SKRIPSI

Oleh: AGIE PRATAMA SETIAWAN NIM. 17630088



PROGRAM STUDI KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2023

SKRIPSI

Oleh : AGIE PRATAMA SETIAWAN NIM. 17630088

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

PROGRAM STUDI KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2023

SKRIPSI

Oleh: AGIE PRATAMA SETIAWAN NIM. 17630088

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal 7 November 2023:

Pembimbing I

Pembimbing II

Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIP. 19900906 2023212 0 33

Susi Nurul Khalifah, M.Si NIP. 19851020 201903 2 012



SKRIPSI

Oleh: AGIE PRATAMA SETIAWAN NIM. 17630088

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 7 November 2023

M

Penguji Utama	: Diana Candra Dewi, M.Si	()
	NIP. 19770720 200312 2 001	ATTALLES
Ketua Penguji	: Nur Aini, M.Si	()
	NIP. 19840608 201903 2 009	()
Sekretaris Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc	()
	NIP. 19900906 2023212 0 33	in
Anggota Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si	()
	NIP. 19851020 201903 2 012	

Mengesahkan, Ketua/Program Studi Rachmawari Migsik, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010 iii

SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	:	Agie Pratan	na Setiav	wan			
NIM	:	17630088					
Fakultas/Jurusan	:	Sains dan T	eknolog	i/Kimia			
Judul Penelitian	:	Penentuan	Massa	Katalis,	Lama	Penyinaran	dan
		Konsentrasi	Zat Wa	rna Optin	num dal	am Fotodegra	ndasi
		Methyl Viol	et Meng	gunakan H	Fotokata	lis TiO ₂ /Zeol	it

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 untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 7 November 2023 Yang membuat Pernyataan,

TEMPEL KX796481100 Agie Pratama Setiawan

NIM. 17630088

HALAMAN PERSEMBAHAN

Ku Persembahkan Skripsi ini Untuk Yang Selalu Bertanya:

"Kapan Skripsinya Selesai?" "Kapan Wisuda?" "Kapan Lulus?" "Kok Ga Lulus-Lulus?"

Menyelesaikan studi dengan keterlambatan atau tidak sesuai jadwal bukanlah suatu kesalahan atau hal yang memalukan. Sangat tidak bijak jika menilai seseorang hanya berdasarkan seberapa cepat mereka menyelesaikan pendidikan. ΜΟΤΤΟ

"Kita Punya Keinginan,

Tapi Keadaan Punya Kenyataan."

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan atas kehadirat Allah Swt. karena berkat rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Penentuan Massa Katalis, Lama Penyinaran dan Konsentrasi Zat Warna Optimum dalam Fotodegradasi Methyl Violet Menggunakan Fotokatalis TiO₂/Zeolit". Selawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad saw., keluarga, sahabat, serta umat pengikutnya.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi suksesnya penyusunan seminar hasil ini. Oleh karena itu, penulis sampaikan ucapan terimakasih serta doa dan harapan kepada semua pihak yang telah membantu penulisan skripsi ini, pada kesempatan ini dengan segala kerendahan hati, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, M.A. selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Ibu Dr. Sri Harini, M.Si. selaku Dekan Fakutas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- 4. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan proposal penelitian
- Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si. selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan proposal penelitian
- 6. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc. selaku dosen wali yang selalu memberikan pengarahan dan bimbingannya selama kuliah
- Segenap dosen dan staf Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah meluangkan waktu

sekaligus memberikan dukungan sarana dan prasana dalam penyusunan proposal penelitian

- Kedua orang tua dan kakak yang selalu memberikan dukungan dan do'a kepada penulis
- Teman-teman Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi informasi dan memberi dukungan kepada penulis
- 10. Seluruh pihak yang telah memberikan bantuan, dukungan dan bimbingan yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna baik dari segi penyusunan, bahasa, maupun penulisannya. Oleh karena itu, penulis berharap kritik dan saran yang membangun agar dapat menjadi acuan untuk penulisan yang lebih baik lagi. Dengan penuh rasa syukur, semoga naskah skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis maupun pembaca. *Aamiin*.

Malang, 7 November 2023

Penulis

HALAMAN PERSETUJUAN
HALAMAN PENGESAHAN
HALAMAN ORISINILITAS iv HALAMAN PERSEMBAHAN v MOTTO vi KATA PENGANTAR vii DAFTAR ISI ix DAFTAR TABEL xii DAFTAR GAMBAR xiii DAFTAR GAMBAR xiii DAFTAR LAMPIRAN xiv ABSTRACT xvi BAB I PENDAHULUAN 1 1.1 Latar Belakang 1 1.2 Rumusan Masalah 4 1.3 Tujuan 5 1.4 Batasan Masalah 5 1.5 Manfaat Penelitian 5 0.1 Fotokatalisis 6 2.1 Fotokatalisis 6
HALAMAN PERSEMBAHAN
MOTTO
KATA PENGANTAR vii DAFTAR ISI ix DAFTAR TABEL xii DAFTAR GAMBAR xiii DAFTAR GAMBAR xiii DAFTAR GAMBAR xiii DAFTAR GAMBAR xiii DAFTAR CAMPIRAN xiv ABSTRAK xv ABSTRACT xvi BAB I PENDAHULUAN 1 1.1 Latar Belakang 1 1.2 Rumusan Masalah 4 1.3 Tujuan 5 1.4 Batasan Masalah 5 1.5 Manfaat Penelitian 5 BAB II TINJAUAN PUSTAKA 6 2.1 Fotokatalisis 6
DAFTAR ISIix DAFTAR TABEL
DAFTAR TABEL xii DAFTAR GAMBAR xiii DAFTAR GAMBAR xiv ABSTRAK xv ABSTRAK xv ABSTRACT xvi BAB I PENDAHULUAN 1 1.1 Latar Belakang 1 1.2 Rumusan Masalah 1 1.3 Tujuan 5 1.4 Batasan Masalah 5 1.5 Manfaat Penelitian 5 BAB II TINJAUAN PUSTAKA
DAFTAR GAMBAR
DAFTAR LAMPIRAN xiv ABSTRAK
ABSTRAK
ABSTRACT xvi xvii BAB I PENDAHULUAN
xvii xvii BAB I PENDAHULUAN
BAB I PENDAHULUAN11.1 Latar Belakang11.2 Rumusan Masalah41.3 Tujuan51.4 Batasan Masalah51.5 Manfaat Penelitian5BAB II TINJAUAN PUSTAKA62.1 Fotokatalisis6
1.1 Latar Belakang11.2 Rumusan Masalah
1.2 Rumusan Masalah .4 1.3 Tujuan .5 1.4 Batasan Masalah .5 1.5 Manfaat Penelitian .5 BAB II TINJAUAN PUSTAKA .6 2.1 Fotokatalisis .6
1.3 Tujuan
1.4 Batasan Masalah .5 1.5 Manfaat Penelitian .5 BAB II TINJAUAN PUSTAKA .6 2.1 Fotokatalisis .6
1.5 Manfaat Penelitian
BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Fotokatalisis
2.2 Material TiO ₂
2.2.1 Struktur Material TiO ₂
2.2.2 Material TiO ₂ sebagai Fotokatalis
2.3 Zeolit sebagai Bahan Pengemban Fotokatalis 12
2 3 1 Struktur Zeolit 12
2.3.1 Structur Zeolit. Sebagai Bahan Pengemban Fotokatalis TiO ₂ 14

