor TiO<sub>2</sub> Sebagai Material Fotokatalis

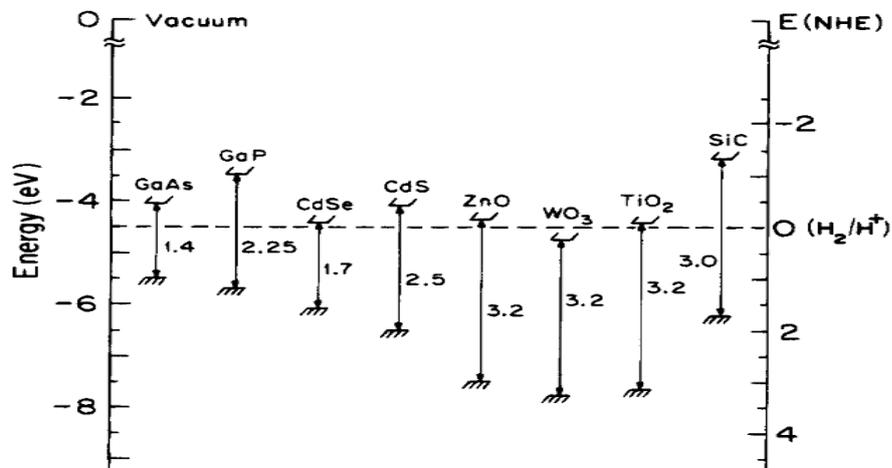
Fotokatalitik adalah suatu proses transformasi kimia yang melibatkan katalis dan unsur cahaya secara bersama dalam melangsungkan dan mempercepat proses transformasi yang terjadi (Afrozi, 2010). Reaksi fotokatalitik dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Namun yang membedakan dalam reaksi fotokatalitik ialah aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, sedangkan reaksi katalitik jenis konvensional ialah aktivasi katalis dilakukan secara termal (Afrozi, 2010).

Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang (*band gap energy*). Berdasarkan pengertian tersebut, semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki *band gap* yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi. Proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat dipahami seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.11. Jika suatu semikonduktor tipe-n dikenai cahaya ( $h\nu$ ) dengan energi yang sesuai atau yang lebih besar, maka elektron ( $e^-$ ) pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*, disingkat sebagai  $h^+$ ) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan  $e^-$  dan  $h^+$  ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan atau di dalam partikel *bulk*. Sementara itu sebagian pasangan  $e^-$  dan  $h^+$  yang lain dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor. Dimana  $h^+$  dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan  $e^-$  akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor (Gunlazuardi, 2001).



**Gambar 2.11** Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor  
(Licciulli, 2002)

Semikonduktor yang berbeda memiliki level pita energi yang berbeda. Secara termodinamika, level energi pita konduksi ( $E_{CB}$ ) didefinisikan sebagai ukuran kekuatan reduksi elektron pada semikonduktor, sedangkan level energi pita valensi ( $E_{VB}$ ) didefinisikan sebagai ukuran kekuatan oksidasi *hole*. Semakin tinggi potensial pita valensi semikonduktor maka semakin tinggi kekuatan oksidasi *hole*. Semikonduktor yang memiliki level potensial yang tinggi akan mampu mendegradasi senyawa-senyawa organik yang berbeda-beda. Semikonduktor yang memiliki band gap kecil memiliki spektrum absorpsi yang cocok dengan spektrum emisi sinar matahari. Namun, semikonduktor yang memiliki band gap kecil, umumnya tidak memiliki potensial valensi yang tinggi (Palupi, 2006).

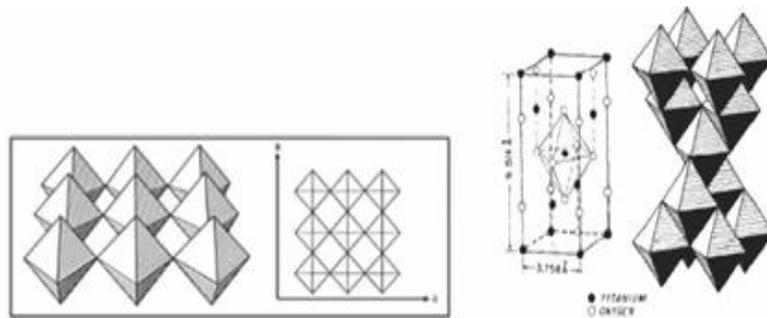


**Gambar 2.12** Energi Band Gap dari beberapa semikonduktor didalam larutan elektrolit pH = 1 (Linsebliger dkk, 1995).

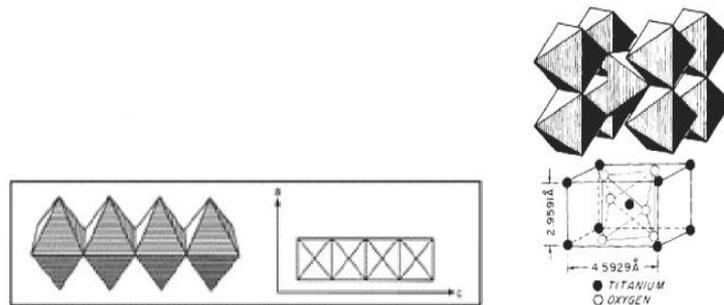
Salah satu fotokatalis yang sering digunakan adalah TiO<sub>2</sub>, karena memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis lain seperti ZnO, CdS, WO<sub>3</sub> dan SnO<sub>2</sub> dan memiliki kestabilan kimia yang besar, toksisitas rendah serta relatif murah (Rahman, 2008). Berikut ini adalah kelebihan TiO<sub>2</sub> dibandingkan bahan semikonduktor yang lainnya (Othmmer dan Kirk, 1995):

1. Secara umum memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dari pada fotokatalis lain seperti ZnO, CdS, WNO<sub>3</sub> dan SnO<sub>2</sub>.
2. Bersifat inert dalam reaksi.
3. Mempunyai sifat stabil dalam cahaya (fotostabil).
4. Mampu menyerap cahaya ultraviolet dengan baik.
5. Memiliki kemampuan oksida yang tinggi, termasuk zat organik yang sulit terurai sekalipun seperti haloaromatik, polimer, herbisida dan pestisida.
6. Relatif murah jika digunakan dalam jumlah besar.

Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yakni bentuk kristalnya (Gunlazuardi, 2001). Katalis  $\text{TiO}_2$  memiliki 3 macam bentuk kristal yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite*. Akan tetapi hanya anatase dan rutil saja yang keberadaannya di alam cukup stabil.



**Gambar 2.13** Struktur Kristal *anatase*  $\text{TiO}_2$  (Licciulli, 2002).



**Gambar 2.14** Struktur Kristal *rutile*  $\text{TiO}_2$  (Licciulli, 2002).

Dimana dilaporkan aktivitas fotokatalis terbaik adalah anatase. Bentuk kristal anatase, memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta ukuran partikel lebih kecil dibandingkan bentuk kristal rutil. Serta energi band gap anatase lebih besar dibandingkan rutil sehingga memiliki aktivitas fotokatalik yang lebih tinggi (Licciulli, 2002). Perbedaan struktur kristal  $\text{TiO}_2$  anatase dan rutil dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Perbandingan Sifat dari Struktur Kristal TiO<sub>2</sub> anatase dan TiO<sub>2</sub> rutil

<b>Faktor Perbedaan</b>	<b>Anatas</b>	<b>Rutil</b>
<i>Band gap energy</i> (E <sub>g</sub> ), Ev	3,2	3,1
Massa jenis ( $\rho$ ), g/cm <sup>3</sup>	3,830	4,240
Jarak Ti-Ti, Å	3,97 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O, Å	1,934 dan 1,980	1,949 dan 1,980
Parameter kisi	a = 3,784	a = 4,593
	c = 9,515	c = 2,959

Sumber: Palupi. (2006)

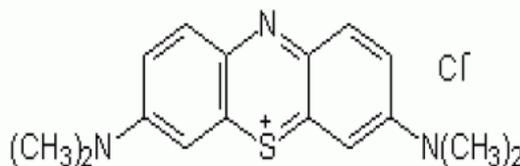
Kemampuan fotoaktivitas semikonduktor TiO<sub>2</sub> juga dipengaruhi oleh morfologi, luas permukaan, kristanilitas dan ukuran partikel. Kristalinitas material yang tinggi akan memberikan fotoaktif lebih tinggi. Kristanilitas yang tinggi juga memberikan harga E<sub>g</sub> (*band gap energy*) yang lebih tinggi sehingga akan dihasilkan luas permukaan aktif yang lebih besar yang mengakibatkan fotoaktivitasnya lebih efektif.

Penggunaan fotokatalis TiO<sub>2</sub> tanpa adanya material pengemban dapat menimbulkan permasalahan yakni terjadinya disintering sehingga akan mengganggu proses degradasi, waktu relatif lama dan meningkatnya biaya seiring dengan bertambahnya konsentrasi TiO<sub>2</sub> yang digunakan.

## 2.8 *Methylene blue.*

*Methylene blue* adalah senyawa berwarna hijau kehitaman yang memiliki absorpsi maksimum pada panjang gelombang 667,86093 nm. Nama lain dari *Methylene blue* adalah 3,7-bis (dimetilamino)-phenothiazine klorida (Stecher, dkk., 1986). *Methylene blue* merupakan zat warna kationik yang memiliki rumus

molekul  $C_{16}H_{18}N_3SCl$ , dengan massa molar 319,85 g/mol. Struktur *Methylene blue* dapat dilihat pada Gambar 2.15:



**Gambar 2.15** Struktur *Methylene blue*

Pada temperatur kamar *Methylene blue* berbentuk serbuk padat dan berwarna biru ketika dilarutkan dalam air. Satu gram *Methylene blue* dapat larut dalam 25 mL air, 65 mL alkohol, dan berbentuk padatan dalam klorofom. Penggunaan *Methylene blue* saat ini sudah cukup luas, antara lain pada bidang industri, kimia, biologi, dan kesehatan. Dalam bidang industri *Methylene blue* digunakan secara luas pada industri tekstil, plastik, kertas, dan kosmetik. Hal tersebut dikarenakan *Methylene blue* mudah diperoleh dan harganya yang relatif murah. *Methylene blue* merupakan zat warna dasar yang penting dalam proses pewarnaan seperti pewarnaan kulit, kain mori, kain katun, dan tannin. Dalam bidang kimia *Methylene blue* digunakan sebagai reagen serta indikator redoks. Pada bidang biologi, *Methylene blue* digunakan sebagai pewarna pada penelitian bakterologi, serta pada bidang kesehatan dapat digunakan sebagai antiseptik, agen antihemoglobin dan penangkal racun sianida. Luasnya penggunaan *Methylene blue* dalam bidang industri, kimia, biologi, dan kesehatan, memungkinkan timbulnya masalah pencemaran lingkungan terutama perairan karena *Methylene blue* sangat mudah menjadi polutan (Alawiyah, 2012).

*Methylene blue* memiliki efek berbahaya untuk kesehatan manusia karena jika terkena paparan metilen biru dengan konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan iritasi pada kulit jika tersentuh, detak jantung cepat, muntah, penyakit kuning, sianosis jika terhirup, jaringan nekrosis pada manusia serta bersifat karsinogenik (Hamdaoui dan Chiha, 2006). Berdasarkan bahaya yang ditimbulkan maka *Methylene blue* yang diperbolehkan di lingkungan relatif rendah. Menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup yaitu Kep-51/MENLH/10/1995 tentang baku mutu limbah cair, konsentrasi maksimum *Methylene blue* yang diperbolehkan yaitu 5-10 mg/L. Hal tersebut mendorong dilakukannya pengembangan metode untuk menurunkan konsentrasi zat warna *Methylene blue* sehingga aman untuk dibuang ke perairan.

Berbagai metode untuk penanganan limbah zat warna telah dilakukan, antara lain biodegradasi, koagulasi-flokulasi, adsorpsi, dan fotodegradasi. Proses biodegradasi dilakukan dengan bantuan bakteri. Beberapa jenis bakteri yang telah digunakan untuk merombak zat warna adalah konsorsium bakteri dengan bantuan glukosa sebagai sumber karbon, bakteri fakultatif *Sphingomonas* sp. BN 6 dengan bantuan enzim flavin reduktase, *Bacillus cereus*, *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* (Sastrawidana, dkk., 2008). Hasil penelitian pada umumnya menyatakan bahwa metode biodegradasi memberikan efisiensi penurunan zat warna yang relatif tinggi yaitu mencapai 96,94 %. Manurung, dkk (2004) telah melakukan perombakan zat warna azo reaktif, secara aerob maupun anaerob. Dalam metode tersebut, proses aerob dapat memutuskan ikatan kromofor azo yang ditandai dengan hilangnya zat warna secara visual, untuk konsentrasi

rendah yaitu sekitar 1,1-2,2 mg/L. Pada umumnya proses biodegradasi cukup efektif namun proses ini cukup rumit, membutuhkan jumlah bakteri yang banyak dan hasil peruraiannya kemungkinan masih bersifat toksik sehingga memerlukan pengolahan lebih lanjut. Selain itu beberapa limbah zat warna resisten untuk didegradasi secara biologis (Nandiyanto, 2008). Hendrasari (2001) juga telah melakukan proses koagulasi dan flokulasi untuk menurunkan konsentrasi zat warna pada limbah industri tekstil dengan menggunakan koagulan PAC (polialuminium klorida). Dalam metode ini digunakan banyak bahan kimia sehingga memerlukan biaya yang mahal. Selain itu proses ini akan menghasilkan lumpur (*sludge*) dalam jumlah yang relatif besar. Sehingga lumpur yang dihasilkan pada akhirnya akan menimbulkan masalah baru dan harus dilakukan pengolahan lebih lanjut antara lain penghilangan zat warna *Methylene blue* menggunakan SiO<sub>2</sub>-Montmorillonit (Hanapi, 2006).

Metode adsorpsi merupakan salah satu metode penghilangan limbah secara kimia fisika. Adsorpsi *Methylene blue* tersebut dilaporkan berlangsung efektif dengan persentase penurunan sebesar 99,96 % pada waktu 24 jam. Luhurningtyas (2006) telah melakukan adsorpsi *Methylene blue* dengan menggunakan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>-</sup> montmorillonit. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>-</sup> montmorillonit mempunyai kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan dengan montmorillonit. Metode adsorpsi ini relatif sederhana namun dapat memberikan hasil samping berupa limbah padat dari adsorben yang telah jenuh oleh polutan sehingga harus dilakukan regenerasi.

Salah satu alternatif untuk mengatasi hal tersebut adalah dengan metode fotodegradasi menggunakan semikonduktor berupa titanium dioksida. Metode tersebut efisien dalam mendegradasi senyawa organik dalam fase cair dan gas untuk menjadi senyawa sederhana, misalkan limbah tekstil yang mengandung karbon, hidrogen, nitrogen, sulfur dan halogen akan terdegradasi menjadi CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>-</sup> dan halida.

### 2.8.1 Fotodegradasi

Limbah cair yang berasal dari industri tekstil merupakan salah satu bentuk limbah yang sangat berbahaya karena zat warna tekstil umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus benzena. Diketahui bahwa gugus benzena sangat sulit didegradasi, walaupun dimungkinkan dibutuhkan waktu yang lama. Senyawa azo bila terlalu lama berada di lingkungan, akan menjadi sumber penyakit karena sifatnya karsinogen dan mutagenik (Christina, 2007). Menjadi perhatian bersama bagi kita untuk kembali mengingat firman Allah SWT. Surat Ar-Ruum ayat 41:

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

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Ayat di atas mengingatkan kepada seluruh umat manusia, bahwa segala bentuk kerusakan yang ada di bumi ini merupakan akibat kesalahan manusia itu sendiri, dan diharapkan dengan adanya kerusakan atau musibah, manusia bisa

sadar akan perbuatan yang mereka lakukan sehingga mereka bisa kembali kepada tuntunan agama.

Hikmah yang terkandung dalam ayat di atas menganjurkan kita untuk terus mencari bentuk penanggulangan atas kerusakan-kerusakan, yang dalam hal ini ialah pencemaran limbah tekstil berupa zat pewarna. Kita ketahui bahwa banyak sekali metode konvensional dalam menangani limbah tersebut, mulai dari metode koagulasi-flokulasi dan metode adsorpsi. Hendrasari (2001) telah melakukan proses koagulasi dan flokulasi untuk menurunkan konsentrasi zat warna pada limbah industri tekstil dengan menggunakan koagulan PAC (Polyaluminium klorida). Dalam metode ini digunakan banyak bahan kimia sehingga memerlukan biaya yang mahal. Selain itu proses ini akan menghasilkan lumpur (sludge) dalam jumlah yang relatif besar. Sehingga lumpur yang dihasilkan pada akhirnya akan menimbulkan masalah baru dan harus dilakukan pengolahan lebih lanjut. Pada metode adsorpsi, metode tersebut relatif sederhana dan efektif namun tidak dapat menghilangkan toksisitas melainkan hanya memindahkan zat warna ke dalam padatan adsorben, apabila adsorben telah jenuh maka akan menjadi limbah padat baru (Slamet, 2008).