DAFTAR ISI

2.4 Methyl Violet	17
2.5 Sintesis TiO ₂ /Zeolit dengan Metode Sonikasi	20
2.6 Karakterisasi Sintesis TiO2/Zeolit	22
2.6.1 Analisis Karakteristik dengan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)	22
2.6.2 Analisis Karakteristik dengan Teknik Fluoresensi Sinar-X (XRF)	24
2.6.3 Analisis Karakteristik dengan Teknik UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)	26
2.7 Manfaat TiO ₂ /Zeolit dalam Perspektif Islam	28
BAB III METODE PENELITIAN	31
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	31
3.2 Alat dan Bahan	31
3.2.1 Alat	31
3.2.2 Bahan	31
3.3 Rancangan Penelitian	31
3.4 Tahapan Penelitian	32
3.5 Prosedur Penelitian	33
3.5.1 Preparasi Zeolit	33
3.5.2 Aktivasi Zeolit Alam	33
3.5.3 Sintesis TiO ₂ /Zeolit Menggunakan Metode Sonikasi	33
3.5.4 Karakterisasi Menggunakan XRD	34
3.5.5 Karakterisasi Menggunakan XRF	34
3.5.6 Karakterisasi Menggunakan UV-Vis Diffuse Reflectance Spectrosco (UV-Vis DRS)	ру 35
3.5.7 Pembuatan Kurva Standar Zat Warna Methyl Violet	35
3.5.8 Uji Efektivitas Fotodegradasi Methyl Violet menggunakan TiO2-Zeo	olit
	36
3.5.9 Analisis Data Menggunakan XRD, XRF dan UV-Vis DRS	38
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	40
4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam	40
4.1.1 Preparasi Zeolit Alam	40
4.1.2 Aktivasi Zeolit Alam	40
4.2 Pengembanan TiO ₂ /Zeolit Menggunakan Metode Sonikasi	42
4.3 Karakterisasi Fotokatalis TiO ₂ /Zeolit	43
4.3.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)	43
4.3.2 Hasil Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis/DRS	45

4.3.3 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRF (X-Ray Fluoresence)	.48
4.4 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ /Zeolit pada Degradasi Methyl Violet	50
4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methyl Violet	50
4.4.2 Pembuatan Kurva Standar Methyl Violet	.50
4.4.3 Penentuan Lama Waktu Penyinaran	.51
4.4.4 Penentuan Massa Fotokatalis	54
4.4.5 Penentuan Konsentrasi Zat Warna (Methyl Violet)	57
4.4.6 Uji Efektivitas Fotodegradasi <i>Methyl Violet</i> pada Kondisi Optimum TiO ₂ /Zeolit, Zeolit, TiO ₂ dan Tanpa Katalis	59
4.5 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	.62
BAB V PENUTUP	64
5.1 Kesimpulan	64
5.2 Saran	.64
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN	74

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Sifat-sifat dari material TiO ₂	8
Tabel 2. 2 Persentase reduksi Cr(VI) menggunakan TiO ₂ /ZSM-5 dan ZSM 5	
dengan variasi lama penyinaran	16
Tabel 2. 3 Sifat-sifat methyl violet	18
Tabel 3. 1 Rancangan penelitian uji efektivitas fotodegradasi	32
Tabel 4. 1 Kandungan unsur dalam TiO2 anatas, TiO2/Zeolit, zeolit sebelum	
aktivasi, zeolit aktivasi	49
Tabel 4. 2 Signifikansi lama waktu penyinaran	53
Tabel 4. 3 Signifikansi massa katalis (mg)	56
Tabel 4. 4 Signifikansi konsentrasi zat warna	58
Tabel 4. 5 Signifikansi efektivitas fotodegradsi methyl violet pada kondisi	
optimum	61

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Mekanisme proses fotokatalitik pada material fotokatalis6
Gambar 2. 2 Struktur kristal TiO ₂ (a) anatase; (b) rutil; (c) brookit8
Gambar 2. 3 Ilustrasi mekanisme reaksi fotokatalitik TiO210
Gambar 2. 4 Hasil degradasi MB menggunakan NP TiO ₂ , (a) plot waktu vs
absorbansi dan (b) % degradasi senyawa MB oleh NP TiO211
Gambar 2. 5 Struktur mineral zeolit, (a) klinoptilolit dan (b) mordenit13
Gambar 2. 6 Mekanisme degradasi zat warna menggunakan TiO ₂ /Zeolit15
Gambar 2. 7 Persentase efisiensi fotodegradasi larutan warna indigo setelah
5 jam16
Gambar 2. 8 Hasil degradasi MB menggunakan TiO ₂ /zeolit (MZTC-n% (n% =
0; 0,05; 1; 2,5; 5))17
Gambar 2. 9 Mekanisme fotodegradasi methyl violet
Gambar 2. 10 Diagram hasil degradasi metilen violet dengan variasi katalis20
Gambar 2. 11 Skema representasi fenomena kavitasi akustik21
Gambar 2. 12 Ilustrasi prinsip dasar dari XRD23
Gambar 2. 13 Pola difraksi sinar-X dari zeolit/TiO224
Gambar 2. 14 Ilustrasi emisi sinar-X karakteristik
Gambar 2. 15 (a) Spektra DRS dan (b) Spektra Kubelka Munk Vs Energi HTOP
dan MZTC-2.5

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	74
Lampiran 2. Diagram Alir Penelitian	75
Lampiran 3. Perhitungan	
Lampiran 4. Dokumentasi	
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRF	
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD	90
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi UV-Vis/DRS	
Lampiran 8. Uji Aktivitas Fotodegradasi Methyl Violet	96
Lampiran 9. Hasil Uji Statistik	

ABSTRAK

Setiawan, A. P. 2023. Penentuan Variasi Massa Optimum Katalis, Lama Penyinaran dan Konsentrasi Zat Warna Optimum dalam Fotodegradasi Methyl Violet Menggunakan Fotokatalis TiO₂/Zeolit. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Pembimbing II: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci: *methyl violet*, TiO₂, zeolit alam, fotodegradasi

Methyl violet merupakan zat warna atau pewarna yang dapat mencemari lingkungan. Metode fotodegradasi diperlukan karena dapat menanggulangi limbah yang disebabkan oleh methyl violet. TiO2 merupakan fotokatalis yang dapat digunakan untuk mendegradasi methyl violet. Zeolit alam digunakan untuk meningkatkan kemampuan TiO2 untuk mendegradasi methyl violet. TiO2/Zeolit disintesis dengan menggunakan metode sonikasi. Hasil dari sintesis tersebut akan dikarakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Diffraction) untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal, XRF (X-Ray Fluorescence) untuk mengetahui gugus fungsi serapan, dan UV-Vis/DRS (Diffuse Reflectance Spectroscopy) untuk mengetahui energi celah pita dan daerah serapan sinar panjang gelombang. Sampel kemudian diuji aktivitas fotodegradasi dengan pengaruh lama penyinaran yang dibutuhkan untuk fotodegradasi zat warna, massa optimum katalis dan mengetahui konsentrasi optimum zat warna yang dibutuhkan untuk fotodegradasi zat warna. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa TiO₂ fasa anatas dengan ukuran kristal 41,43 nm, zeolit fasa moderenit dengan ukuran 40,86 nm dan TiO₂/Zeolit dengan ukuran 55,52 nm. Hasil XRF didapatkan beberapa pengotor pada zeolit telah berhasil dihilangkan dengan meningkatnya kandungan Si pada zeolit, pada hasil TiO₂/Zeolit telah berhasil disintesis dengan ditandai adanya kandungan Ti pada TiO₂/Zeolit sebesar 63,64 %. Hasil UV-Vis DRS menunjukkan bahwa zeolit dapat menurunkan band gap TiO₂ dari 3,31 eV menjadi 3,29 eV. Waktu optimum didapat pada proses fotodegradasi adalah 150 menit dengan persen fotodegradasi sebesar 98,27%. Massa optimum fotokatalis didapat pada proses fotodegradasi adalah 20 mg dengan persen degradasi sebesar 99,47%. Konsentrasi optimum zat warna didapat pada proses fotodegradasi adalah 10 ppm dengan persen degradasi sebesar 99,74%.

ABSTRACT

Setiawan, A. P. 2023. Determination of Optimum Catalyst Mass Variation, Exposure Time and Optimum Dye Concentration in Methyl Violet Photodegradation Using TiO₂/Zeolite Photocatalyst. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Advisor II: Susi Nurul Khalifah, M.Sc.

Keywords: Methyl violet, TiO₂, natural zeolite, photodegradation

Methyl violet is a dye or coloring agent that can contaminate the environment. Photodegradation methods are needed to address the waste caused by methyl violet. Ti O_2 is a photocatalyst that can be used to degrade methyl violet. Natural zeolite is used to enhance the ability of TiO₂ to degrade methyl violet. TiO₂/Zeolite is synthesized using sonication method. The synthesized samples will be characterized using XRD (X-Ray Diffraction) to determine crystal structure and crystal size, XRF (X-Ray Fluorescence) to determine functional groups, and UV-Vis/DRS (Diffuse Reflectance Spectroscopy) to determine band gap energy and absorbance in the long wavelength region. The samples will then be tested for photodegradation activity, including the effect of irradiation time required for dye degradation, optimum catalyst mass, and optimum dye concentration for dye degradation. The XRD characterization results show that TiO₂ has an anatase phase with a crystal size of 41.43 nm, zeolite has a modernite phase with a size of 40.86 nm, and TiO2/Zeolite has a size of 55.52 nm. The XRF results indicate that some impurities in zeolite have been successfully removed with the increase in Si content. In the TiO₂/Zeolite sample, the Ti content is 63.64%. The UV-Vis DRS results show that zeolite can decrease the band gap of TiO_2 from 3.31 eV to 3.29 eV. The optimum time for the photodegradation process is found to be 150 minutes with a degradation percentage of 98.27%. The optimum catalyst mass for the photodegradation process is 20 mg with a degradation percentage of 99.47%. The optimum dye concentration for the photodegradation process is 10 ppm with a degradation percentage of 99.74%.

مستخلص البحث

سيتياوان ، أ. ف. ٢٠٢٣. تحديد التغير الأمثل في كتلة المحفز ومدة التشعيع والتركيز الأمثل للصبغة في التحلل الضوئي لبنفسجي الميثيل باستخدام محفز ضوئي TiO₂ / الزيوليت. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: لؤلؤة الحميدة العليا، الماجستيرة. المشرف الثاني: سوسي نور الخليفة، الماجستيرة.

الكلمات الرئيسية: بنفسجي الميثيل، TiO₂، الزيوليت الطبيعي، التحلل الضوئي.

الميثيل بنفسجي هو صبغة يمكن أن تلوث البيئة. هناك حاجة إلى طريقة التحلل الضوئي، لأنما يمكن أن تتغلب على النفايات التي يسببها بنفسجي الميثيل. TiO2 هو محفز ضوئي يمكن استخدامه لتحلل بنفسجي الميثيل. يستخدم الزيوليت الطبيعي لزيادة قدرة TiO2 على تحلل الميثيل البنفسجي. تم تصنيع TiO2 / الزيوليت باستخدام طريقة الصوتنة. سيتم تمييز نتائج التوليف باستخدام XRD (حيود الأشعة السينية) لتحديد البنية البلورية وحجم البلورة، XRF (فلورية الأشعة السينية) لتحديد الجموعة الوظيفية للامتصاص، وXRD / Cvis / DRS (مطيافية الانعكاس المنتشر) لتحديد طاقة فجوة النطاق ومنطقة امتصاص أشعة الطول الطريفية للامتصاص، وXRD / NOV-Vis / مطيافية الانعكاس المنتشر) لتحديد طاقة فجوة النطاق ومنطقة امتصاص أشعة الطول ومعرفة تركيز الصبغة الأمثل اللازم للتحلل الضوئي مع تأثير طول التشعيع المطلوب للتحلل الضوئي للصبغة، والكتلة المثلى للمحفز ومعرفة تركيز الصبغة الأمثل اللازم للتحلل الضوئي مع تأثير طول التشعيع المطلوب للتحلل الضوئي للصبغة، والكتلة المثلى للمحفز ومعرفة تركيز الصبغة الأمثل اللازم للتحلل الضوئي مع تأثير طول التشعيع المطلوب للتحلل الضوئي للصبغة، والكتلة المثلى للمحفز ومعرفة تركيز الصبغة الأمثل اللازم للتحلل الضوئي مع تأثير طول التشعيع المطلوب للتحلل الطوئي للصبغة، والكتاة المثلى للمحفز ومعرفة تركيز الصبغة الأمثل اللازم للتحلل الضوئي مع تأثير طول التشعيع المطلوب للتحلل الضوئي للصبغة، والكتلة المثلى للمحفز ومعرفة تركيز الصبغة الأمثل اللازم للتحلل الضوئي مع تأثير طول التشعيع المطلوب للتحل الضوئي للصبغة، والكتلة المثلى ومعرفة تركيز الصبغة الأمثل اللازم للتحلل الضوئي مع تأثير طول التشعيع المطلوب للتحل الضوئي العياء 2017 الزيوليت بلوري الإولي تنومتر، الزيوليت في الطور الحدث بحجم ٦٨,٠٤ بناومتر و TiO2 / الزيوليت بنسبة ٢٩,٦٦. الزيوليت تم تصنيعها بنجاح مع محتوى TiO2 في الزيوليت بنسبة ٢٩,٦٦. الزيوليت تم تصنيعها بنجاح مع عموى TiO2 في ترافع من ٣٦,٦٩ مل وليق زيادة محتوى الفرئ الذي تم الصول عليه في الزيولييت تم تصنيعها بنجاح مع عموى TiO2 من ٣٦,٦٦ / الزيوليت بنسبة ٢٦,٦٤. ألم أن الزيوليت يمكن أن يقلل من فجوة نطاق TiO2 من ٣٦,٦٩ (الرمي الومن الومن المعن المنون الفوئي الفول عليه في عملية التحلل الضوئي هو ١٥٠ جيم مع نسبة تدهور ٩٩,٤٩ (المري للصبغة التي تم الحمول عليها في معلية