Menurut Gunlazuardi (2001) mengatakan bahwa fotodegradasi adalah suatu proses kombinasi reaksi fotokimia yang memerlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat terjadinya transformasi kimia, dengan pencahayaan sinar UV ( $\lambda < 405$  nm). Transformasi tersebut terjadi pada permukaan katalis yang katalisnya disebut sebagai fotodegradasi. 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 ( $\bullet$ HO) yang merupakan oksidator kuat. Elektron pada pita konduksi akan bereaksi dengan oksigen di lingkungan menghasilkan radikal superoksida ( $\bullet$ O<sub>2</sub><sup>-</sup>) yang bersifat sebagai reduktor. Radikal bersifat aktif dan dapat terus terbentuk sehingga bereaksi dan menguraikan senyawa organik target (Fatimah dan Wijaya 2005). Fotodegradasi merupakan salah satu metode AOPs (Advanced Oxidation Processes). Karakteristik AOPs adalah pembentukan radikal bebas yang sangat aktif, terutama radikal hidroksil (OH $\bullet$ ) (Litter, 1999; Malato, 2003). Bahan yang dapat dijadikan fotodegradasi merupakan semikonduktor yang mampu mengadsorp foton.

Fotodegradasi heterogen didefinisikan sebagai proses katalisis dimana satu atau lebih tahapan reaksi berlangsung dengan kehadiran pasangan *electron-hole* yang dihasilkan pada permukaan bahan semiokondutor yang dialuminasi oleh cahaya pada tingkat energi yang sesuai. Adapun prosesnya dapat dilakukan dalam berbagai media, yaitu organik murni fase cair dan larutan encer.

Proses keseluruhan yang terjadi pada reaksi katalisis heterogen, baik yang diaktivasi secara termal (katalisis konvensional) maupun yang diaktivasi dengan cahaya (fotodegradasi) adalah sebagai berikut (Fogler, 1999):

- a. Transfer massa reaktan dalam fase fluida (cair atau gas) ke permukaan katalis.
- b. Adsorpsi reaktan ke permukaan katalis.
- c. Reaksi dalam fase teradsorpsi.
- d. Desorpsi produk dari permukaan.

e. Pemindahan produk (transfer massa) dari daerah antar permukaan (interfasa).

Reaksi fotodegradasi mempunyai sifat yang khusus bila dibandingkan dengan reaksi lainnya. Sifat khusus tersebut meliputi (Sofyan, 1998):

- a. Reaksi fotodegradasi menggunakan daya oksidasi yang sangat tinggi.
- b. Reaksi fotodegradasi merupakan reaksi permukaan.
- c. Reaksi fotodegradasi terjadi melalui radiasi sinar UV.

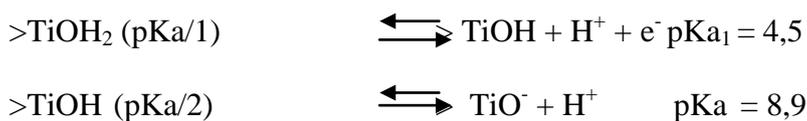
Semikonduktor adalah bahan yang memiliki daerah energi kosong (void energy region) yang disebut celah pita (band gap) yang berada diantara konduktor dan isolator. Banyak jenis bahan semikonduktor yang tersedia secara komersial tetapi hanya sedikit yang cocok dipakai sebagai fotodegradasi dalam menguraikan berbagai polutan organik. Kriteria yang diperlukan bahan semikonduktor sebagai katalis adalah (Litter, 1999):

- a. Bersifat fotoaktif
- b. Mampu memanfaatkan cahaya tampak atau ultraviolet dekat
- c. Bersifat inert secara biologis dan kimiawi
- d. Bersifat fotostabil (stabil terhadap cahaya)
- e. Murah dan mudah didapatkan
- f. Tidak larut dalam reaksi

Katalis semikonduktor untuk proses fotodegradasi terdiri dari jenis oksida dan sulfida. Katalis semikonduktor termasuk jenis oksida contohnya  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{SnO}_2$ , dan  $\text{WO}_3$ , sedangkan yang termasuk jenis sulfida contohnya  $\text{CdS}$ ,  $\text{CuS}$ , dan  $\text{ZnS}$  (Hermann, 1999; Toyoda, 2000).

Bahan semikonduktor ini memiliki energi celah pita, yaitu daerah kosong yang memanjang dari puncak pita valensi terisi (*filled valency band*) hingga dasar pita valensi yang kosong (*vacant conduction band*), yang cukup untuk dieksitasi oleh sinar ultraviolet (sinar UV) atau sinar tampak, dan potensial reduksi anatar *valance band* (vb) dan *conduction band* (cb), dapat menghasilkan rangkaian reaksi oksidasi dan reduksi. Besarnya celah energi antara pita valensi dan pita konduksi tersebut akan menentukan tingkat populasi termal dari pita konduksi atau dengan kata lain tingkat konduktivitas listrik dari semikonduktor tersebut. Celah pita tersebut mendefinisikan sensitivitas panjang gelombang dari semikonduktor yang bersangkutan terhadap radiasi (Hermann, 1999; Toyoda, 2000).

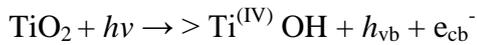
Menurut Hoffman, dkk., 1995 dalam Mukaromah (2004) bahwa sebagai fotodegradasi, spesies aktif dari TiO<sub>2</sub> dalam larutan berair adalah >TiOH. Keberadaan > TiOH dapat dilihat dari persamaan reaksi berikut:



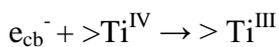
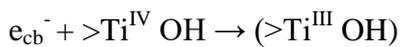
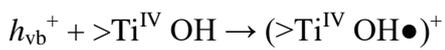
Dari persamaan reaksi diatas menunjukkan bahwa >TiOH stabil pada pH 4,5 sampai pH 8.

Fotodegradasi yang berupa oksida logam seperti TiO<sub>2</sub> mampu menyerap radiasi antara fotodegradasi dengan air. OH<sup>•</sup> ini merupakan oksidator yang kuat sehingga dapat merugikan fenol dan turunannya secara cepat. Fotodegradasi terjadi saat berlangsung transfer muatan radikal OH<sup>•</sup> ke dalam zat organik (Hoffmann, dkk., 1997), yang dapat dituliskan sebagai berikut:

a. Pembentukan pembawa muatan oleh foton (cahaya)



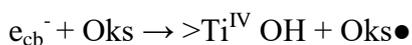
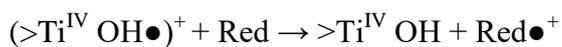
b. Trapping pembawa muatan



c. Rekombinasi pembawa muatan.



d. Transfer muatan antar muka



Keterangan:

> TiOH = bentuk terhidrat dari TiO<sub>2</sub>

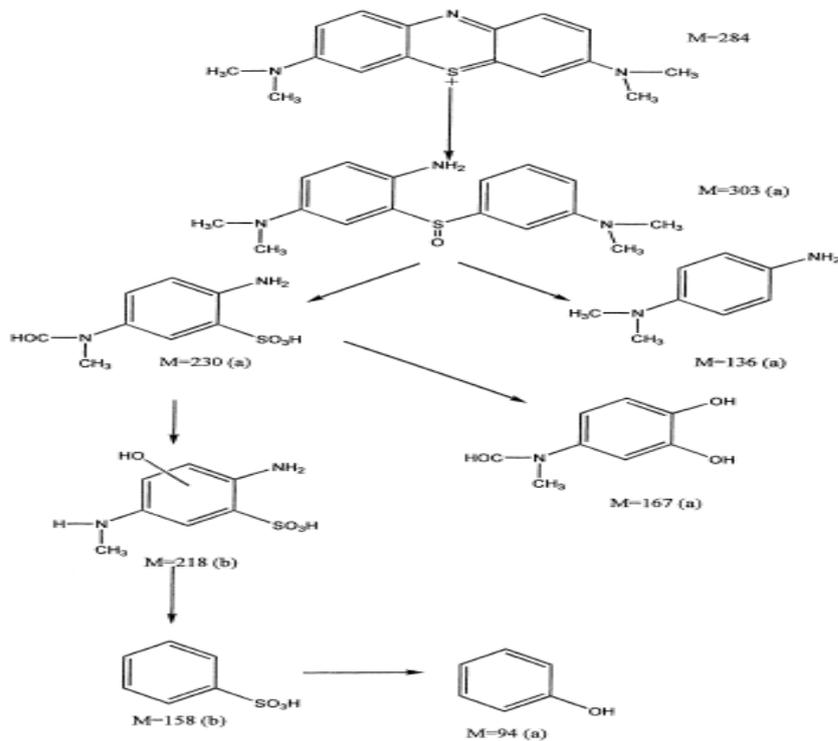
Red (reduktant) = pendonor electron

Oks (oksidant) = akseptor electron

(>Ti<sup>IV</sup>OH•)<sup>+</sup> = permukaan dari penjebakan  $h_{\text{vb}}^+$  (radikal •OH)

(>Ti<sup>III</sup>OH) = permukaan dari penjebakan  $e_{\text{cb}}^-$

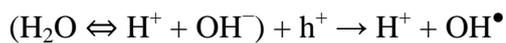
Houas, dkk., (2001) melakukan penelitian dalam mendegradasi *Methylene blue* dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub> dengan hasil akhir fotodegradasi berupa senyawa atau kation dan anion yang ramah lingkungan. Berikut skema fotodegradasi pada *Methylene blue*:



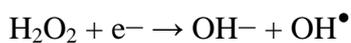
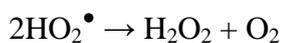
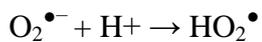
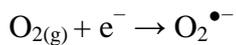
Gambar 2.16 Fotodegradasi Senyawa *Methylene blue* dengan  $\text{TiO}_2$  (Houas, 2001)

Berikut mekanisme reaksi fotodegradasi terhadap *Methylene blue* (Houas, 2001):

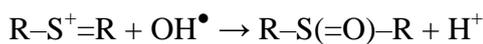
1. Oksidasi air oleh hole



2. Pembentukan hydroperoxide radikal



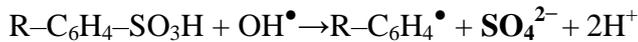
3. Pemecahan ikatan C-S+=C oleh  $\text{OH}^\bullet$  menjadi



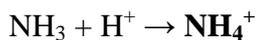
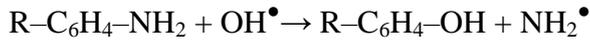
$\text{OH}^\bullet$  menyerang *Methylene blue*



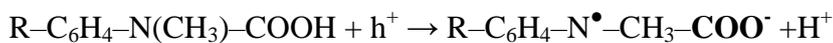
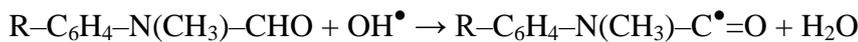
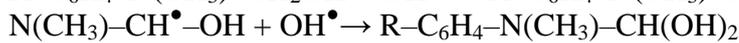
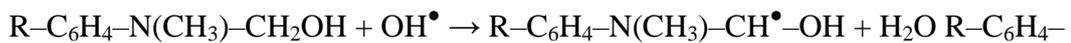
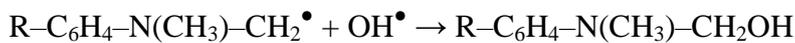
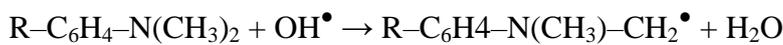
Terbentuknya  $\text{SO}_4^{2-}$  dari  $\text{SO}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-R}$



Terbentuknya  $\text{NH}_4^+$  dari  $\text{NH}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-R}$



Dekarboksilasi oleh reaksi photo Kolbe menjadi  $\text{CO}_2$



Proses fotodegradasi banyak diaplikasikan untuk penghilangan atau pendegradasian polutan cair menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan, misalnya untuk pengolahan fenol. Suatu teknologi yang didasarkan pada iradiasi fotodegradasi semikonduktor seperti titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ), seng oksida ( $\text{ZnO}$ ) atau cadmium sulfide ( $\text{CdS}$ ) yang tergolong sebagai fotodegradasi heterogen (Hermann, 1999; Toyoda, 2000).

Madhu, dkk., (2007) melaporkan bahwa proses fotodegradasi zat warna (limbah) akan menghasilkan  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , dan asam-asam mineral. Hal ini disebabkan oleh  $\text{TiO}_2$  merupakan semikonduktor dengan struktur elektronik yang khas yaitu memiliki pita valensi dan pita konduksi yang kosong sehingga ketika dikenai sinar matahari maka akan mengalami eksitasi elektron dari pita valensi ke

pita konduksi yang menjadikan  $\text{TiO}_2$  sebagai oksidator kuat, sehingga dapat mendegradasi senyawa organik menjadi  $\text{CO}_2$  dan air.

## **2.9 Penambahan Anion Anorganik Dalam Proses Fotodegradasi**

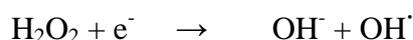
Dalam meningkatkan pengaruh degradasi terhadap proses fotodegradasi, Zhang (2005) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa adanya penambahan anion pada proses fotodegradasi dan fotoelektrokatalisis dapat mempengaruhi konstanta laju degradasi. Adanya konsentrasi anion yang berlebih menyebabkan sebagian anion tidak teradsorpsi dan dapat membentuk senyawa radikal yang dapat mempercepat degradasi zat warna. Anion anorganik dapat berupa ion klorida, nitrat, bikarbonat, sulfat, persulfat dan klorat.

Palupi (2006) melakukan penelitian tentang degradasi *Methylene blue* menggunakan metode fotokatalisis dan fotoelektrokatalisis dengan penambahan hidrogen peroksida secara bervariasi pada kaca konduktif ITO (*Indium Tin Oxide*). Hasil yang diperoleh adalah persentase degradasi *Methylene blue* sebesar 84,19 %, tercapai pada pH optimum yaitu pH 11.

Suyata dan Mardiyah (2012) dalam penelitiannya menggunakan penambahan anion berupa hidrogen peroksida secara bervariasi pada  $\text{TiO}_2$ -zeolit dalam mendegradasi zat warna *congo red*. Dalam penelitian tersebut menjelaskan bahwa persentase dekolorisasi kongo merah mencapai kondisi optimum pada pH 4 dengan persentase dekolorisasi sebesar 98,87 %. Hal ini menunjukkan bahwa degradasi zat warna *congo red* mencapai kondisi optimum pada pH asam. Hal ini terjadi karena pada pH yang tinggi (basa) hidrogen peroksida akan terdekomposisi menjadi  $\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{O}_2$ . Besi dalam suasana asam lebih mudah teroksidasi

dibandingkan dalam suasana basa. Semakin banyak besi yang teroksidasi, maka semakin banyak H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang tereduksi menjadi radikal OH. Semakin banyak radikal OH yang terbentuk, maka semakin banyak zat warna terdegradasi (Peters, dkk., 2001).

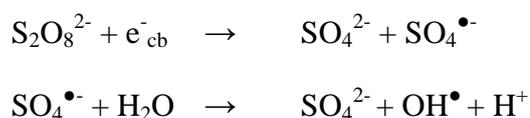
Penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dapat meningkatkan konsentrasi radikal hidroksil. Radikal ini dapat menghambat rekombinasi berdasarkan reaksi (Palupi, 2006):



H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> mempunyai dua fungsi dalam proses degradasi, yaitu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> selain mengikat electron sehingga terjadi pemisahan muatan juga berfungsi membentuk radikal OH<sup>•</sup>.



Wardhani (2013) juga menggunakan penambahan anion berupa ion persulfat pada TiO<sub>2</sub>-zeolit dalam mendegradasi zat warna *methyl orange*. Pada penelitian tersebut dilakukan penambahan ion persulfat secara bervariasi, dan diperoleh hasil bahwa laju fotodegradasi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi ion persulfat. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya penambahan ion persulfat ini mampu menangkap eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi (e<sup>-</sup><sub>cb</sub>) sehingga terbentuk radikal pengoksidasi berupa SO<sub>4</sub><sup>•-</sup> yang bereaksi dengan H<sub>2</sub>O dan menjadi radikal pengoksida berupa OH<sup>•</sup> dan akan menyerang senyawa *methyl orange*. Berikut persamaan reaksinya (Wardhani, 2013):



Penambahan persulfat semakin banyak maka dihasilkan radikal pengoksidasi yang banyak pula sehingga mempercepat reaksi degradasi *methyl orange*. Hal ini sesuai dengan beberapa penelitian yang telah dilakukan bahwa penambahan persulfat dapat meningkatkan konstanta laju degradasi zat warna.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Kimia Anorganik Insitut Teknologi Sepuluh November Surabaya dan Laboratorium sentral Universitas Negeri Malang, pada bulan Maret - Mei 2014.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: seperangkat alat gelas, neraca analitik, pengaduk magnet, desikator, cawan porselin, oven, spatula, pemanas listrik, tanur, pH meter, spektrofotometer UV-Vis, lampu UV, botol dan hidrotermal tipe Teflon dan X-Ray Diffractometer (XRD)-6000 3 kW Shimadzu.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: zeolit alam Malang, titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) anatase, *methylen blue*, NaNO<sub>3</sub> (p.a), etanol, pH indikator universal, kertas saring *whatman* 42, dan alumunium foil.

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi zeolit alam
2. Aktivasi zeolit alam
3. Modifikasi TiO<sub>2</sub>-zeolit alam dengan metode impregnasi basah
4. Karakterisasi TiO<sub>2</sub>-zeolit alam menggunakan XRD (X-Ray Diffraction).