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri tekstil di Indonesia telah berkembang dengan pesat. Selain memberikan manfaat, industri tekstil memberikan dampak negatif bagi lingkungan akibat penggunaan zat warna sintetis, salah satunya yaitu *methyl violet*. Apabila limbah tersebut dibuang keperairan akan menyebabkan rusaknya ekologi lingkungan dan ancaman bagi kesehatan manusia, karena sebagian besar zat warna bersifat sukar terurai (*non-bidegradable*) dan karsinogenik (Brono, 2010). Limbah *methyl violet* ini dapat menjadi polutan yang berbahaya karena struktur senyawa sintetiknya besar dan stabil, sehingga tidak mudah untuk terdegradasi dan diperlukan upaya lebih untuk mengurangi pengaruh sampah (Ikhsan, 2014).

Pengolaan lingkungan merupakan salah satu tugas manusia dalam kehidupannya di muka bumi. Manusia diciptakan dengan kelengkapan berupa akal pikiran, hati, dan perasaan serta kelengkapan fisik biologis untuk dapat menjalankan tugasnya sebagai khalifah sebagaimana yang telah disebutkan di dalam surat al-Baqarah ayat 30 yang berbunyi sebagai berikut:

وَاِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلْبِكَةِ اِنِّيْ جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ حَلِيْفَةً «قَالُوْ اَبَحْعَلُ فِيْهَا مَنْ يُّفْسِدُ فِيْهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَآةُ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ «قَالَ اِنِیْ آعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُوْنَ

Artinya: "Dan (ingatlah) ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat, "Aku hendak menjadikan khalifah di bumi." Mereka berkata, "Apakah Engkau hendak menjadikan orang yang merusak dan menumpahkan darah di sana, sedangkan kami bertasbih memuji-Mu dan menyucikan nama-Mu?" Dia berfirman, "Sungguh, Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui." Sebagai *khalifah*, manusia harus menjadi wakil Allah di dalam memelihara bumi dan isinya dan menebarkan rahmat di alam semesta. Selain itu, manusia juga harus memelihara kehidupan diri (*hifdzun nafs*) untuk menjaga keberlangsungan kehidupan di alam sebagai bentuk pengabdiannya kepada Allah SWT. Untuk memenuhi dan mempertahankan segala kebutuhan hidupnya, manusia diperkenankan untuk memanfaatkan segala sumber daya alam sesuai dengan kebutuhannya (tidak melebihi batas) dengan penuh tanggung jawab, karena Islam melarang pemanfaatan sumberdaya alam secara berlebihan (*isyraf*) (Nurhayati, 2018).

Beberapa metode yang telah digunakan untuk mendegradasi limbah ini, seperti fotokatalisis (Kustiningsih, dkk., 2016), adsorpsi, oksidasi fenton, koagulasi, ozonasi (Sumarlan, 2015), sonikasi, dan elektrooksidasi. Namun terdapat beberapa metode yang dirasa kurang efektif dan efisien dalam mendegradasi limbah. Salah satu metode yang efektif untuk mendegradasi limbah ini adalah dengan fotokatalisis (Kustiningsih, dkk., 2020). Keunggulan fotokatalisis dibandingkan metode lainnya adalah oksidator kuat, sifat inert secara biologis dan kimiawi, stabilitas terhadap cahaya (*photostable*), terjangkau dan mudah ditemukan, serta tidak larut dalam reaksi (Litter, 1999).

Salah satu cara yang sedang banyak digunakan untuk mendegradasi berbagai limbah industri adalah proses fotodegradasi. Fotodegradasi adalah suatu proses degradasi suatu material dengan bantuan energi foton yang berasal dari sinar *ultra violet* (UV). Fakta ini penting mengingat sinar matahari yang masuk ke permukaan bumi sebagian terdiri dari sinar *ultra violet* (UV) sehingga terjadi reaksi fotokimia (Budiman dkk., 2014). Metode fotodegradasi dapat dilakukan dengan menggunakan katalis berupa semikonduktor. Katalis semikonduktor yang sering digunakan adalah TiO₂, ZnO, CdS dan Fe₂O₃. Katalis TiO₂ banyak digunakan karena TiO₂ adalah katalis semikonduktor yang paling efektif karena mempunyai energi gap sebesar (3,2 eV) yang cocok digunakan untuk fotokatalis, tidak beracun, harganya terjangkau dan melimpah di alam (Joshi dan Shirivastva, 2010).

Fotokatalisis TiO₂ kurang maksimal jika digunakan dalam keadaan murni karena mempunyai luas permukaan yang relatif rendah. Oleh karena itu, maka TiO₂ perlu diembankan pada suatu adsorben. Adsorben yang biasa digunakan adalah zeolit, karena zeolit mempunyai struktur 3 dimensi dengan pori yang besar sehingga dapat mengadsorbsi senyawa lain yang berukuran lebih kecil. Selain itu zeolit melimpah di alam dengan harga yang terjangkau (Andari, 2019). Material TiO₂ teremban pada zeolit alam (selanjutnya disebut TiO₂/Zeolit) memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) serta sebagai fotokatalis (Fatimah dan Wijaya, 2005).

Metode sintesis fotokatalis TiO₂ telah banyak dikembangkan dengan tujuan untuk mendapatkan metode sintesis yang efisien dan efektif, seperti metode sol-gel, kopresipitasi, *spray drying*, reaksi padatan, hidrotermal, elektrokimia dan sonikasi (Suslick dan Price 1999). Salah satu metode yang dapat dilakukan adalah metode sonikasi, karena metode sonikasi adalah salah satu metode sederhana dan menghasilkan ukuran partikel yang sangat kecil (Suslick dkk., 1987). Kelebihan metode sonikasi yaitu: (a) waktu yang diperlukan relatif cepat, (b) alat yang relatif sederhana, (c) suhu yang digunakan rendah, dan (d) menghasilkan partikel dengan ukuran yang seragam (Inggarwati, 2020). Beberapa penelitian terdahulu tentang degradasi zat warna sering menggunakan TiO₂/Zeolit seperti yang telah dilakukan Safni, dkk,. (2008) mendapatkan hasil degradasi *methyl violet* adalah 94,5% dan massa optimal diperoleh pada komposisi 4 gram TiO₂. Pada penelitian Dony dkk,. (2013) menunjukkan bahwa waktu penyinaran mempengaruhi % degradasi zat warna metilen biru. Semakin lama waktu penyinaran maka % degradasi semakin tinggi. Kenaikan signifikan terjadi pada 10 menit pertama, namun setelah menit ke 20, % degradasi cenderung stabil. Penelitian Rianto dkk. (2012) juga menunjukkan bahwa adsorbsi metilen biru dipengaruhi oleh waktu penyinaran. Waktu penyinaran optimum yang didapatkan pada penelitian tersebut adalah 40 menit. Aktivitas fotokatalis TiO₂/Zeolit dapat ditingkatkan dengan pengaturan konsentrasi metilen biru, serta lama penyinaran. Semakin besar konsentrasi metilen biru yang didapatkan pada konsentrasi 10 mg/L. Semakin lama penyinaran hingga 50 menit, didapatkan % degradasi metilen biru tertinggi sebesar 75,93% (Andari, 2019).

Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis fotokatalis TiO₂/Zeolit menggunakan metode sonikasi untuk mengetahui efektivitas optimum TiO₂/Zeolit dalam mendegradasi *methyl violet*.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang dapat diambil dari penelitian ini yaitu, berapa lama waktu penyinaran, massa katalis dan konsentrasi *methyl violet* optimum dalam fotodegradasi zat warna *methyl violet* menggunakan fotokatalis TiO₂/zeolit?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini yaitu mengetahui lama waktu penyinaran, massa katalis dan konsentrasi *methyl violet* optimum dalam fotodegradasi zat warna *methyl violet* menggunakan fotokatalis TiO₂/zeolit.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

- Zeolit yang digunakan sebagai katalis berasal dari daerah Bandung, Jawa Barat.
- 2. Sumber sinar uji fotodegradasi berasal dari sinar UV

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu memberikan informasi-informasi tentang massa katalis, lama waktu penyinaran dan konsentrasi zat warna optimum pada proses fotodegradasi *methyl violet*, serta hasil uji XRD (*X-Ray Diffraction*), XRF dan UV-Vis DRS fotokatalis TiO₂/Zeolit yang di sintesis dengan metode sonikasi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotokatalisis

Secara umum, fotokatalisis dapat didefinisikan sebagai perubahan laju reaksi kimia di bawah aksi cahaya dengan adanya zat fotokatalis yang menyerap kuanta cahaya dan terlibat dalam transformasi kimia reaktan (Hagen, 2006). Beberapa material fotokatalis yang banyak dilaporkan di antaranya TiO₂ (Nakata dan Fujishima, 2012), g-C₃N₄ (Masih, dkk., 2017), ZnO (Kumar, dkk., 2017), WO₃ (Aslam, dkk., 2014) dan fotokatalis berbasis Bi (BiOCl, BiOBr, Bi₂O₃, dan lainnya) (He, dkk., 2014). Adapun mekanisme proses fotokatalitik ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Mekanisme proses fotokatalitik pada material fotokatalis (Tan, V. T., 2020)

Proses fotokatalitik terjadi ketika foton dengan energi yang cukup (sama dengan atau lebih dari energi celah pita semikonduktor) diserap oleh semikonduktor, elektron dari pita valensi (VB) akan tereksitasi ke pita konduksi (CB), yang menghasilkan lubang (*hole*) di VB. Proses generasi elektron-*hole* (e⁻

 $/h^+$) ini dikenal sebagi fotoeksitasi. e^- terfotoeksitasi akan terlibat dalam reaksi reduksi oksigen, sedangkan h^+ akan terlibat dalam reaksi oksidasi molekul air yang teradsropsi pada permukaan fotokatalis (Nosaka dan Nosaka, 2017). Teknologi fotokatalitik ini memiliki banyak keuntungan dibandingkan dengan metode lainnya, di antaranya (Nakata dan Fujishima, 2012; Konstantinou dan Albanis, 2004; Fujishima, dkk., 2000; Rajeshwar, dkk., 2008; dan Rehman, dkk., 2009):

- (a) Fotokatalis menawarkan pengganti energi yang baik dibandingkan metode lainnya yang membutuhkan perawatan konvensional yang intensif (seperti adsorpsi dengan karbon aktif, ultrafiltrasi, osmosis reversible, koagulasi, dan pertukaran ion pada resin adsorben) dengan kapasitas untuk menggunakan energi matahari yang bebas polusi,
- (b) Pembentukan produk yang tidak berbahaya, tidak seperti metode konvensional lainnya yang mengubah senyawa polutan dari satu fase ke fase lainnya,
- (c) Proses fotokatalitik dapat digunakan dalam degradasi berbagai senyawa dalam limbah cair yang berbeda-beda,
- (d) Kondisi reaksi yang sederhana dan membutuhkan lebih sedikit bahan kimia, dan
- (e) Minimnya pembentukan limbah sekunder.

2.2 Material TiO₂

2.2.1 Struktur Material TiO₂

Titanium dioksida (TiO₂) adalah bahan semikonduktor oksida logam tipe-*n* dan memiliki beberapa struktur di antaranya: rutil, anatas, brookit, srilankit (juga disebut TiO₂-II) (Ali, dkk., 2018; Tjahjanto & Gunlazuardi, 2001). Adapun sifat struktural, optik, dan listrik dari TiO₂ dilaporkan pada Tabel 2.1.