5. Proses fotodegradasi

6. Analisa data

### **3.4. Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Preparasi Sampel (Trisunaryanti, dkk., 2005)**

Zeolit alam Malang halus sebanyak 250 gram diayak dengan ukuran 120 mesh, kemudian direndam dalam 500 mL air bebas ion (akuades) sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama sehari semalam (24 jam) pada suhu kamar ( $\pm 25^{\circ}\text{C}$ ), disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam.

#### **3.4.2 Aktivasi Zeolit (Suharto, dkk., 2007)**

Padatan zeolit kering ini dicampur dengan larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M dengan perbandingan berat zeolit: volume larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  adalah 1:2. Campuran diaduk secara kontinyu selama 4 jam tanpa pemanasan. Campuran disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral ( $\text{pH} \pm 7$ ). Padatan yang diperoleh dipanaskan pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  dalam oven selama 12 jam.

#### **3.4.3 Pembuatan Komposit $\text{TiO}_2$ -Zeolit Alam Malang Dengan Metode Hidrotermal (Rianto, 2012)**

Serbuk H-Zeolit yang sudah dikalsinasi diambil sebanyak 10 g H-zeolit dicampur dengan 20 mL larutan yang mengandung ion logam  $\text{TiO}_2$  dengan konsentrasi 0,2 M. Campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dimasukkan dalam botol Teflon dan dipanaskan pada suhu  $90^{\circ}\text{C}$  dalam oven selama 12 jam, setelah dingin dilakukan penyaringan. Selanjutnya semua sampel zeolit terdispersi  $\text{TiO}_2$  dikalsinasi pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam.

### **3.4.4 Karakterisasi**

#### **3.4.4.1 Karakterisasi Dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)**

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap sampel zeolit alam hasil modifikasi TiO<sub>2</sub>-zeolit Alam. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X pada sudut  $2\theta$  sebesar 5–60° dan kecepatan scan 0,02 °/detik dan  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ .

### **3.4.5 Proses Fotodegradasi**

#### **3.4.6.1 Penentuan panjang gelombang maksimum *metylen blue* (MB)**

Larutan *metylen blue* 5 ppm diukur pada panjang gelombang 600 – 680 nm dengan interval panjang gelombang 5 nm. Panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum merupakan panjang gelombang maksimum.

#### **3.4.5.2 Penentuan waktu operasional**

Larutan *Methylene blue* 5 ppm diukur pada menit ke 0, 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 dengan spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum. Kemudian dibuat kurva yang menyatakan hubungan antara waktu operasional (sumbu x) dan absorbansi (sumbu y).

#### **3.4.5.3 Penentuan kurva baku pada T optimum**

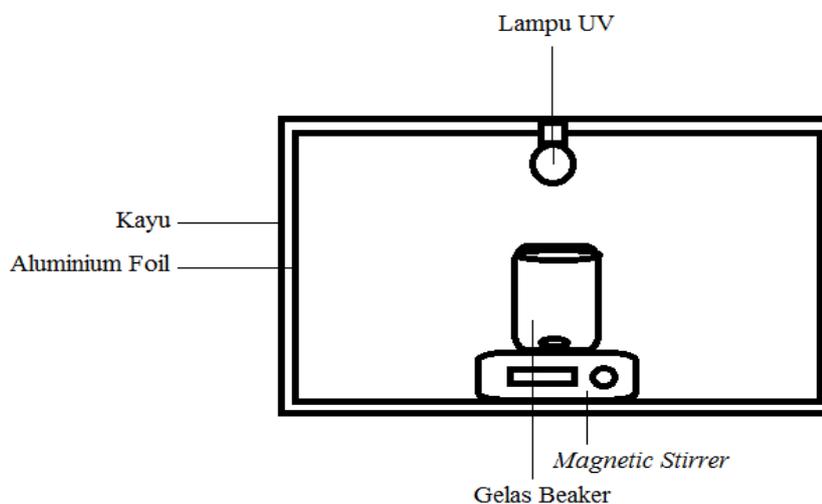
Dibuat seri larutan baku *Methylene blue* dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm, kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi.

#### 3.4.5.4 Pengaruh variasi jumlah penambahan TiO<sub>2</sub>-Zeolit terhadap persen degradasi *Methylene blue* (Wardhani, dkk., 2013)

Sebanyak 12,5 mg TiO<sub>2</sub>-zeolit dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan larutan *methylen blue* 15 mg ppm dan larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2 M sebanyak 5 mL. Selanjutnya larutan disinari lampu UV (Sankyo, 10 watt, 315-380 nm) selama 100 menit. Selanjutnya dilakukan prosedur yang sama untuk variasi penambahan TiO<sub>2</sub>-zeolit dengan berat 25; 50 dan 75 mg.

#### 3.4.5.5 Pengaruh variasi konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> terhadap konstanta laju degradasi serta lama penyinaran terhadap degradasi *Methylene blue*.

Dari prosedur pada point 3.4.5.4 diperoleh data penambahan TiO<sub>2</sub>-zeolit dengan konsentrasi terbaik. Selanjutnya pada jumlah TiO<sub>2</sub>-zeolit terbaik dilakukan variasi penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dengan konsntrasi 0,5; 1; 1,5 dan 2 M. Dari konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> tersebut diambil 5 mL, kemudian ditambahkan 25 mL larutan *methylen blue* 15 ppm dengan pH 11. Selanjutnya larutan disinari dengan lampu UV (Sankyo, 10 Watt, 315-380 nm) dengan variasi lama penyinaran 20, 40, 60, 80 dan 100 menit.



Gambar 3.1 Rangkaian Reaktor Uji Fotodegradasi

**3.4.6 Analisis Data**

1. Kurva standar ditentukan dengan persamaan regresi  $y = ax + b$ .
2. Data dari kurva perbandingan antara variasi konsentrasi hydrogen  $H_2O_2$  dan waktu lama penyinaran diperoleh dengan konstanta laju fotodegradasi *methylen blue*, ditentukan dengan persamaan  $\ln = Co/Ct$  dari *methylen blue* 15 ppm dalam berbagai variasi konsentrasi  $H_2O_2$ . Rumusnya sebagai berikut:

$$-\frac{dC}{dt} = kC \dots\dots\dots \text{pers.2}$$

$$C = Co e^{-kt} \dots\dots\dots \text{pers.3}$$

$$\ln \frac{C}{Co} = -kt \dots\dots\dots \text{pers.4}$$

keterangan :

$\frac{dC}{dt}$  = Laju degradasi *methylen blue* (Molar/menit)

$Co$  = Konsentrasi awal *methylen blue* (dalam Molar)

$C$  = Konsentrasi *methylen blue* setelah waktu  $t$  (Molar)

$t$  = waktu (dalam menit)

$k$  = tetapan kelajuan degradasi ( dalam menit  $^{-1}$ )

3. Konsentrasi yang diperoleh kemudian dihitung presentase degradasi (%D) *methylen blue* menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Presentase Degradasi (\%D)} = \frac{Co - Ct}{Co} \times 100 \% \dots\dots\dots \text{pers.5}$$

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### 4.1 Preparasi Sampel

Preparasi zeolit alam Malang dilakukan menggunakan ayakan 120 mesh untuk menghasilkan ukuran partikel yang seragam dan luas permukaan yang besar kemudian dilakukan perendaman dengan akuades dan diaduk dengan magnet stirrer selama 24 jam untuk menghilangkan pengotor. Selanjutnya disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan untuk menghilangkan pengotor dan kandungan air. Preparasi dilakukan untuk menghasilkan ukuran partikel seragam dan luas permukaan yang semakin besar, menghilangkan pengotor dan kandungan air (Mutngimaturrehman, dkk., 2010).

#### 4.2 Aktivasi Zeolit Alam dengan $\text{NH}_4\text{NO}_3$

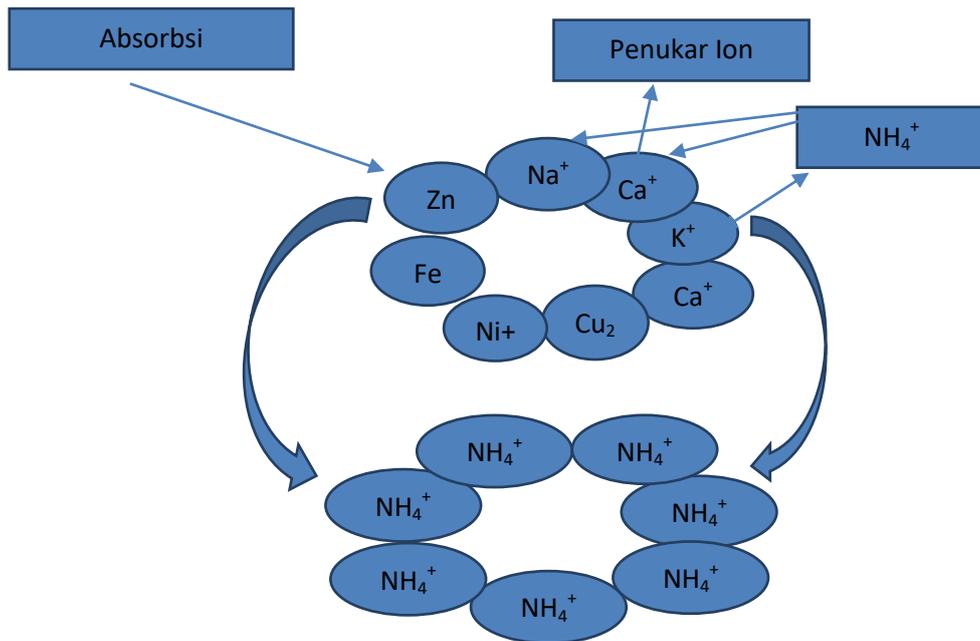
Zeolit alam hasil preparasi masih banyak mengikat logam alkali, alkali tanah seperti K, Ca, Fe, Cu, Ni, Zn dan persenyawaan lainnya (Botianovi, 2012), sehingga perlu dilakukan proses aktivasi zeolite alam secara kimia untuk mengurangi kandungan logam, membersihkan permukaan pori, dan mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan (Syafii, dkk., 2010). Selain itu, aktivasi zeolit juga dapat menghilangkan jenis kation tertentu, molekul air pada rongga, dan memperbesar volume pori sehingga zeolite alam yang telah teraktivasi memiliki daya kerja yang tinggi.

Aktivasi zeolit alam diawali dengan menambahkan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M ke dalam zeolite alam kering. Penggunaan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  dalam proses aktivasi zeolit alam terletak pada keefektifan bahan tersebut sebagai pengganti ion-ion pada zeolit, khususnya ion logam alkali/alkali tanah. Berdasarkan penelitian Banon dan Suharto (2008), lemahnya ikatan ion-ion logam alkali/alkali tanah pada zeolit memungkinkan ion tersebut digantikan oleh  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ . Rosdiana (2006) mengatakan bahwa penambahan garam  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  bertujuan sebagai penukar kation, sehingga ion “pengganggu” yang terdapat dalam zeolite dapat disubstitusi dengan  $\text{NH}_4^+$  yang terdapat pada permukaan zeolit.

Adsorpsi kation ammonium terjadi pada permukaan dengan gugus hidroksil pada zeolit dan kombinasi muatan positif dari kation amonium dan muatan negatif pada permukaan zeolit. Adapun mekanisme reaksi pertukaran ion ammonium dengan zeolite secara singkat adalah sebagai berikut:

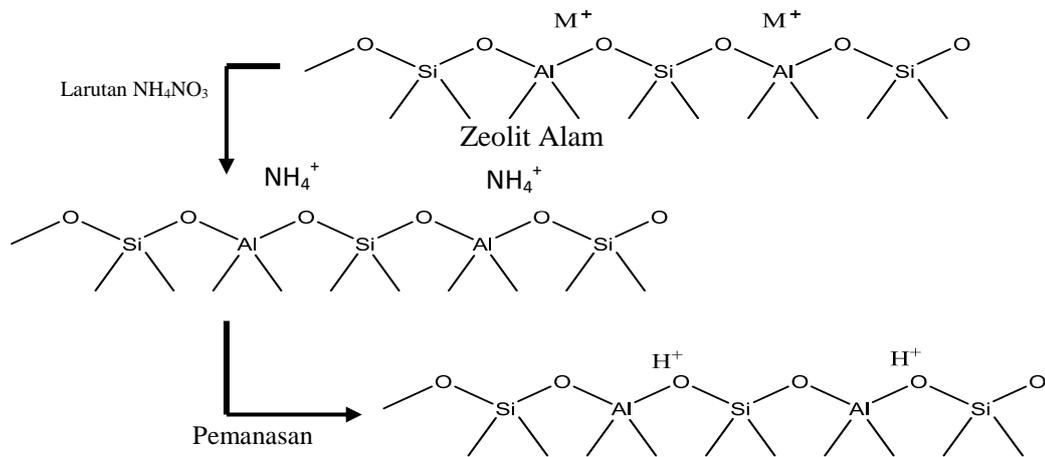


Menurut Banon dan Suharto (2008), pemanasan suhu tertentu menyebabkan ion ammonium pada permukaan zeolit terurai dan melepaskan molikul amoniak, sehingga zeolite dipenuhi oleh ion-ion hydrogen pada permukaan strukturnya. Penggunaan amonium terletak pada sifat lemahnya ikatan ion-ion logam alkali/alkali tanah yang dapat digantikan pada permukaan zeolit. Pertukaran kation yang terikat pada zeolit dengan ammonium dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Skema pertukaran kation antara ammonium dengan kation zeolit (Sumarlin, 2007)

Model sederhana mekanisme penukar ion logam dengan ammonium pada zeolite alam secara skematis disajikan pada Gambar 4.2 yang menggambarkan bahwa ion-ion  $\text{NH}_4^+$  dari larutan ammonium nitrat menggantikan posisi logam-logam alkali pada permukaan zeolite alam. Pertukaran ini berlangsung secara bertahap dan sebanding dengan banyaknya kation yang tersedia, sehingga semakin konsentrasi larutan ammonium nitrat yang digunakan dalam aktivasi semakin banyak pula kation-kation logam alkali pada zeolite yang diganti oleh ion ammonium.



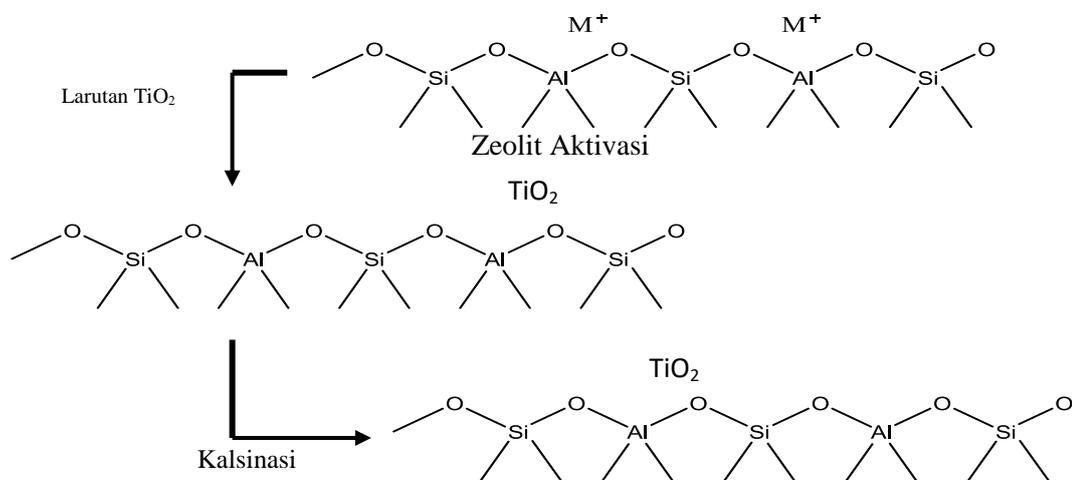
Gambar 4.2 Pergerakan ammonium sebagai bahan aktivasi zeolit  
(Banon dan Suharto, 2008)

#### 4.3 Pembuatan Komposit TiO<sub>2</sub>/Zeolit Alam Malang

Modifikasi digunakan untuk meningkatkan karakter zeolit terutama aktivitas katalitiknya. Modifikasi dilakukan dengan pembuatan komposit TiO<sub>2</sub>/Zeolit alam dengan menambahkan larutan titanium dioksida (c) 0,2 M pada serbuk H-zeolit. Menurut Othmmer dan Kirk (1995), titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) adalah material yang dikenal sebagai bahan katalis didasarkan pada sifat semikonduktornya. Titanium dioksida memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dari pada fotokatalis lain seperti ZnO, CdS, WNO<sub>3</sub>, dan SnO<sub>2</sub>, memiliki stabilitas termal cukup tinggi, dan mampu menyerap cahaya ultraviolet dengan baik. Konsentrasi logam yang digunakan didasarkan pada penelitian Rianto (2012) yang melaporkan bahwa konsentrasi logam titanium terbaik untuk memodifikasi zeolite alam Malang dengan menggunakan metode impregnasi ditinjau dari kristalinitas, keasaman, luas permukaan spesifik dan pendispersian

material titanium pada permukaan didapatkan pada penambahan larutan  $\text{TiO}_2$  dengan konsentrasi 0,2 M.

Proses hidrotermal sangat berpengaruh terhadap porositas dari suatu sintesis padatan berpori. Reaksi yang terjadi dalam proses hidrotermal adalah pembentukan inti kerangka zeolit yang pada proses kalsinasi nantinya akan tumbuh sebagai Kristal (Barrer, 1982). Suharto, dkk (2007) melaporkan bahwa waktu optimum yang digunakan untuk modifikasi adalah pemanasan selama 12 jam. Setelah proses hidrotermal zeolit modifikasi didiamkan selama 24 jam dalam suhu ruang untuk meningkatkan derajat kristalinitas dari struktur zeolite modifikasi.