Sifat-sifat	Anatase	Rutil	Brookit	Ref
Struktur dan grup ruang	Tetragonal I4 ₁ /amd	Tetragonal P4 ₂ /mmm	Ortorombik Pbca	(Bourikas, dkk., 2014; Carp, dkk., 2004)
Unit per sel (Z)	4	2	8	(Hanaor dan Sorrell, 2010)
Ukuran kristal	<11	>35	11-35	(Zhang dan Banfield, 2000)
Parameter kisi (nm)	a = b = 0,3785 c = 0,9514	a = b = 0,4594 c = 0,2959	a = c = 0,5436 b = 0,9166	(Carp, dkk., 2004; Oi, dkk., 2016)
Energi celah pita (eV)	3,26	3,05	NA	(Carp, dkk., 2004)

Tabel 2. 1 Sifat-sifat dari material TiO₂

Fase TiO₂ merupakan parameter penentu paling esensial untuk sifat-sifat bahan. Fase awal kristal TiO₂ umumnya adalah anatas, kemudian terjadi tranformasi fase menjadi rutil pada suhu kalsinasi 600°C yang bersifat konstruktif dan reversible (Guo, dkk., 2007; Chen, dkk., 2003). Transformasi brookit menjadi rutil terjadi pada suhu kalsinasi sektiar 800°C (Oi, dkk., 2016). Transformasi fase ini cukup menarik karena juga akan memengaruhi terhadap sifat dan kinerja dari katalis TiO₂. Adapun struktur kristal TiO₂ disajikan pada Gambar 2.2.



Gambar 2. 2 Struktur kristal TiO₂ (a) anatase; (b) rutil; (c) brookit (Bourikas, dkk., 2014; Carp, dkk., 2004)

2.2.2 Material TiO₂ sebagai Fotokatalis

Material TiO₂ telah diteliti secara ekstensif dan cukup menjanjikan untuk dijadikan sebagai material fotokatalis karena memiliki kemampuan pengoksidasi yang kuat untuk dekomposisi polutan organik (Fujishima dan Zhang, 2006; Fujishima, dkk., 2007), superhidrofilisitas, stabilitas kimia, daya tahan lama, tidak beracun, dan biaya rendah (Nakata dan Fujishima, 2012). TiO₂ anatas memiliki energi celah pita yang lebih tinggi yaitu 3,2 eV (388 nm), sedangkan rutil 3,0 eV (410 nm) yang menyerap cahaya tampak (Hashimoto, dkk., 2005).

Sifat fotokatalitik TiO₂ terjadi dengan pembentukan pembawa muatan fotogenerasi (e^{-}/h^{+}) akibat penyerapan sinar UV oleh material TiO₂. Hole (h^{+}) pada pita valensi akan berdifusi ke permukaan TiO₂ dan bereaksi dengan molekul air yang yang teradsorpsi, membentuk radikal hidroksil ('OH). Lubang fotogenerasi dan radikal hidroksil mengoksidasi molekul organik terdekat pada permukaan TiO₂. Sementara itu, elektron pada pita konduksi berpartisipasi dalam proses reduksi, yang biasanya bereaski dengan molekul oksigen di udara untuk menghasilkan anion radikal superoksida (O₂⁻⁻) (Nakata dan Fujishima, 2012). Anion superoksida (O₂⁻⁻) mengalami reaksi oksidasi membentuk hidrogen peroksida yang berubah menjadi H₂O. H₂O ini dimanfaatkan oleh h^{+} untuk membentuk 'OH yang memengaruhi unsur bermuatan positif dari senyawa polutan, sehingga struktur senyawa polutan dipecah menjadi senyawa yang lebih sederhana yaitu karbon dioksida dan air (Kustiningsih, dkk., 2020). Mekanisme reaksi fotokatalisis TiO₂ diilustrasikan pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Ilustrasi mekanisme reaksi fotokatalitik TiO₂ (Tijani, dkk., 2014)

Dalam penelitian Ahmad, dkk. (2021), nanopartikel TiO₂ digunakan sebagai katalis dalam mendegradasi larutan pewarna metilen biru (MB) dengan konsentrasi 100 M dan variasi massa katalis yaitu, 50, 75, dan 100 mg pada pH 7 \pm 0,1. Spektrum serapan dari larutan MB terus menurun seiring dengan bertambahnya lama penyinaran, yang disebabkan oleh degradasi kromofor yang ada di dalam MB. Persentase efisiensi degradasi MB menggunakan NP TiO₂ ialah 60,08; 68,38; dan 80,89% dengan berat katalis masing-masing 50, 75, dan 100 mg. Reaksi fotokatalitik degradasi MB meningkat dengan peningkatan berat katalis karena menyebabkan peningkatan jumlah situs aktif yang ada pada permukaan katalis dan meningkatkan jumlah foton teradsorpsi yang memungkinkan jumlah pewarna lebih banyak termineralisasi. Hasil degradasi MB oleh NP TiO₂ ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Hasil degradasi MB menggunakan NP TiO₂, (a) plot waktu vs absorbansi dan (b) % degradasi senyawa MB oleh NP TiO₂ (Ahmad, dkk., 2021)

Dalam beberapa penelitian telah disebutkan bahwa TiO₂ memiliki kemampuan adsorpsi yang rendah, sehingga efisiensi fotokatalitiknya rendah. Efisiensi penggunaan TiO₂ juga perlu ditingkatkan karena jika hanya menggunakan TiO₂ akan menyebabkan sintering (penggumpalan) atom logam akibat aglomerasi sehingga mengurangi luas permukaan dan kapasitas fotodegradasinya kecil. Efektivitias fotokatalis TiO₂ dapat ditingkatkan dengan menambahkan bahan pembawa pada katalis untuk meningkatkan luas permukaan (Kamegawa, dkk., 2014). Menurut Kautsar, dkk. (2013) aktivitas fotokatalis TiO₂ dapat ditingkatkan melalui impregnasi pada bahan pendukung yang memiliki kemampuan adsorpsi tinggi. Zeolit memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi dibandingkan dengan bahan pembawa yang paling efektif digunakan sebagai bahan pendukung untuk menjadi komposit zeolit/TiO₂.

2.3 Zeolit sebagai Bahan Pengemban Fotokatalis2.3.1 Struktur Zeolit

Zeolit terbentuk secara alami jutaan tahun yang lalu dari material vulkanik piroklastik berbutir halus (*tuff*). Zeolit adalah tektosilikat jenis aluminosilikat, di mana SiO₄ tetrahedral terhidrasi membentuk sangkar super tiga dimensi. Sejumlah atom dalam struktur zeolit digantikan oleh atom Al. Akibatnya, struktur zeolit bermuatan negatif berasal dari perbedaan antara struktur tetrahedral TO₄, dengan T = Si atau Al. Muatan negatif pada ion yang diseimbangkan oleh zeolit adalah muatan yang berlawanan. Mengimbangi kation ini biasanya kation alkali dan alkali tanah dapat digantikan oleh kation lain. Oleh karena itu, zeolit dapat digunakan sebagai penukar ion (Suwardi, 2009; Valdes, dkk., 2006). Pemanfatan zeolit alam sendiri berkaitan dengan sifat-sifat yang dimilikinya, di antaranya (Mumpton, 1999; Krol, 2020):