Gambar 4.3 Dugaan reaksi modifikasi zeolit menggunakan  $\text{TiO}_2$

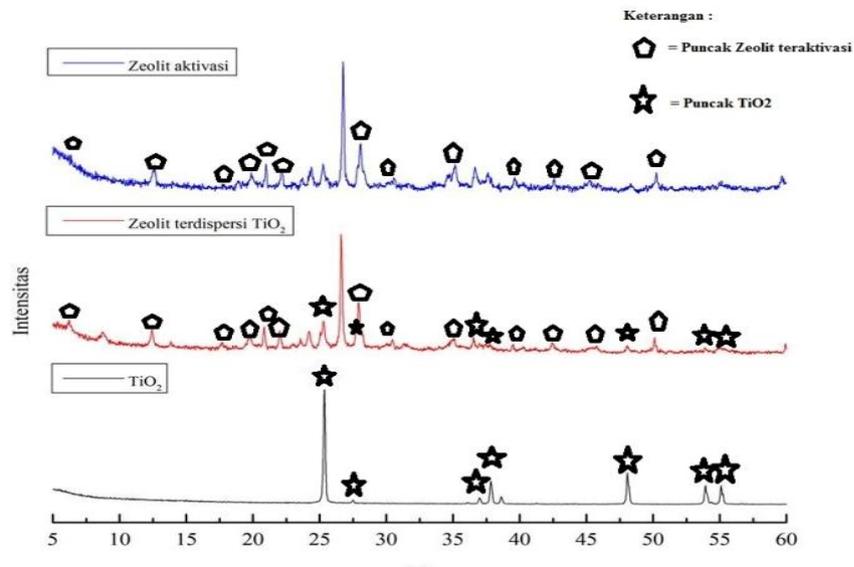
Suharto, dkk (2007) melaporkan bahwa kalsinasi yang dilakukan pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$  pada zeolit tidak akan mengalami sintering. Proses kalsinasi tidak memberikan hasil yang jauh berbeda karena kalsinasi itu sendiri merupakan perlakuan panas terhadap zeolit pada temperatur yang relatif tinggi dalam

furnace yang bertujuan menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori Kristal zeolite, selain itu juga untuk menghilangkan zat organik yang dikandung zeolit.

#### 4.4 Karakterisasi

##### 4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan pada zeolit teraktivasi,  $\text{TiO}_2$ /zeolit dengan perbandingan (93:3)% dan  $\text{TiO}_2$ . Data difraktogram zeolite alam Malang dan zeolite alam Malang modifikasi  $\text{TiO}_2$  0,2 M ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Difraktogram komposit  $\text{TiO}_2$ /Zeolit alam

Dari hasil penelitian pada komposit  $\text{TiO}_2$ /Zeolit, puncak karakteristik dari zeolit masih dapat dipertahankan (Tabel 4.1) dan seperti pada Gambar 4.4. yang ditunjukkan dengan tanda segi lima (pentagon). Sedangkan puncak karakteristik dari  $\text{TiO}_2$  anatas masih dapat dipertahankan (Tabel 4.1) seperti pada Gambar 4.4. yang ditunjukkan dengan tanda bintang (star)

Pada pendispersian TiO<sub>2</sub> anatas ke dalam zeolite, tidak merubah struktur Kristal zeolit maupun TiO<sub>2</sub> anatas itu sendiri. Hal ini mengindikasikan bahwa molekul TiO<sub>2</sub> dalam fasa anatas tidak terdispersi masuk jauh ke dalam pori-pori zeolit dan tetap bertahan pada struktur kristalinitasnya. Difaktogram pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa masih terdapat puncak khas dari TiO<sub>2</sub> anatas dan zeolite teraktivasi, sehingga dapat diketahui bahwa antara zeolite dan TiO<sub>2</sub> membentuk system komposit.

**Tabel 4.1 Puncak difratogram komposit TiO<sub>2</sub>/zeolit**

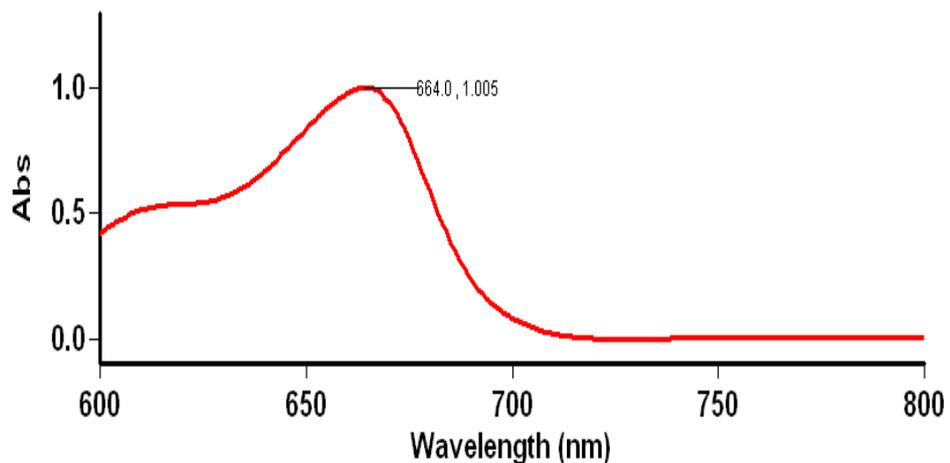
TiO <sub>2</sub> Anatas		Zeolit		Komposit TiO <sub>2</sub> Anatas/zeolit	
Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas
		5,1777	11,11	6,2133	19,17
		12,6449	12,68	12,4252	13,98
		18,8799	5,49	17,6352	4,04
		19,8948	10,44	19,7179	11,61
		20,9708	19,31	20,8439	19,03
		22,1681	15,41	21,9987	15,60
		23,6713	7,43	23,0000	3,71
25,3578	100,00			25,2737	22,94
		26,7406	100,00	26,6004	100,00
27,5270	2,40			27,8956	40,45
		28,0096	34,68	28,2443	11,75
		30,6056	7,59	30,4345	8,59
		31,5651	3,20	31,2876	4,86
		35,1651	18,03	35,0797	8,36
		36,6451	18,19	36,5571	8,27
37,8307	19,64			37,6855	3,34
38,6168	6,83			39,4606	4,46
		42,5534	7,04	42,4643	6,78
48,0743	27,45			48,0278	5,75
		50,2414	13,90	50,1078	13,31
53,9225	16,17			53,8816	3,93
55,0839	16,08			54,8581	3,23

## 4.5 Proses Fotodegradasi

### 4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methylene blue*

^dalam proses fotodegradasi terhadap zat warna *Methylene blue* diperlukan data mengenai panjang gelombang dari *Methylene blue*. Panjang gelombang tersebut digunakan dalam pengukuran konsentrasi *Methylene blue* sebelum dan sesudah proses fotodegradasi. Selain kita juga dapat mengetahui persen dgradasi dari *Methylene blue*.

Perlakuan diawali dengan penentuan panjang gelombang maksimum terhadap larutan *Methylene blue* konsentrasi 5 ppm. Pengukuran absorbansi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil hubungan antara serapan dan panjang gelombang diperoleh kurva yang ditunjukkan pada Gambar 4.5:



Gambar 4.5 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang *Methylene blue*

Pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa *Methylene blue* mempunyai panjang gelombang penyerapan maksimal pada panjang gelombang 664 nm. Penyerapan maksimum pada panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa *Methylene blue* terletak pada daerah sinar tampak dengan warna komplementer atau warna tampak oleh mata yaitu warna biru, sedangkan warna serapan yang dihasilkan adalah warna merah (Underwood, 2002).

#### 4.5.2 Penentuan Waktu Operasional

Penentuan waktu operasional digunakan untuk pengukuran reaksi atau pembentukan warna. Hal ini dilakukan untuk mengetahui waktu pengukuran yang stabil. Penentuan kestabilan larutan kompleks *Methylene blue* terhadap waktu dilakukan pada rentang waktu 10-90 menit dengan interval 10 menit pada panjang gelombang maksimum. Pada perlakuan tersebut dapat ditentukan dengan perbandingan antara waktu pengukuran dengan absorbansi. Pengaruh variasi waktu terhadap absorbansi senyawa *Methylene blue* ditunjukkan pada tabel 4.2.

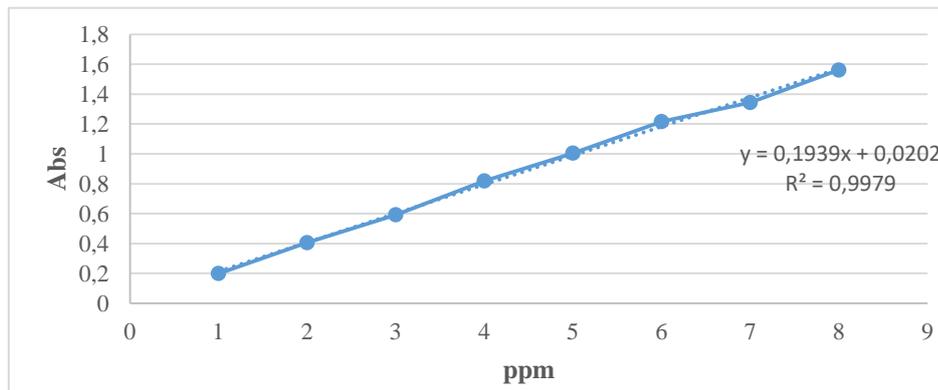
Tabel 4.2 Hubungan waktu pengukuran dengan absorbansi

Waktu (menit)	Absorbansi
10	0,9853
20	0,9461
30	0,9135
40	0,8922
50	0,8871
60	0,8879
70	0,8891
80	0,8919
90	0,8793

Dari data yang diperoleh pada Tabel 4.2 diketahui bahwa absorbansi *Methylene blue* terjadi pada awal reaksi, absorbansi senyawa *Methylene blue* menit ke-20 mengalami penurunan jika dibandingkan dengan menit ke-10. Setelah itu menit ke-30 mengalami penurunan yang signifikan sampai menit ke-40. Pada menit ke 50 sampai 70 diperoleh absorbansi *Methylene blue* yang stabil. Selanjutnya pada menit ke-80 dan ke-90 sudah tidak stabil. Semakin lama waktu pengukuran, maka ada kemungkinan senyawa yang berwarna tersebut menjadi rusak atau terurai sehingga intensitas warnanya menurun akibatnya absorbansi juga rendah. Karena alasan inilah, maka perlu dilakukan pengukuran waktu operasional.

#### 4.5.3 Pembuatan Kurva Baku

Penentuan kurva baku dilakukan dengan menggunakan berbagai konsentrasi larutan *Methylene blue* 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm. Pembuatan kurva baku bertujuan untuk menentukan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi *Methylene blue*. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan konsentrasi larutan. Dari perlakuan tersebut didapatkan kurva baku seperti pada Gambar 4.6:



Gambar 4.6 Grafik hubungan konsentrasi *Methylene blue* dengan absorbansi

Berdasarkan Gambar 4.6 ditunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi yang digunakan berbanding lurus dengan absorbansi. Hal ini sesuai dengan Lambert-Beer. Hasil dari kurva baku tersebut didapatkan persamaan  $y = 0,1939x + 0,0202$ , dimana  $y$  adalah absorbansi dan  $x$  adalah konsentrasi *Methylene blue*. Persamaan kurva baku ini dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan *Methylene blue* hasil sisa fotodegradasi.

#### 4.5.4 Pengaruh Variasi Jumlah Penambahan Komposit Terhadap Persen Degradasi

Sebelum dilakukan penentuan pengaruh penambahan jumlah komposit akan dilakukan pengukuran konsentrasi blanko *Methylene blue* 15 ppm yang disinari sinar UV dan tanpa penyinaran sinar UV selama 100 menit terlebih dahulu sebagai pembandingan yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Perlakuan sampel pembandingan yang disinari lampu UV selama 100 menit

Perlakuan sampel	Konsentrasi <i>Methylene blue</i> (ppm)		Persen Degradasi
	Awal	Akhir	
<i>Methylene blue</i> tanpa UV	14,3105	4,3223	69,79%
<i>Methylene blue</i> + UV	14,3105	2,8128	80,34%

Dari data Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa *Methylene blue* yang disinari lampu UV tanpa ada penambahan TiO<sub>2</sub>/Zeolit alam dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> diperoleh persen degradasi sebesar 80,34 %. Hal tersebut menunjukkan bahwa *Methylene blue* yang hanya disinari lampu UV telah terjadi proses degradasi. Sehingga pada variasi penambahan komposit TiO<sub>2</sub>/Zeolit alam dan variasi konsentrasi penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> akan dikurangi dengan persen degradasi blangko (*Methylene blue* yang hanya disinari lampu UV selama 100 menit) untuk diperoleh efektifitas degradasi.

Pada variasi penambahan komposit TiO<sub>2</sub>/Zeolit alam yaitu 12,5; 25; 50; dan 75 mg. pada setiap variasi komposit tersebut, diberikan penambahan larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2M sebanyak 5 mL dan disinari lampu UV selama 100 menit. Pengaruh variasi penambahan komposit terhadap *Methylene blue* 15 ppm ditunjukkan pada Tabel 4.4:

Tabel 4.4 Pengaruh variasi penambahan komposit terhadap persen degradasi *Methylene blue* dengan penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2M dan penyinaran lampu UV selama 100 menit

Variasi Perlakuan	Konsentrasi <i>Methylene blue</i> (ppm)	Persen Degradasi	Efektifitas Degradasi
-------------------	---	------------------	-----------------------

		<b>Awal</b>	<b>Akhir</b>		
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2 M + MB tanpa UV	0 mg	14,3105	11,3321	20,81%	-48,89%
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2 M + MB + UV	0 mg	14,3105	10,2710	28,23%	-41,54%
TiO <sub>2</sub> /zeolit + MB tanpa UV	12,5 mg	14,3105	11,1723	21,93%	-48,40%
	25 mg	14,3105	9,0304	36,89%	-32,90%
	50 mg	14,3105	4,6767	67,32%	-2,47%
	75 mg	14,3105	1,5967	88,84%	19,05%
TiO <sub>2</sub> /zeolit + MB + UV	12,5 mg	14,3105	10,2274	28,53%	-41,26%
	25 mg	14,3105	5,0428	64,76%	-5,03%
	50 mg	14,3105	0,3579	97,49%	27,71%
	75 mg	14,3105	0,2857	<b>98,00%</b>	<b>28,21%</b>
TiO <sub>2</sub> /zeolit + MB + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2 M tanpa UV	12,5 mg	14,3105	9,0624	36,67%	-33,12%
	25 mg	14,3105	5,8437	59,16%	-10,63%
	50 mg	14,3105	1,0603	92,59%	22,80%
	75 mg	14,3105	1,2440	91,31%	21,25%
TiO <sub>2</sub> /zeolit + MB + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2 M + UV	12,5 mg	14,3105	6,5518	54,22%	-15,57%
	25 mg	14,3105	2,7664	80,67%	10,88%
	50 mg	14,3105	1,6792	88,27%	18,48%
	75 mg	14,3105	0,2940	97,95%	28,16%

Berdasarkan Tabel 4.4 diperoleh absorbansi *Methylene blue* sisa setelah diberi perlakuan berupa variasi penambahan komposit sebesar 12,5; 25; 50; dan 75 mg. Hasil fotodegradasi tanpa penambahan komposit TiO<sub>2</sub>/zeolit alam diperoleh efektifitas degradasi -48,98%. Hal ini disebabkan oleh penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> M menjadi penghambat degradasi terhadap *Methylene blue*.

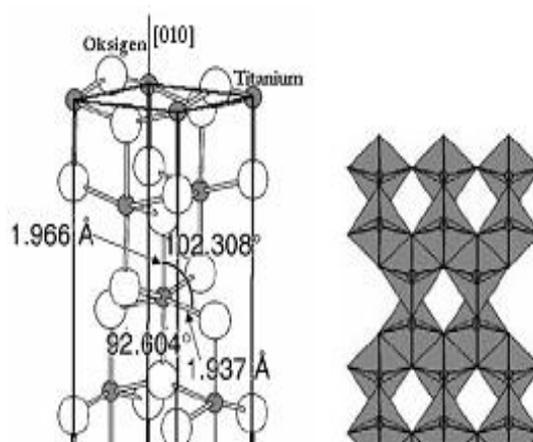
Pada penambahan komposit TiO<sub>2</sub>/zeolit alam 12,5 mg tanpa UV diperoleh efektifitas degradasi -48,40% dan TiO<sub>2</sub>/zeolit alam 12,5 mg menggunakan UV sebesar -41,26%. Hasil degradasi yang diperoleh masih lebih kecil dibandingkan dengan blanko *Methylene blue* yang hanya disinari UV selama 100 menit (lihat Tabel 4.3). Hal tersebut menunjukkan penambahan komposit TiO<sub>2</sub>/zeolit alam

12,5 mg masih terlalu sedikit, sehingga  $\text{H}_2\text{O}_2$  2 M masih lebih dominan untuk menjadi penghambat degradasi.

Semakin banyak penambahan komposit  $\text{TiO}_2$ /zeolit alam dapat meningkatkan efektifitas degradasi *Methylene blue*. Hal ini dapat ditunjukkan dengan penambahan komposit terbanyak pada perlakuan ini yaitu 75 mg yang diperoleh obserbansi sisa *Methylene blue* efektifitas degradasi sebesar 28,21%. Adanya penambahan komposit  $\text{TiO}_2$ /zeolit alam meningkatkan persen degradasi terhadap *Methylene blue*, hal ini dikarenakan dipermukaan zeolit terdapat semikonduktor  $\text{TiO}_2$  yang mampu menguraikan *Methylene blue*.

Adanya komposit berupa  $\text{TiO}_2$  yang disinari UV dengan  $h\nu \geq E_G=3,2\text{eV}$ , menyebabkan elektron (e) tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi, meninggalkan hole (h) pita valensi yang berindikasi dengan air membentuk  $\cdot\text{OH}$ , sedangkan elektron akan mengadsorpsi  $\text{O}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  menghasilkan  $\text{O}_2^{\cdot-}$  dan  $\cdot\text{OH}$ .  $\cdot\text{OH}$  menguraikan senyawa organik (Houas, 2001).

Proses fotodegradasi didasarkan pada iradiasi fotodegradasi semikonduktor  $\text{TiO}_2$  yang tergolong sebagai fotodegradasi heterogen. Fotodegradasi terjadi pada permukaan semikonduktor  $\text{TiO}_2$  merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai komposit karena memiliki band gap yang terletak di antara batas pita konduksi dan pita valensi.



#### Gambar 4.7 Struktur Kristal TiO<sub>2</sub> anatas

Pada anatas setiap oktahedronnya mengalami kontak dengan delapan oktahedron tetangganya. Struktur kisi anatas memiliki daerah aktivasi yang tinggi apabila terkena cahaya dan memiliki bandgap 3,2 eV dengan posisi tingkat energi pita konduksi memiliki potensial reduksi sebesar kira-kira -1,0 Volt dan posisi tingkat energi pita valensi mempunyai potensial oksidasi kurang dari +3,0 Volt. Hal ini mengindikasikan bahwa hole pada permukaan TiO<sub>2</sub> merupakan oksidator kuat, karena akan mengoksidasi spesies kimia lainnya yang mempunyai potensial redoks yang lebih kecil, termasuk molekul air dan gugus hidroksil yang akan menghasilkan radikal hidroksil. Kebanyakan zat organik mempunyai potensial redoks yang lebih kecil dari potensial tersebut.

#### 4.5.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Serta Lama Penyinaran Terhadap Persen Degradasi Zat Warna *Methylene blue*

Penambahan senyawa anorganik berupa H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dalam proses fotodegradasi *Methylene blue* dapat menghambat dan meningkatkan persen degradasi. Untuk itu dilakukan variasi penambahan konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yaitu 0,5; 1,0; 1,5 dan 2,0 M, kemudian pada masing-masing konsentrasi diberi lama penyinaran yang

bervariasi yaitu 25: 50: 75 dan 100 menit. Hasil persen degradasi dari pengaruh variasi konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> serta lama penyinaran terhadap *Methylene blue*, akan dikurangi dengan persen degradasi *Methylene blue* yang hanya disinari dengan lampu UV agar diperoleh efektifitas degradasi. Hal tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Dari Tabel 4.5 di bawah ini dapat diketahui bahwa dari masing-masing konsentrasi memiliki persen degradasi yang maksimum pada lama penyinaran yang berbeda. Pada perlakuan tanpa pemberian H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> diperoleh efektifitas degradasi sebesar 10,55%. Hal ini menunjukkan bahwa adanya penambahan komposit 75 mg tanpa penambahan peroksida diperoleh efektifitas degradasi yang lebih baik dibandingkan dengan blangko (*Methylene blue* yang hanya disinari lampu UV selama 100 menit).

Tabel 4.5 pengaruh variasi konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan lama penyinaran terhadap degradasi *Methylene blue* dengan penambahan komposit TiO<sub>2</sub>/zeolite alam 75 mg.

Variasi Konsentrasi Penambahan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Menit ke-	Konsentrasi <i>Methylene blue</i> (ppm)		Persen Degradasi	Efektifitas Degradasi
		Awal	Akhir		
75 mg komposit tanpa H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	100	14,3105	2,8128	80,34%	10,55%
	20	14,3105	0,2485	98,26%	28,47%
75 mg komposit + 0,5 M	40	14,3105	0,0727	99,49%	29,70%
	60	14,3105	0,3553	97,52%	27,73%
	80	14,3105	0,3207	97,76%	27,97%
	100	14,3105	0,8515	94,04%	24,25%

75 mg komposit + 1,0 M	20	14,3105	0,1145	99,19%	29,40%
	40	14,3105	0,2460	98,29%	28,50%
	60	14,3105	0,3368	97,56%	27,77%
	80	14,3105	0,1598	98,88%	29,09%
	100	14,3105	0,0588	99,59%	29,80%
75 mg komposit + 1,5 M	20	14,3105	0,3708	97,41%	27,62%
	40	14,3105	0,2718	98,10%	28,31%
	60	14,3105	0,5941	95,84%	26,05%
	80	14,3105	0,2135	98,51%	28,72%
	100	14,3105	0,0093	99,94%	30,15%
75 mg komposit + 2 M	20	14,3105	0,0170	99,88%	30,09%
	40	14,3105	0,3012	97,89%	28,10%
	60	14,3105	0,3079	97,85%	28,06%
	80	14,3105	0,4162	97,09%	27,30%
	100	14,3105	0,0464	99,68%	29,89%

Sedangkan pada penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  1,5 M diperoleh efektifitas degradasi sebesar 30,15% pada lama penyinaran 100 menit. Hal tersebut mengindikasikan bahwa penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  berperan meningkatkan efektifitas degradasi terhadap *Methylene blue*. Meskipun demikian, pada penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang semakin banyak dapat menyebabkan peran  $\text{H}_2\text{O}_2$  menjadi penghambat degradasi *Methylene blue*.

Hal ini dikarenakan  $\text{H}_2\text{O}_2$  banyak teradsorpsi pada permukaan  $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$  dan bereaksi dengan  $h_{\nu b}^+$  menghasilkan  $\text{HO}_2^*$  sehingga menghalangi pembentukan  $^*\text{OH}$  pada permukaan komposit.  $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam larutan juga bereaksi dengan  $^*\text{OH}$  membentuk  $\text{HO}_2^*$  namun kereaktifannya rendah dibandingkan  $^*\text{OH}$ .  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan jumlah berlebih menyebabkan sebagian peroksida tidak teradsorpsi membentuk  $\text{HO}_2^*$  dan  $^*\text{OH}$ , sehingga dapat menghambat degradasi zat warna.  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan konsentrasi tinggi dapat menurunkan degradasi zat warna, berikut reaksinya (Palupi, 2006).



Tidak adanya penambahan komposit menyebabkan tidak terbentuknya OH radikal sedangkan tidak adanya penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> menyebabkan tidak terbentuknya HO<sub>2</sub> radikal dan OH radikal yang keduanya dapat mengoptimalkan proses fotodegradasi, karena OH radikal dan HO<sub>2</sub> radikal berperan dalam menguraikan senyawa *Methylene blue*.

Dalam proses fotodegradasi selain adanya komposit, adanya penambahan peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) dapat mempengaruhi persen degradasi. Pada hasil penelitian ini adanya konsentrasi peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) yang berlebih menyebabkan sebagian peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) tidak teradsorpsi dan dapat membentuk senyawa radikal yang dapat mempercepat degradasi pada *Methylene blue*.

#### **4.5.6 Pemanfaatan TiO<sub>2</sub>/Zeolit Alam Malang Sebagai Fotodegradasi Pewarna *Methylene blue***

Dalam usaha untuk mendegradasi zat pewarna *Methylene blue* menggunakan komposit berupa  $\text{TiO}_2$ /zeolit alam dan adanya penambahan ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), keduanya memiliki kemampuan yang berbeda dalam menguraikan *Methylene blue*. Hal ini dilhami dalam surat al Hijr ayat 21 sebagaimana berikut:

وَإِن مِّن شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِنُهُ وَمَا نُنزِّلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَّعْلُومٍ

“Dan tidak ada sesuatupun melainkan pada sisi Kami-lah khazanahnya; dan Kami tidak menurunkannya melainkan dengan ukuran yang tertentu”. Q.S. al Hijr: 21.

Shihab (2003) menafsirkan bahwa Allah SWT. yang memiliki segala sesuatu dan Dia-lah yang memiliki pebendaan sesuatu yang terdiri atas berbagai macam dan ragamnya. Maka jelaslah bahwa Allah SWT telah menentukan segala ciptaannya berdasarkan ukuran yang telah ditetapkan. Setiap ciptaan pasti memiliki perbedaan antara satu dengan yang lain. Hal tersebut apabila dihubungkan dengan hasil penelitian tentang manfaat penggunaan komposit yang ditambahkan  $\text{H}_2\text{O}_2$  bahwa keduanya memiliki ukuran kemampuan tersendiri dalam menguraikan zat pewarna *Methylene blue*. Penambahan komposit ( $\text{TiO}_2$ /zeolit alam) berbanding lurus dengan persen degradasi *Methylene blue*, sehingga dari jumlah penambahan komposit 12,5; 25; 50 dan 75 mg diperoleh persen degradasi terbesar pada penambahan 75 mg komposit. Akan tetapi berbeda untuk penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  semakin besar konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  tidak menyebabkan persen degradasinya semakin optimal. Karena  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan konsentrasi rendah dapat membantu mengoptimalkan persen degradasi dan pada konsentrasi rendah dapat membantu mengoptimalkan persen degradasi dan pada konsentrasi yang

lebih tinggi bisa menjadi penggalang untuk penguraian zat pewarna *Methylene blue*.

Begitu juga kita sebagai manusia kita memiliki ukuran tersendiri dalam mendekati diri kepada Allah SWT. Kita yang secara kebetulan memperoleh titipan harta yang terlebih dari Tuhan akan mendapatkan ujian yang berbeda dibandingkan dengan mereka yang miskin. Orang kaya dapat mendekati diri dengan kekayaannya, akan tetapi tidak hanya dengan kekayaan saja kita dapat mendekati diri kepada Allah SWT., bagi mereka yang miskin dapat mendekati diri dengan kesabaran dan selalu berikhtiar kepada Allah SWT. Allah SWT. memiliki ukuran tersendiri bagi hamba-Nya agar tetap mampu beribadah kepada-Nya. Tidak membeda-bedakan hamba-Nya berdasarkan harta, pangkat dan kekuasaan akan tetapi derajat ketaqwaan hamba-Nyalah yang menjadi ukuran Allah SWT. mencintai dan mengasihi hamba-Nya.

Batas ukuran yang telah ditetapkan oleh Allah SWT apabila tidak disyukuri oleh manusia, maka manusia tersebut, akan memperoleh kerugian di akhirat kelak. Oleh karena itu, manusia yang bertaqwa akan selalu menuju ridho-Nya dengan menjadikan berpikir dan zikrullah sebagai citra dirinya dalam menjalani kehidupan ini, meyakini Rab-nya hanya Allah SWT:

إِنَّ رَبَّكُمْ اللَّهُ الَّذِي خَلَقَ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ فِي سِتَّةِ أَيَّامٍ ثُمَّ اسْتَوَىٰ عَلَى الْعَرْشِ  
يُغْشِي اللَّيْلَ النَّهَارَ يَطْلُبُهُ حَثِيثًا وَالشَّمْسَ وَالْقَمَرَ وَالنُّجُومَ مُسَخَّرَاتٍ بِأَمْرِهِ ۗ أَلَا لَهُ  
الْخَلْقُ وَالْأَمْرُ ۗ تَبَارَكَ اللَّهُ رَبُّ الْعَالَمِينَ

*“Sesungguhnya Tuhan kamu ialah Allah yang telah menciptakan langit dan bumi dalam enam masa, lalu Dia bersemayam di atas 'Arsy. Dia menutupkan malam kepada siang yang mengikutinya dengan cepat, dan (diciptakan-Nya pula)*

*matahari, bulan dan bintang-bintang (masing-masing) tunduk kepada perintah-Nya. Ingatlah, menciptakan dan memerintah hanyalah hak Allah. Maha Suci Allah, Tuhan semesta alam.” Q.S. al A’raf: 54.*

Ar Riffa’i (1999) menjelaskan bahwa sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi yakni dalam hal ketinggian, keluasan langit, kerendahan, ketebalan bumi, serta tanda-tanda kekuasaan yang besar yang terdapat pada keduanya, baik bintang-bintang bergerak maupun yang diam, lautan, hutan, pepohonan, barang tambang, serta manfaat berbagai jenis makanan, warna, dan bau-bauan yang khusus, serta pergantian malam dan siang, semua itu merupakan ketetapan Allah SWT. Ayat al Qur’an tersebut di atas mengingatkan kepada setiap manusia berpikir untuk mengakui dan meyakini Rab adalah Allah SWT., pencipta alam semesta serta seluruh perilakunya hanyalah Allah SWT.

Dari uraian di atas semoga semangat kita untuk mendekati diri kepada Allah SWT., mampu kita lakukan dengan perihal penggalan akan manfaat dari segala ciptaan-Nya. Agar kita mampu menjadi hamba Allah SWT. (Abdullah) dan menjadi Khalifatullah, wakil Allah SWT. di muka bumi ini untuk menjaga dan merawat ciptaan-Nya.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Karakterisasi zeolit alam terdispersi  $\text{TiO}_2$  terbentuk puncak pada  $2\theta=25.2737$ ;  $37.6855$ ; dan  $48.0278^\circ$ . Dan  $\text{TiO}_2$  yang tersidpersi tidak terlalu dalam sehingga tidak merusak struktur zeolit dan  $\text{TiO}_2$ .
2. Berdasarkan hasil penambahan variasi jumlah komposit ( $\text{TiO}_2$ -zeolit) diperoleh persen efektifitas degradasi maksimum sebesar 28,21% pada penambahan komposit  $\text{TiO}_2$ -zeolit sebanyak 75 mg.
3. Berdasarkan hasil penambahan variasi konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  diperoleh persen efektifitas degradasi maksimum sebesar 30,15 % pada penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  1,5 M dengan lama penyinaran 100 menit.

## **5.2 Saran**

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan pengaruh logam pengemban lain pada zeolit yang digunakan sebagai fotokatalis untuk mengetahui persen degradasi yang lebih baik
2. Adanya penggunaan penambahan anion anorganik lain untuk mengetahui kemampuan pembentukan radikal OH yang akan mengurai senyawa organik seperti *methylene blue*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. W. 1990. *Physical Chemistry of Surfaces*, 5<sup>th</sup> Edition, Canada, John Wiley Sons.
- Afrozi, A. S. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbagai Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air*. Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan, Jakarta: Fakultas Teknik, jurusan Teknik Kimia, Universitas Indonesia.
- Aji, S.B dan Anjar. 2009. *The Role of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Additive in Building Ceramic*. Journal of the European Ceramic Society 26 (2006) 3783-3787.
- Alawiyah, T. 2012. *Pengembangan  $TiO_2$  Pada Abu Dasar Batubara (bottom Ash) dan Uji Aktifitasnya Sebagai Fotokatalis dalam Degradasi Zat warna Metilen Biru*. Thesis. FMIPA. UGM. Yogyakarta.
- Amelia, Hermawati, L., dan Ismayata, 2003. *Kegunaan Zeolit Termodifikasi Sebagai Penyerap Anion*. Laporan Penelitian. Semarang, Universitas Diponegoro.
- Ar-Rifa'I, M.N. 1999. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid. I*. Jakarta, Gema Insani.
- Augustina, R.L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemistry*. New York, Marcel Dekker Inc.
- Ayu, L.G., Widiharti, P.N.D., dan Farhatun, Y.N. 2011. *Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis  $Al_2O_3$* . J.Chem, 5 (1), ISSN 1907-9850, hlm.31-42.
- Baerlocher, Ch. 2001. *Atlas of Zeolit Framework of Types*. USA. Fifth revised edition.
- Banon, C. dan Suharto E. 2008. *Adsorpsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi dengan Larutan Amonium Nitrat*. Jurnal Gradien. Vol. 4 No. 2 Juli 2008: 354-360.
- Barrer, R.M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolit*. London Academic Press.
- Botianovi, A. 2012. *Modifikasi Zeolit Alam Malang dari Mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (Cetyltrimethyl Ammonium Bromide)*.