- (a) Kapasitas pertukaran ion,
- (b) Densitas rendah dan volume ruang kosong besar,
- (c) Derajat hidrasi yang tinggi,
- (d) Tingkat kristalinitas tinggi,
- (e) Adsorbsi dan filtrasi molekul katalis, dan
- (f) Penangkapan dan pelepasan molekul air,

Zeolit memiliki rumus kimia $M_{2/n}O \cdot Al_2O_3 \cdot xSiO_2 \cdot yH_2O$, di mana *M* merupakan alkali atau alkali tanah, *n* adalah muatan valensi, *x* adalah jumlah molekul SiO₂ dari 2-10, dan y merupakan jumlah molekul H₂O dari 2-7 (Ismawati, 2018). Saat ini, kurang lebih 40 jenis mineral zeolit ditemukan di antaranya, klinoptilolit, kabasit, pilipsit, skolesit, analsit, dan mordenit. Mineral zeolit

biasanya mengandung 50-95% zeolit tunggal. Namun, beberapa jenis zeolit dapat ditemukan pada batuan yang bercampur dengan dopan (Mumpton, 1999). Mineral zeolit yang terdapat di Indonesia umumnya didominasi oleh klinoptilolit dan mordenit. Adapun struktur mineral zeolit klinoptilolit dan mordenit ditampilkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2. 5 Struktur mineral zeolit, (a) klinoptilolit dan (b) mordenit (Mondal, dkk., 2021; Miranda dan Inesta, 2010)

Modernit merupakan zeolit dengan komposisi sempurna Na₈Al₈Si₄₀O₉₆.nH₂O. Sel satuan modernit memiliki dimensi a= 18,121 Å, b= 20,517 Å, dan c=7,544 Å. Morfologi umum modernit ialah jarum dengan pemanjangan arah sumbu c. Modernit memiliki stabilitas termal dan asam yang tinggi, dan telah digunakan sebagai katalis untuk reaksi vital seperti hidroisomerisasi, perengkahan air, reformasi, alkilasi, dan produksi dimetil amina, serta aplikasi dalam bidang semikonduktor, sensor kimia, dan optik nonlinier. Modernit juga dapat digunakan dalam aplikasi katalitik dan adsorptif. (Hussain dan Mohammed, 2019). Zeolit modernit termasuk dalam zeolit berpori besar yang terbentuk dari 12 cincin oksigen dengan stabilitas tinggi terhadap asam dan mampu mempertahankan strukturnya pada suhu tinggi yaitu 800-900°C.

2.3.2 Kemampuan Zeolit sebagai Bahan Pengemban Fotokatalis TiO₂

Zeolit merupakan bahan aluminosilikat berpori dengan struktur tiga dimensi yang unik. Zeolit banyak digunakan sebagai katalis, adsorben, dan penukar ion. Zeolit alam merupakan bahan pembawa yang optimal untuk fotokatalis karena tingginya luas permukaan spesifik, kapasitas adsorpsi tinggi, dan stabilitas tinggi (Koohsaryan dan Anbia, 2016). Zeolit bertindak sebagai donor dan akseptor elektron untuk TiO₂ dan dapat menyerap senyawa organik dan mudah memasoknya ke permukaan fotokatalis TiO₂ sehingga mempercepat laju fotokatalitik (Liao, dkk., 2019). Selain itu, zeolit memiliki sifat hidrofobisitas, sifat kimia yang mudah diatur, stabilitas termal yang tinggi, ramah lingkungan, dan dapat mendelokalisasi elektron tereksitasi dari TiO₂ sehingga meminimalkan rekombinasi lubang elektron (Mahalakshmi, dkk., 2009; Shankar, dkk., 2006). Adapun reaksi fotokatalis TiO₂/zeolit dalam mendegradasi zat warna dapat ditulis sebagai berikut dan diilustrasikan pada Gambar 2.6 (Kustiningsih, dkk., 2020; Liao, dkk., 2019).

$$ZAB/TiO_2 + zat warna \rightarrow (ZAB/TiO_2) - zat warna$$
 (1)

 $ZAB/TiO_2 + hv \rightarrow ZAB/TiO_2 (e^{-}/h^{+})$ (2)

$$h^+_{VB} + OH^- \rightarrow OH^{\bullet}$$
 (3)

$$h^+_{VB} + H_2O \rightarrow OH^{\bullet} + H^+$$
(4)

$$e^{-}_{CB} + O_2 \rightarrow O_2^{\bullet}$$
(5)

$$2O_2^{\bullet} + 2H_2O \rightarrow 2OH^{\bullet} + 2OH^{\bullet} + O_2 \tag{6}$$

$$OH' + (ZAB/TiO_2) - zat warna \rightarrow CO_2 + H_2O$$
 (7)



Gambar 2. 6 Mekanisme degradasi zat warna menggunakan TiO₂/Zeolit (Liao, dkk., 2019)

Pada penelitian Joseph, dkk. (2013) dalam mendegradasi larutan warna indigo menggunakan fotokatalis TiO₂ dan TiO₂/zeolit, dihasilkan larutan warna indigo 10 mg/L dapat terdegradasi sebanyak 48,8% dan 58,6% selama 5 jam masing-masing menggunakan TiO₂ dan TiO₂/zeolit. Ketika konsentrasi larutan warna indigo bertambah menjadi 20 mg/L, TiO₂ mampu mendegradasi sebanyak 63,8% dan TiO₂/zeolit sebanyak 75,0%. Persentase efisiensi fotodegradasi menggunakan TiO₂/zeolit lebih tinggi daripada TiO₂ disebabkan karena zeolit memiliki luas permukaan lebih besar sehingga dapat meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalis TiO₂. Persentase hasil degradasi larutan warna indigo ditampilkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2. 7 Persentase efisiensi fotodegradasi larutan warna indigo setelah 5 jam (Joseph, dkk., 2013)

Aktivitas fotodegrdasi dari TiO₂/zeolit terhadap senyawa polutan dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti variasi rasio massa TiO₂/zeolit, lama penyinaran, dan variasi konsentrasi senyawa polutan. Faridah, dkk. (2018) berhasil meneliti fotodegradasi Cr(IV) menggunakan TiO₂/ZSM-5 dengan variasi lama penyinaran, yaitu 15, 30, 45, 60, 75 menit dan menunjukkan bahwa persentase reduksi Cr(VI) paling tinggi ialah 36,20% menggunakan TiO₂/ZSM-5 dengan lama penyinaran 75 menit, sedangkan persentase reduksi Cr(VI) menggunakan ZSM-5 sebesar 22,07% selama 75 menit. Hal ini membuktikan bahwa kemampuan reduksi TiO₂/ZSM-5 terhadap Cr(VI) lebih daik dibandingkan menggunakan ZSM-5 saja. Perbandingan persentase reduksi Cr(VI) menggunakan TiO₂/ZSM-5 dan ZSM-5 dengan variasi lama waktu penyinaran ditabulasikan pada Tabel 2.2.