- Skripsi Tidak Diterbitkan. Malang: Jurusan Kimia FSaintek Universitas Islam Negeri Malik Ibrahim Malang.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolit Molecular Sieves, Structure, Chemistry and Use*. New York: Joh Willey and Sons.
- Carraway, E. R., Hoffman, A., M.R. 1994. *Environment Science Technology*. Chemical Reviews. 28: 778.
- Chen, D. W., dan Ray, A. K. 1999. *Photocatalytic Kinetics of Phenol and Its Derivatives over UV Irradiated TiO<sub>2</sub>*. App. Catal. B. Environ. 1999, 23(2-3):143.
- Christina, Mu'nisatun. Saptajaji R, Marjanto D. 2007. *Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 359 KeV/10 mA*. JFN1: 31-44.
- Corro, G., Pal, U., dan Tellez, N. 2013. *Biodiesel Production from Jatropha Curcas Crude Oil using Zn/SiO<sub>2</sub> Photocatalysts for Free Fatty Acid Esterification*. Applied Catalysts B: Environmental, Vol 129: 39-47.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. New York: Willey and Sons.
- Ewing, G. W. 1985. *Instrumental Methods of Chemical Analysis*. New York: McGraw Hill Book Company.
- Fatimah, I. 2006. *Pengaruh Metode Preparasi Terhadap Karakter Fisikokimawi Montmorillonit Termodifikasi ZrO<sub>2</sub>*. Akta Kimindo, Vol 1 No 2: 87-92.
- Fogler, H. S. 1999. *Elements of Chemical Reaction Engineering*. Michigan: Prentice-Hall PTR Inc, hal 581-685.
- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalisis pada Permukaan TiO<sub>2</sub>: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II. Jakarta, 14-15 Juni, 2001.
- Hegedus, L. L. 1987. *Catalysis design Progress and Perspectives*. New York: Jhon Wiley and Sons.
- Hamdaoui, O. dan Chiha, M. 2006. *Removal of Methylene blue from Aqueous Solution by Wheat Bran*. Acta Chim. 54: 407-418.
- Licciulli, H., Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. University Degli: Studio di Lecce.

- Madhu, G. m., Lourdu, A. R. M. A., Vasantha, Kumar Pai K., and Shreyas. 2007. *Photodegradation of Methylene blue Dye using UV/BaTiO<sub>3</sub>, UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/BaTiO<sub>3</sub> Oxidation Process*. Indian Journal of Chemical Technology, 14: 139-144.
- Marlupi, I. 2003. *Desinfeksi Escherichia Coli melalui Fotokatalisis Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Bubuk Fase Rutil*. Skripsi, Bogor: Institut Pertanian Bogor. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
- Maygasari, D. A., Satriadi, H., Widayat, dan Jestyssa, A. H. 2010. *Optimasi Proses Aktivasi Katalis Zeolit Alam dengan Uji Proses Dehidrasi Etanol*. Seminar Rekayasa Kimia dan Proses. ISSN: 1411-4216.
- Mortimer, M dan Taylor, P. 2002. *Chemical Kinetics and Mechanism*. Cambridge RSC.
- Nandiyanto, A. B. D. 2008. *Catatan Kecil Mengenai Pengolahan Limbah dengan Menggunakan Sinar Matahari*. <http://io.ppi-jepang.org>. 27 Februari 2014.
- Othmmer dan Kirk. 1995. *Encyclopedia of Chemical and Technology Edition 4*. New York: J. Wiley.
- Palupi, E. 2006. *Degradasi Methylene blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrolisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>*. Bandung: Jurusan Fisika FMIPA IPB.
- Qodri, A. A. 2011. *Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow PG dengan Fotokatalis Komposit TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>*. Surakarta: FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Rahmawati, S. R. 2008. *Teka-Teki Pilihan Pelajaran Kimia Nama-Nama Mineral Zeolit*. Thesis Tidak Diterbitkan. Bandung: Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.
- Rakhmatullah, D. K. A., Wiradani, G., dan Ariyanto, N. P. 2007. *Pembuatan Adsorben Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Memurnikan Bioetanol*. Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri. Bandung: ITB.
- Ratih, M., I. G. A. A. 2009. *Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis ZnO*. Skripsi, Universitas Udayana, Bukit Jimbaran.
- Rianto, L. B. 2012. *Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang dengan Penambahan Logam Titanium Menggunakan Metode Impregnasi*. Skripsi. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

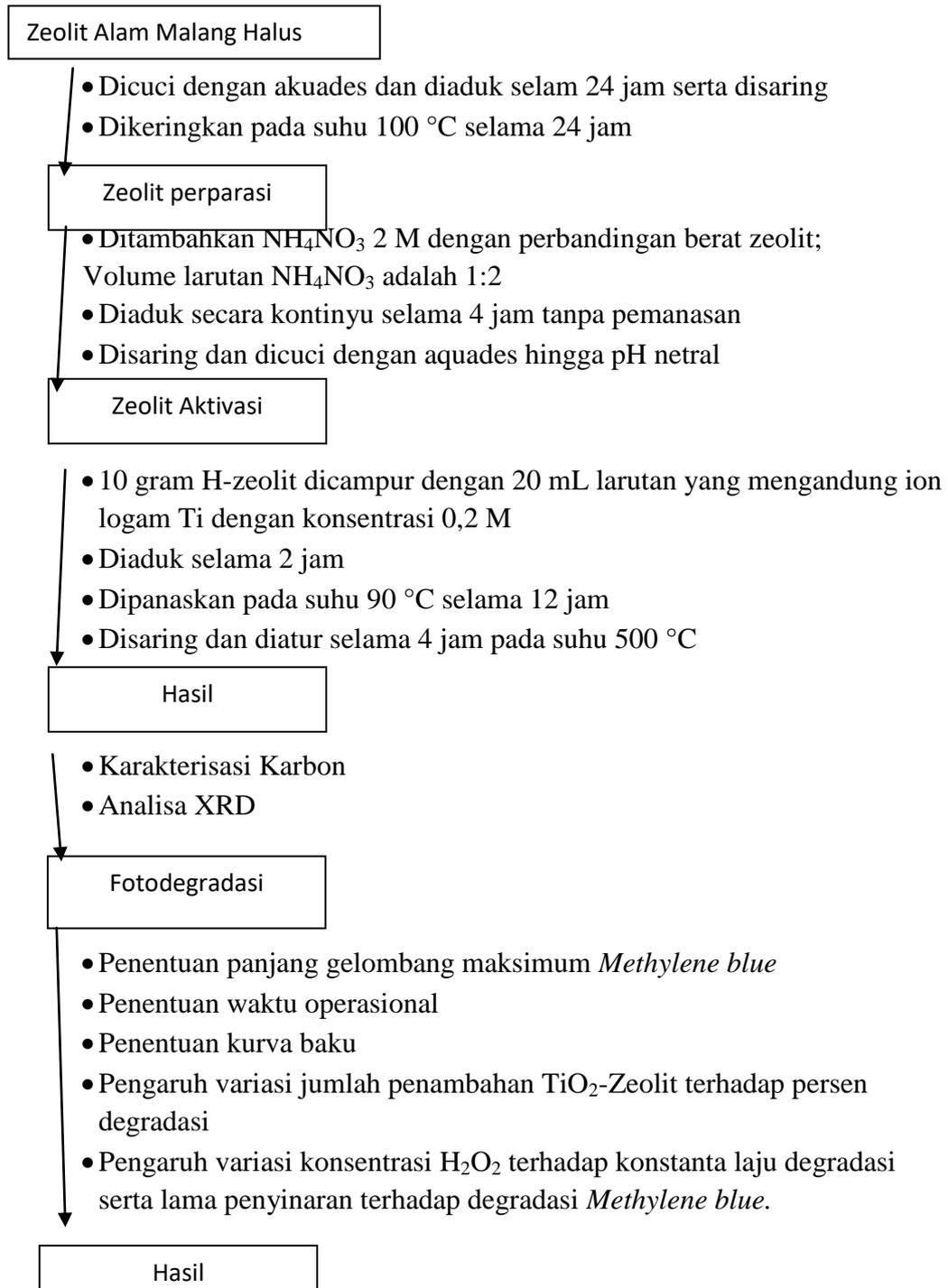
- Riyanto dan Julianto, T. S. 2009. *Degradasi Senyawa Metilen Biru dengan Metode Elektrolisis Menggunakan Elektroda Platinum*. Proyek Penelitian Hibah Bersaing DIKTI, Yogyakarta.
- Riyanto. 2010. *Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3)*. FMIPA UII, Yogyakarta.
- Rodiansono, Irawan. C., dan Mujiyanto, D. R. 2009. *Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni, Co dan Diembankan pada Zeolit-ZCF-50 Menggunakan Metode Matrik Polimer*. Jurnal Sains dan Terapan Kimia Vol 2 (1): 1-13.
- Sastrawidana, I. D., dkk. 2008. *Pengolahan Limbah Tekstil Sistem Kombinasi Anaerobik-Aerobik Menggunakan Biofilm Bakteri Konsorsium dari Lumpur Limbah Tekstil*. Echotrophic Vol 3.
- Satterfield, C. N. 1980. *Heterogenous Catalyst in Practice*. New York: Mc Graw Hill Book Company.
- Savitri, N. D dan Veronica. 2010. *Proses Produksi Dietil Eter dengan Dehidrasi Etanol pada Fase Cair*. Skripsi Tidak Diterbitkan. Semarang: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Setadi dan Pertiwi, A. 2007. *Preparasi dan Karakteristik Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa ABE menjadi Hidrokarbon*. Prosiding Kongres dan Simposium Nasional Kedua MKICS, ISSN: 0216-4183. Hal. 5-6.
- Soog, D. A., West, D. M. 1980. *Principles of Instrumental Analysis, 2<sup>nd</sup> Edition*. New York: Jhon Wiley-VCH.
- Slamet, E. M. dan Bismo, S. 2008. *Modifikasi Zeolit Alam Lampung dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub> melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Fenol*. Jurnal Teknologi, Edisi No 1.
- Slamet, E. M., Ermawati, E., Naimah, S. 2010. *Degradasi Fotokatalisis Limbah Fenol dengan Komposit TiO<sub>2</sub>-Kalsium Karbonat*. Jurnal Sains Materi Indonesia, Vol. 12 No. 1: 1-6.
- Slamet, Syukur R, Danmulyo, W. 2003. *Pengolahan Limbah Logam Berat kromium (VI) dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>*. Makara Teknol 7: 1.
- Smart. 1993. *Determination of Integrated Molar Extinction for Infrared Absorption of Pyridine Adsorbed on Solid Acid Catalusts*. Journal of Catalysts. Vol. 141. Hal. 347-354.

- Sugiarti dan Amiruddin, St. Z. 2008. *Pengaruh Jenis Aktivasi Terhadap Kapasitas Adsorpsi Zeolit pada Ion Kromium (VI)*. Jurnal Chemica, Vol 9. No. 2: 20-25.
- Suharto, T. E., Irfan, G., Sundaryono, A. 2007. *Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Bifungsional dari Zeolit Alam*. Jurnal Gradien, Vol. 3. No. 2: 267-272.
- Sumerta, I K., Wijaya, K., Tahir, I. 2002. *Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis  $TiO_2$ -Montmorillonit dan Sinar UV*. Makalah Seminar Nasional Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Sutarti, M., Rachmawati, M. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.
- Stylidi, M., Kondarides, D. I, dan Verykios, X. E. 2003. *Pathways of Solar Light-Induced, Photocatalytic Degradation of Azo Dyes in Aqueous  $TiO_2$  Suspension*. App. Catal. B. Environ, 40 (4). Hal. 271.
- Tjahjanto, R. T dan Gunlazuardi. 2001. *Preparasi Lapisan Tipis sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis*. Makara. Jurnal Penelitian Universitas Indonesia, Vol.5 No.2: 81-91.
- Trisunaryanti, W. 2009. *Zeolit Alam Indonesia sebagai Adsorben dan Katalis dalam Mengatasi Masalah Lingkungan dan Krisis Energi*. Pidato Pengukuhan Jabatan Guru dalam Ilmu Kimia. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono dan Sugiharto, E. 2006. *Preparasi dan Karakterisasi  $TiO_2$ -Zeolit serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik*. Jurnal Indo. J. Chem, Vol.6. No. 3: 231-237.
- Underwood. 2002. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga.
- Wanhong, M. A., Zhihong, L., dan Ruxiu, C. 1999. *Photochemical Spectrofluorometric Determination of 2,6-Dimethylphenol Based on Monitoring Its Photodegradation Intermediate with  $TiO_2$  as a Catalysts*. Analytical Sciences. Vol. 15. Hal. 963-967.
- Wardhani, S., Ramadhana, K., dan Purwanogroho. 2013. *Fotodegradasi Zat Warna Jingga Metil Menggunakan  $TiO_2$ -Zeolit dengan Penambahan Anion Organik  $NO_3^-$* . Kimia. Student Journal Vol. 1, pp. 98-104.
- Widihati, I. A. G., Putu, D., dan Yuliana, F. N. 2011. *Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Sinar UV dan Katalis  $Al_2O_3$* . Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA. UNUD. Bali.

Zhang, W., An T., Cui M., Sheng G., Fu J. 2005. *Effect of Anions on the Photocatalytic and Photoelectrocatalytic degradation of Reactive Dye in a Packed-bed Reactor*. J Chem Technol-Biotechnol. Vol. 80: 223-229.

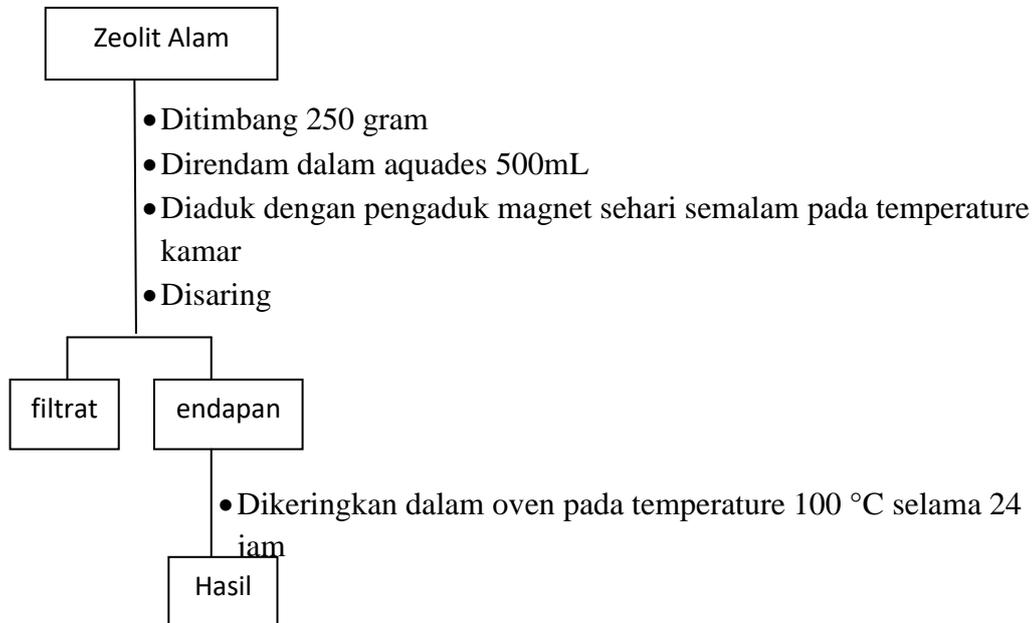
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir

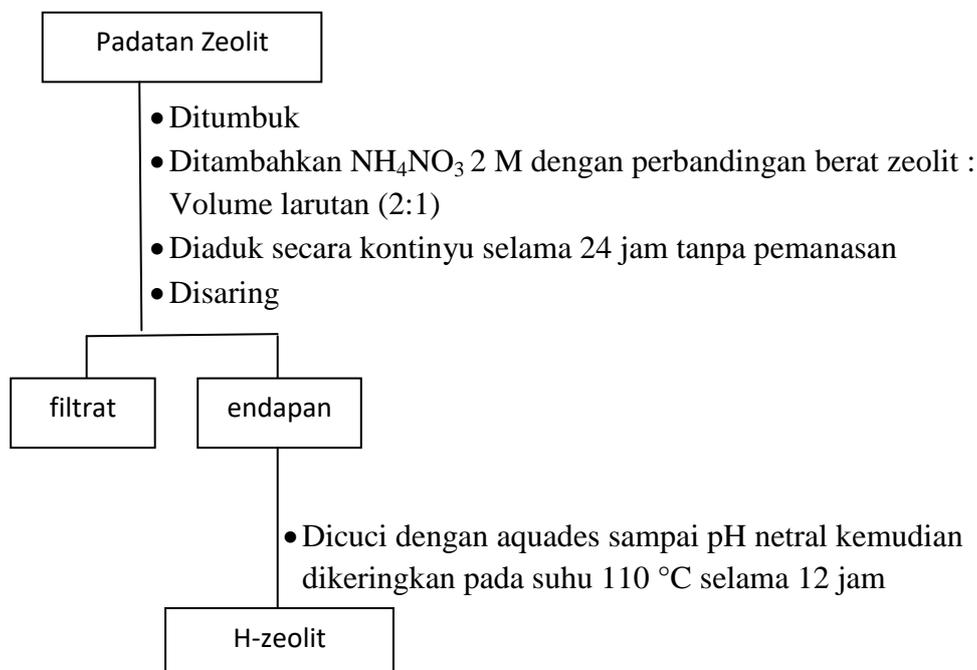


## Lampiran 2. Skema Kerja

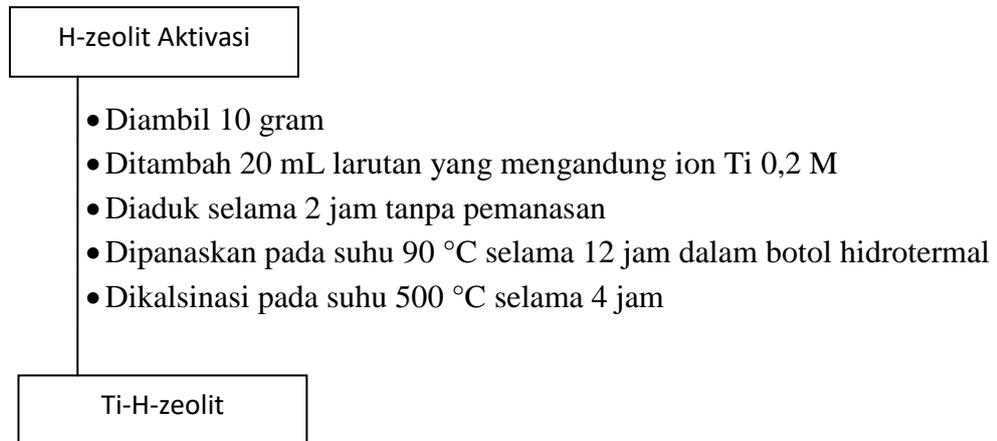
### 1. Preparasi sampel



### 2. Aktivasi zeolit

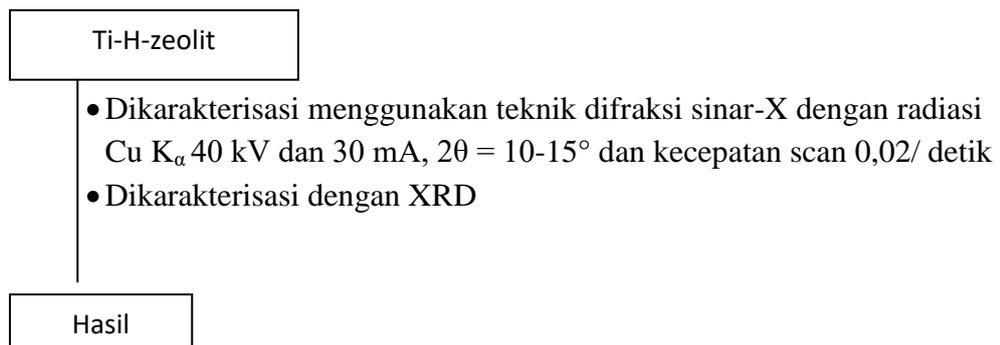


3. Modifikasi Ti-H-Zeolit Alam Malang dengan Metode Impregnasi

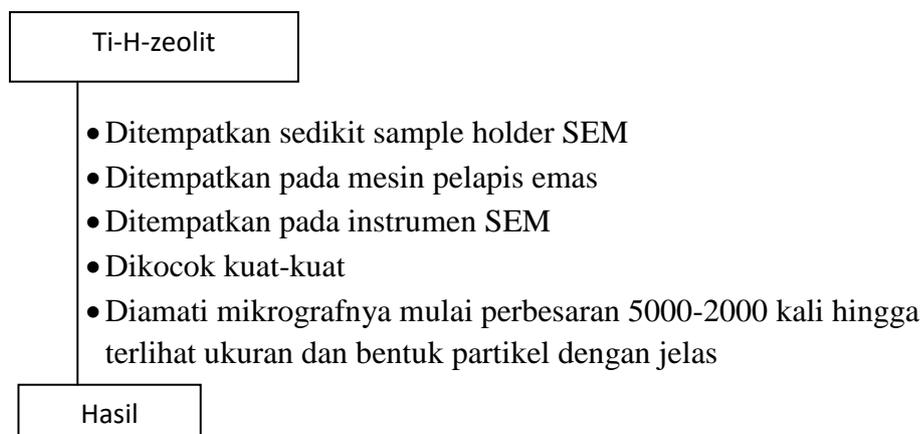


4. Karakterisasi Katalis Ti-H-Zeolit

a. Karakterisasi Katalis dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)



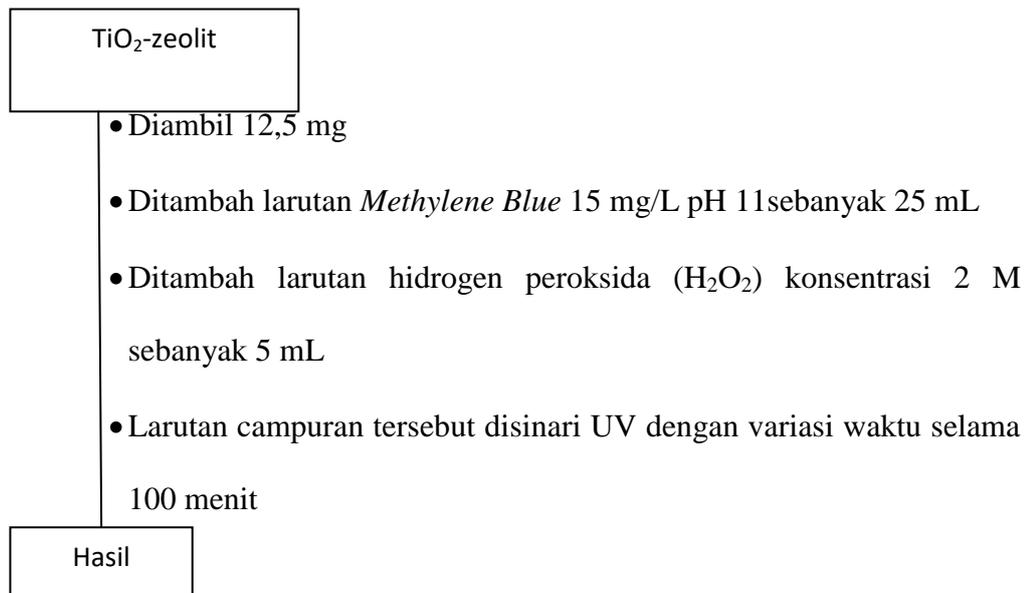
b. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM)



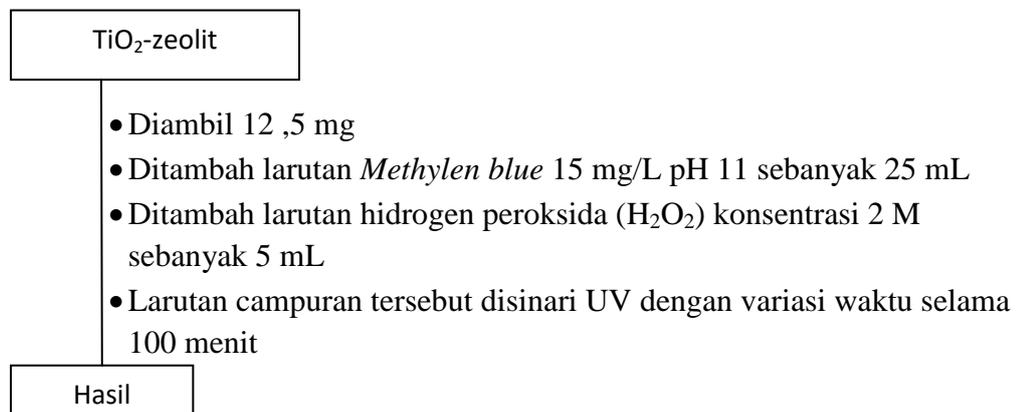
5. Proses fotokatalis

a. Variasi pengaruh penambahan jumlah fotokatalis ( $\text{TiO}_2$ -zeolit alam) terhadap persen degradasi.

- Fotokatalis 12,5 mg



- Fotokatalis 25 mg



- Fotokatalis 50 mg

TiO<sub>2</sub>-zeolit

- Diambil 50 mg
- Ditambah larutan *Methylene blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah larutan hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu selama 100 menit

Hasil

- Fotokatalis 75 mg

TiO<sub>2</sub>-zeolit

- Diambil 75 mg
- Ditambah larutan *Methylene blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah larutan hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu selama 100 menit

Hasil

- b. Pengaruh variasi konsentrasi hydrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) terhadap konstanta laju degradasi serta lama penyinaran terhadap degradasi *methylen blue*.

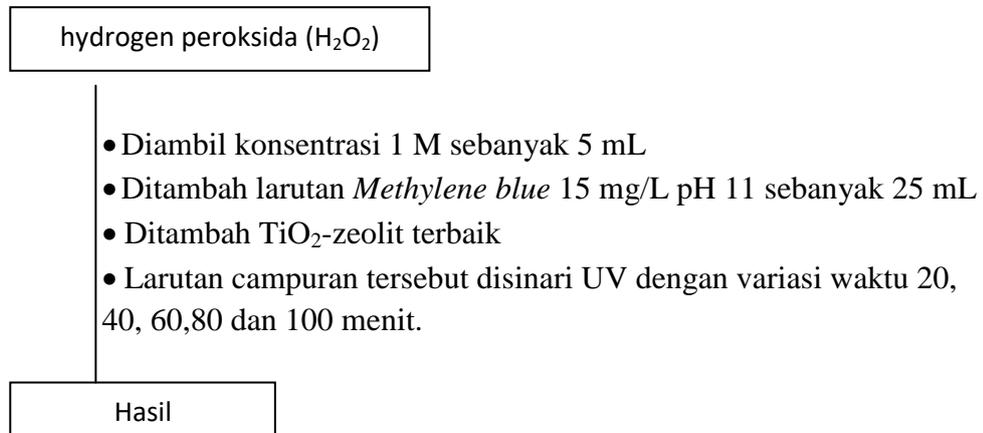
- Hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 0,5 M

hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

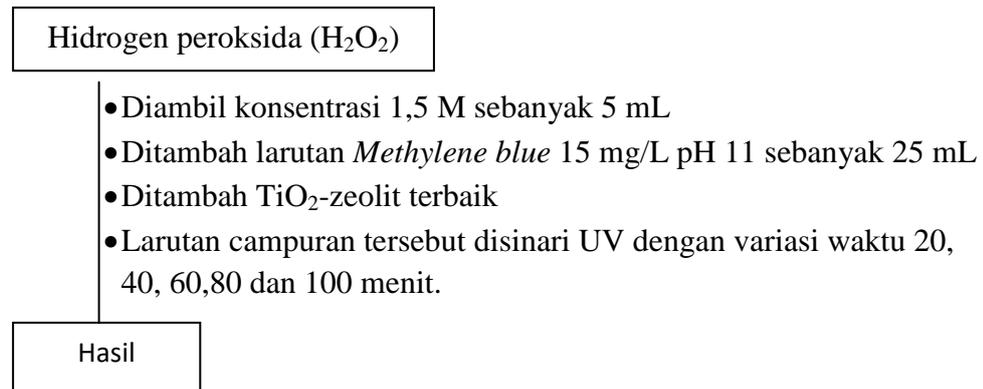
- Diambil konsentrasi 0,5 M sebanyak 5 mL
- Ditambah larutan *Methylene blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah TiO<sub>2</sub>-zeolit terbaik
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu 20, 40, 60,80 dan 100 menit.

Hasil

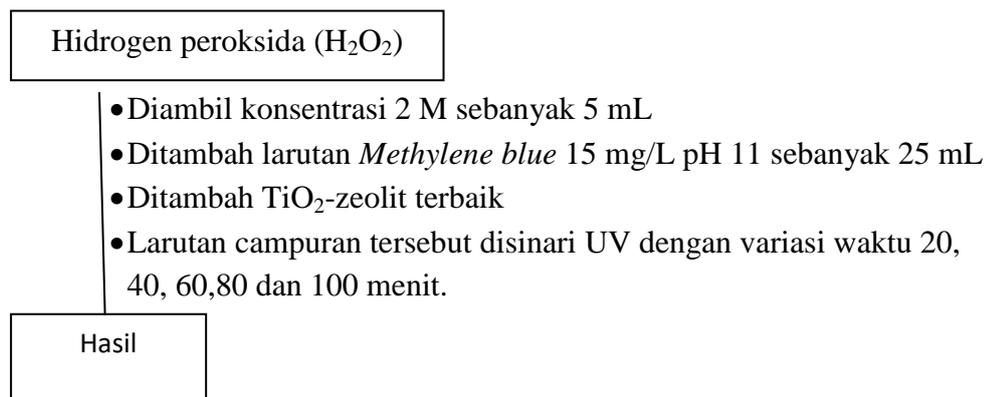
- Hidrogen peroksida ( $H_2O_2$ ) 1 M



- Hidrogen peroksida ( $H_2O_2$ ) 1,5 M



- Hidrogen peroksida ( $H_2O_2$ ) 2 M



### Lampiran 3 Pembuatan Larutan

1. Membuat larutan ammonium nitrat 2 M ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) 100 mL

$$M = \frac{n}{V}$$

$$2 \text{ M} = \frac{n}{100 \text{ mL}}$$

$$n = 2 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$n = 200 \text{ mmol} = 0,2 \text{ mol}$$

Keterangan :

M : Konsentrasi  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  yang akan dibuat

N : mol larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$

$$\text{Mol} = \frac{m}{M_r}$$

$$0,2 \text{ mol} = \frac{m}{80 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,2 \text{ mol} \times 80 \text{ gr/mol}$$

$$m = 16 \text{ gram}$$

V : volume  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  yang akan dibuat

M : berat  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  yang ditimbang

$M_r$  : berat jenis  $\text{NH}_4\text{NO}_3$

Amonium Nitrat ditimbang sebanyak 16 gram, dilarutkan dengan akuades sebanyak 20 mL dalam beaker glass hingga homogen. Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan akuades hingga tanda batas. Kemudian dilakukan pengocokan hingga homogen.

2. Pembuatan larutan Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) 0,2 M 20 mL

$$M = \frac{n}{V}$$

$$0,2 \text{ M} = \frac{n}{20 \text{ mL}}$$

$$n = 0,2 \text{ M} \times 20 \text{ mL}$$

$$n = 4 \text{ mmol} = 0,004 \text{ mol}$$

$$\text{Mol} = \frac{m}{M_r}$$

$$0,004 \text{ mol} = \frac{m}{80 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,004 \text{ mol} \times 80 \text{ gr/mol}$$

$$m = 0,32 \text{ gram}$$

Titanium Dioksida ditimbang sebanyak 0,32 gram, dilarutkan dengan akuades sebanyak 10 ml dalam beker gelas hingga homogen. Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 20 mL, ditambahkan akuades hingga tanda batas. Kemudian dilakukan pengocokan hingga homogen.

### 3.3 Pembuatan larutan *Methylene blue* (MB)

#### 3.3.1 Pembuatan larutan *Methylene blue* 100 ppm

Diketahui : [MB] yang diinginkan = 100 ppm

V R- B = 1 L

Ditanya : w *Methylene blue* yang dibutuhkan = ....?

Jawab:

$$\begin{aligned}W_{\text{MB}} &= [\text{MB}] \text{ yang diinginkan} \times V \text{ MB} \\ &= 100 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} = 100 \text{ mg}\end{aligned}$$

Cara pembuatannya :

Ditimbang padatan *Methylene blue* sebanyak 100 mg kemudian dilarutkan di dalam 500 mL akuades. Diaduk larutan hingga homogen. Dimasukkan ke dalam labu ukur 1 L kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu digoyang goyangkan.

#### 3.3.2 Pembuatan larutan *Methylene blue* 1 ppm

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

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

$$V_1 = \frac{100 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 1 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.3 Pembuatan larutan *Methylene blue* 2 ppm

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

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

$$V_1 = \frac{200 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 2 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 2 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.4 Pembuatan larutan *melethylene belu* 3 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 3 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{300 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 3 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 3 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.5 Pembuatan larutan *melethylene belu* 4 ppm

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

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

$$V_1 = \frac{400 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 4 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 4 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.6 Pembuatan larutan *melethylene belu* 5 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{500 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 5 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 5 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.7 Pembuatan larutan *melethylene belu* 6 ppm

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

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

$$V_1 = \frac{600 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 6 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 6 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.8 Pembuatan larutan *Melthylene blue* 7 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 7 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{700 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 7 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 7 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.9 Pembuatan larutan *methylene blue* 8 ppm

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

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

$$V_1 = \frac{800 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 8 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 8 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.3.10 Pembuatan larutan *methylene blue* 15 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 15 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1500 \text{ ppm mL}}{100 \text{ ppm}} = 15 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *Methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 15 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan.

### 3.4 Pembuatan Larutan Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

$$M \text{ (p.a)} = \frac{\% \times p \times 10}{Mr}$$

$$M = \frac{30 \times 1,11 \times 10}{34}$$

$$M = 9,8$$

#### 3.4.1 Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 0,5 M dalam 5 mL

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

$$9,8 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,255 \text{ mL}$$

#### 3.4.2 Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1,0 M dalam 5 mL

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

$$9,8 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,51 \text{ mL}$$

#### 3.4.3 Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1,5 M dalam 5 mL

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

$$9,8 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,7653 \text{ mL}$$

#### 3.4.4 Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2,0 M dalam 5 mL

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

$$9,8 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,0204 \text{ mL}$$

## Lampiran 4 Karakterisasi XRD

### a. Zeolit teraktivasi

**Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name H-ZA

File name E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Januari\Mohammad Yusuf\H-ZA\H-2A.rd

Comment Configuration=Reflection-Transmission Sp  
Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini

Measurement Date / Time 1/23/2014 4:27:00 PM

Raw Data Origin PHILIPS-binary (scan) (.RD)

Scan Axis Gonio

Start Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 5.0084

End Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 59.9864

Step Size [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 0.0170

Scan Step Time [s] 10.1500

Scan Type Continuous

Offset [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] 0.0000

Divergence Slit Type Fixed

Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ] 0.2500

Specimen Length [mm] 10.00

Receiving Slit Size [mm] 12.7500

Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ] -273.15

Anode Material Cu

K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ] 1.54060

K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ] 1.54443

K-Beta [ $\text{\AA}$ ] 1.39225

K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000

Generator Settings 30 mA, 40 kV

Diffractometer Type XPert MPD

Diffractometer Number 1

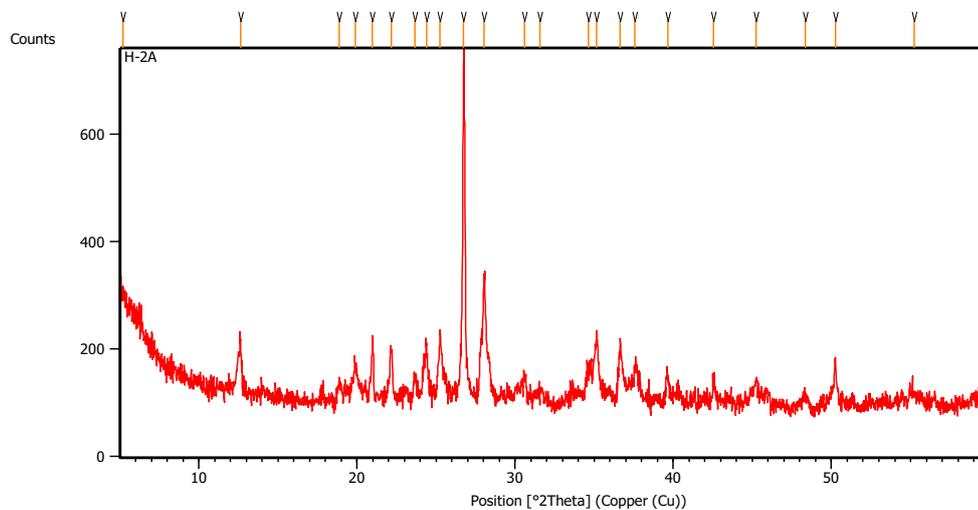
Goniometer Radius [mm] 200.00

Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00

Incident Beam Monochromator No

Spinning No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
5.1777	72.04	0.4015	17.06789	11.11
12.6449	82.28	0.1673	7.00063	12.68
18.8799	35.59	0.2007	4.70044	5.49
19.8948	67.76	0.2007	4.46290	10.44
20.9708	125.29	0.1171	4.23627	19.31
22.1681	99.95	0.1673	4.01010	15.41
23.6713	48.21	0.1673	3.75874	7.43
24.3882	107.48	0.1338	3.64986	16.57
25.2609	126.89	0.2007	3.52571	19.56
26.7406	648.71	0.1171	3.33387	100.00
28.0096	224.97	0.1171	3.18565	34.68
30.6056	49.25	0.1338	2.92110	7.59
31.5651	20.78	0.5353	2.83446	3.20

34.6332	58.78	0.2007	2.59007	9.06
35.1651	116.99	0.2676	2.55210	18.03
36.6451	118.00	0.1004	2.45235	18.19
37.5791	65.55	0.1673	2.39352	10.10
39.6321	43.45	0.1171	2.27414	6.70
42.5534	45.67	0.1004	2.12454	7.04
45.2391	44.74	0.2007	2.00446	6.90
48.3690	24.35	0.3346	1.88182	3.75
50.2414	90.19	0.1004	1.81599	13.90
55.2294	19.06	0.8029	1.66321	2.94

**b. Zeolit Termodifikasi TiO<sub>2</sub>**

This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets.

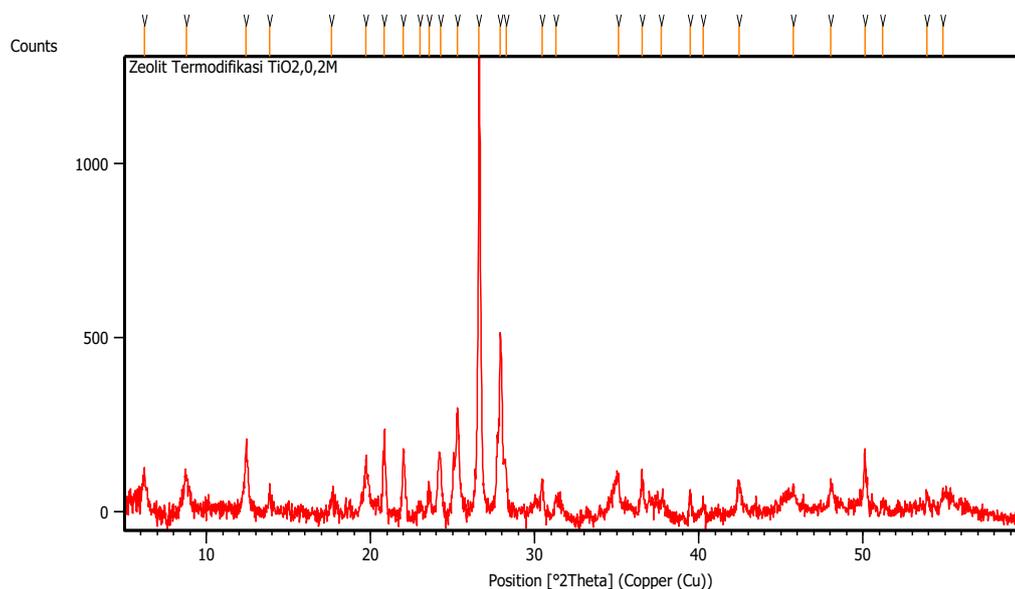
Modify it according to your own needs and standards.

**Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	Zeolit Termodifikasi TiO <sub>2</sub> ,0,2M
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Maret\Erwanto\Zeolit Termodifikasi TiO <sub>2</sub> ,0,2M\Zeolit Termodifikasi TiO <sub>2</sub> ,0,2M.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	3/21/2014 8:56:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0114

End Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	59.9894
Step Size [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0170
Scan Step Time [s]	15.2500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffraction Type	XPert MPD
Diffraction Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
6.2133	256.64	0.2676	14.22531	19.17
8.7729	136.71	0.3346	10.07984	10.21
12.4252	187.14	0.1673	7.12395	13.98
13.8396	59.06	0.1004	6.39886	4.41
17.6352	54.05	0.2676	5.02929	4.04
19.7179	155.46	0.1673	4.50253	11.61
20.8439	254.73	0.0669	4.26178	19.03
21.9987	208.88	0.0836	4.04059	15.60
23.0000	49.68	0.2007	3.86691	3.71
23.5552	108.22	0.1004	3.77701	8.08
24.2549	187.54	0.1840	3.66960	14.01
25.2737	307.10	0.1004	3.52395	22.94

26.6004	1338.69	0.1004	3.35113	100.00
27.8956	541.57	0.0669	3.19841	40.45
28.2443	157.30	0.1004	3.15971	11.75
30.4345	114.99	0.2007	2.93713	8.59
31.2876	65.05	0.3346	2.85896	4.86
35.0797	111.97	0.2342	2.55812	8.36
36.5571	110.75	0.1338	2.45806	8.27
37.6855	44.77	0.4015	2.38701	3.34
39.4606	59.71	0.1673	2.28363	4.46
40.2642	37.29	0.2007	2.23989	2.79
42.4643	90.71	0.1673	2.12879	6.78
45.7666	59.61	0.2007	1.98258	4.45
48.0278	76.99	0.1673	1.89439	5.75
50.1078	178.23	0.0669	1.82052	13.31
51.1799	22.49	0.2007	1.78488	1.68
53.8816	52.60	0.1004	1.70159	3.93
54.8581	43.21	0.2676	1.67359	3.23

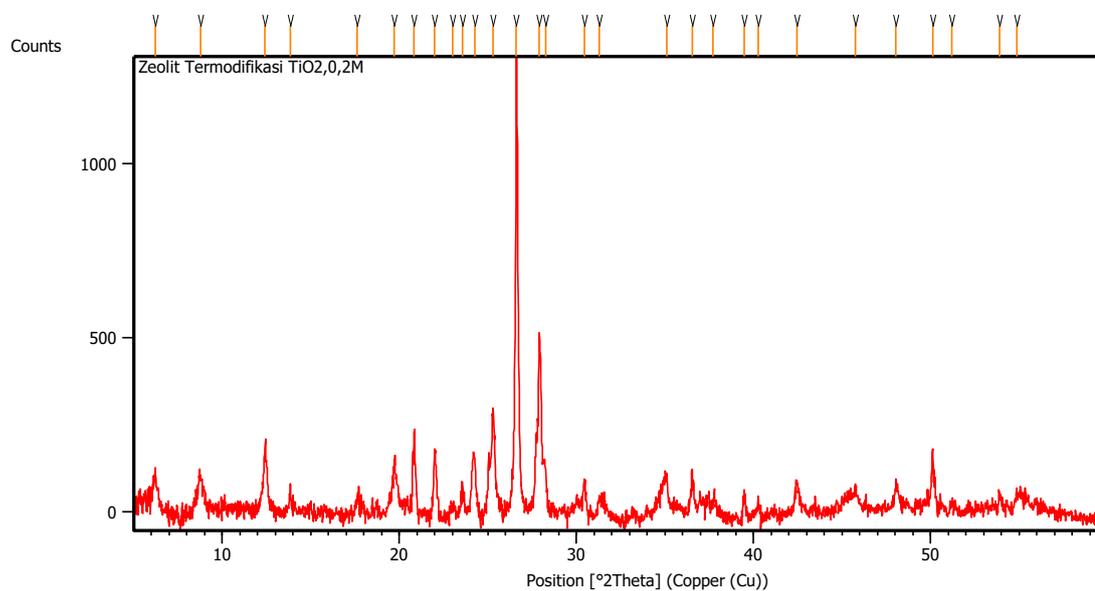
**c.** TiO<sub>2</sub>

**Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	Zeolit Termodifikasi TiO2
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Maret\Erwanto\Zeolit Termodifikasi TiO2,0,2M\Zeolit Termodifikasi TiO2, rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	3/21/2014 8:56:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)

Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0114
End Position [°2Th.]	59.9894
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	15.2500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffraction Type	XPert MPD
Diffraction Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
6.2133	256.64	0.2676	14.22531	19.17
8.7729	136.71	0.3346	10.07984	10.21
12.4252	187.14	0.1673	7.12395	13.98
13.8396	59.06	0.1004	6.39886	4.41
17.6352	54.05	0.2676	5.02929	4.04
19.7179	155.46	0.1673	4.50253	11.61
20.8439	254.73	0.0669	4.26178	19.03
21.9987	208.88	0.0836	4.04059	15.60
23.0000	49.68	0.2007	3.86691	3.71
23.5552	108.22	0.1004	3.77701	8.08
24.2549	187.54	0.1840	3.66960	14.01

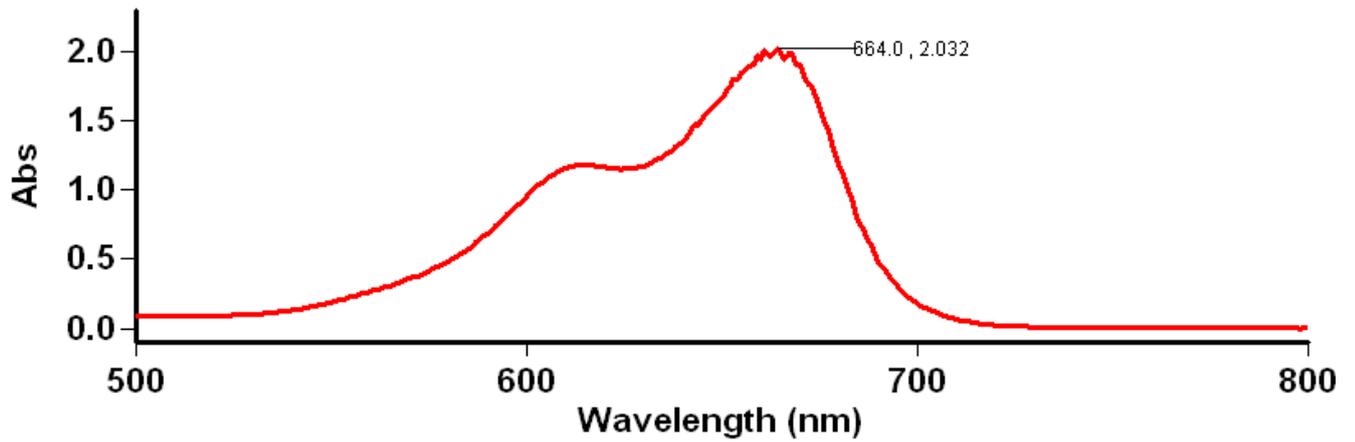
---

25.2737	307.10	0.1004	3.52395	22.94
26.6004	1338.69	0.1004	3.35113	100.00
27.8956	541.57	0.0669	3.19841	40.45
28.2443	157.30	0.1004	3.15971	11.75
30.4345	114.99	0.2007	2.93713	8.59
31.2876	65.05	0.3346	2.85896	4.86
35.0797	111.97	0.2342	2.55812	8.36
36.5571	110.75	0.1338	2.45806	8.27
37.6855	44.77	0.4015	2.38701	3.34
39.4606	59.71	0.1673	2.28363	4.46
40.2642	37.29	0.2007	2.23989	2.79
42.4643	90.71	0.1673	2.12879	6.78
45.7666	59.61	0.2007	1.98258	4.45
48.0278	76.99	0.1673	1.89439	5.75
50.1078	178.23	0.0669	1.82052	13.31
51.1799	22.49	0.2007	1.78488	1.68
53.8816	52.60	0.1004	1.70159	3.93
54.8581	43.21	0.2676	1.67359	3.23

---

# Lamdha Maksimum *Methylene blue*

Tanggal Analisa : 24 Februari 2015



## Scan Analysis Report

Report Time : Tue 24 Feb 09:35:25 AM 2015

Method:

Batch: D:\Muktadi Amri\Lamdha Maks *Methylene blue* (24-02-2015).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: *Methylene blue*

Collection Time 2/24/2015 9:36:10 AM

Peak Table

Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 499.9nm

Wavelength (nm)	Abs
668.1	1.991
664.0	2.032
660.9	2.020

659.1	1.976
643.0	1.485
613.0	1.188

## Data Absorbansi Sisa MB Dengan Variasi Peroksida & Lama Penyinaran

Tanggal Analisa : 24 Februari 2015

### Advanced Reads Report

Report time 2/24/2015 1:15:22 PM

Method

Batch name D:\Muktadi Amri\Absorbansi sisa MB dengan variasi peroksida dan lama penyinaran (24-02-2015).BAB

Application Advanced Reads 3.00 (339)

Operator Rika

### Instrument Settings

Instrument Cary 50

Instrument version no. 3.00

Wavelength (nm) 664.0

Ordinate Mode Abs

Ave Time (sec) 0.1000

Replicates 3

Sample averaging OFF

Comments:

### Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1277)	664.0

### Analysis

Collection time 2/24/2015 1:15:22 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
--------	---	------	----	------	----------

---

20 menit tanpa H2O2				0.1504
				0.1515
	0.1512	0.0007	0.45	0.1516
20 menit (0,5M H2O2)				0.0687
				0.0684
	0.0684	0.0003	0.42	0.0681
20 menit (1M H2O2)				0.0428
				0.0422
	0.0424	0.0003	0.77	0.0422
20 menit (1,5M H2O2)				0.0918
				0.0918
	0.0921	0.0006	0.61	0.0928
20 menit (2M H2O2)				0.0165
				0.0169
	0.0169	0.0003	1.84	0.0172
40 menit tanpa H2O2				0.1960
				0.1952
	0.1953	0.0006	0.32	0.1947
40 menit (0,5M H2O2)				0.0344
				0.0345
	0.0343	0.0002	0.45	0.0342
40 menit (1M H2O2)				0.0672
				0.0680
	0.0679	0.0006	0.95	0.0684
40 menit (1,5M H2O2)				0.0731
				0.0730
	0.0729	0.0002	0.27	0.0727
40 menit (2M H2O2)				0.0785
				0.0784
	0.0786	0.0002	0.22	0.0788

60 menit tanpa H2O2				0.1069
				0.1062
	0.1067	0.0005	0.46	0.1071
60 menit (0,5M H2O2)				0.0893
				0.0887
	0.0891	0.0003	0.39	0.0892
60 menit (1M H2O2)				0.0865
				0.0846
	0.0855	0.0010	1.13	0.0852
60 menit (1,5M H2O2)				0.1350
				0.1346
	0.1354	0.0010	0.72	0.1365
60 menit (2M H2O2)				0.0799
				0.0803
	0.0799	0.0004	0.45	0.0796
80 menit tanpa H2O2				0.1694
				0.1670
	0.1674	0.0018	1.09	0.1658
80 menit (0,5M H2O2)				0.0819
				0.0827
	0.0824	0.0004	0.53	0.0827
80 menit (1M H2O2)				0.0505
				0.0514
	0.0512	0.0007	1.28	0.0517
80 menit (1,5M H2O2)				0.0618
				0.0615
	0.0616	0.0002	0.33	0.0616
80 menit (2M H2O2)				0.1011
				0.1019
	0.1009	0.0010	0.97	0.0999
100 mnt tanpa H2O2				0.5647
				0.5632

	0.5656	0.0030	0.52	0.5689
100 mnt (0,5M H2O2)				0.1859
				0.1864
	0.1853	0.0015	0.79	0.1836
100 mnt (1M H2O2)				0.0087
				0.0087
	0.0088	0.0001	1.53	0.0089
100 mnt (1,5M H2O2)				0.0187
				0.0185
	0.0184	0.0003	1.41	0.0182
100 mnt (2M H2O2)				0.0109
				0.0111
	0.0112	0.0003	3.10	0.0116

### Results Flags Legend

R = Repeat reading