Durasi Iradiasi UV	Persentase reduksi Cr(VI)	
(menit)	ZSM-5 (%)	TiO ₂ /ZSM-5 (%)
15	13,33	17,01
30	14,73	17,99
45	15,72	18,99
60	16,81	28,73
75	22,07	36,20

Tabel 2. 2 Persentase reduksi Cr(VI) menggunakan TiO₂/ZSM-5 dan ZSM 5 dengan variasi lama penyinaran

Liao, dkk. (2019) melaporkan pengaruh variasi massa TiO₂ yang diembankan terhadap zeolit (MZTC-n% (n% = 0; 0,05; 1; 2,5; 5)) terhadap degradasi metilen biru yang menunjukkan bahwa MZTC-n% memiliki kapasitas adsorpsi tertentu. Tingkat degradasi metilen biru meningkat dengan peningkatan jumlah TiO₂ yang dimuat pada zeolit. MZTC-2,5 menunjukkan aktivitas fotokatalitik tertinggi yang dapat menghilangkan MB hingga 93,6% dalam waktu 60 menit. Namun, ketika jumlah TiO₂ ditambah hingga 5% menghasilkan degradasi MB yang lebih rendah. Hal ini disebabkan oleh partikel TiO₂ yang berlebihan akan mengakibatkan penumpukan dan penggumpalan sehingga akan mengurangi situs aktif yang terpapar. Adapun hasil degradasi metilen biru menggunakan TiO₂/zeolit ditampilkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Hasil degradasi MB menggunakan TiO₂/zeolit (MZTC-n% (n% = 0; 0,05; 1; 2,5; 5)) (Liao, dkk., 2019).

2.4 Methyl Violet

Methyl violet (10B) adalah sebuah zat pewarna sintetis dengan rumus kimia C₂₅H₃₀ClN₃. *Methyl violet* memiliki jenis diantaranya tetrametil (2B), pentametil (6B) dan heksametil (10B) pararosanilin. Bahan kimia ini dapat digunakan sebagai indikator pH dan pewarna dalam bidang kimia dan kedokteran. Kegunaan utama metil violet adalah untuk mewarnai tekstil menjadi ungu dan memberikan warna ungu tua pada cat dan tinta cetak. Dalam bentuk pewarnanya, metil violet 6B lebih gelap dari 2B dan kurang gelap dari 10B. Metil violet larut dalam air, etanol, dietilen glikol, dan dipropilen glikol (Bouasla, dkk., 2010). Adapun sifat-sifat dari metil violet ditabulasikan pada Tabel 2.3.



Tabel 2. 3 Sifat-sifat methyl violet

Sumber: (Kundackl dan Karadag, 2013) (Sanjaya, 2012)
Pada penelitian Kustiningsih, dkk. (2020) dilakukan perbandingan efektivitas katalis zeolit, TiO₂, dan TiO₂/zeolit dengan dan tanpa lampu UV dalam proses degradasi *methyl violet* 20 ppm selama 4 jam. Persentase degradasi *methyl violet* paling banyak diperoleh dengan menggunakan TiO₂/zeolit sebesar 94,75%. Mekanisme fotodegradasi *methyl violet* pada Gambar 2.9:



Gambar 2. 9 Mekanisme fotodegradasi methyl violet (Huang, dkk., 2020).

Mekanisme fotodegradasi zat pewarna *methyl violet* menggunakan TiO₂/zeolit hampir sama dengan reaksi fotokatalisis TiO₂ murni, namun penambahan zeolit dapat meningkatkan penyerapan metil violet, yaitu terjadi gaya tarik menarik antara senyawa *methyl violet* dengan zeolit. Sehingga ketika *methyl violet* mendekati TiO₂ yang diembankan pada zeolit, maka *methyl violet* akan lebih banyak yang terdegradasi oleh TiO₂ (Kustiningsih, dkk., 2020). Hasil degradasi metilen violet dengan variasi katalis ditampilkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2. 10 Diagram hasil degradasi metilen violet dengan variasi katalis (Kustiningsih, dkk., 2020)

2.5 Sintesis TiO₂/Zeolit dengan Metode Sonikasi

Material TiO₂ sebagai fotokatalis dapat disintesis dengan beberapa metode, di antaranya (a) sol-gel (Abbad, dkk., 2020), (b) hidrotermal (Wategaonkar, dkk., 2020), (c) presipitasi (Wang, dkk., 2020), (d) solvotermal (Huang, dkk., 2008), dan (e) sonikasi (Tiple, dkk., 2021). Sonikasi mengacu pada proses penerapan energi suara untuk mengaduk partikel dalam cairan menggunakan frekuensi ultrasonik (>20 kHz) untuk memecah ion-ion metal pada molekul sehingga diharapkan terjadi proses pertumbuhan kristal dengan cepat dan tidak terjadi oksidasi pada ion-ion metal yang mengakibat terbentuknya partikel amorf (Firnando dan Astuti, 2015). Sonikasi dapat dilakukan dengan menggunakan metode sonokasi dibandingkan dengan metode konvensional lainnya ialah (Suslick dan Price, 1999; Bang dan Suslick, 2010):

- 1. Waktu reaksi lebih cepat dan hasil lebih tinggi
- 2. Lebih sedikit energi yang dibutuhkan dengan suhu reaksi yang lebih rendah
- 3. Distribusi ukuran partikel produk yang lebih seragam

- 4. Luas permukaan yang lebih tinggi
- 5. Kemurnian fase yang lebih tinggi

Prinsip dasar dari metode ini yaitu ketika cairan disinari di bawah ultrasound yang intens, banyak gelembung gas muncul. Pada fase penghalusan gelombang ultrasonik, tekanan lokal sesaat dalam cairan menjadi negatif ketika amplitudo tekanan akustik lebih besar dari tekanan sekitar (biasanya sekitar $p\infty = 1$ atm = 1,01325 bar = 1:01325 x 10⁵ Pa, di mana 1 bar = 10⁵ Pa dan 1 Pa = 1 N/m²). Tekanan negatif hanya mungkin terjadi pada cairan atau padatan, akibatnya gas terlarut dalam cairan muncul sebagai gelembung karena tidak dapat larut dalam cairan di bawah tekanan negatif (Maris dan Balibar, 2000). Selama fase penghalusan gelombang ultrasonik, terjadi pengembangan gelembung kecil yang kemudian pecah selama fase kompresi dan menyebabkan gelombang kejut di dalam cairan yang disebut fenomena kavitasi akustik (Yasui, 2015). Kavitasi akustik merupakan fenomena pembentukan, pertumbuhan, dan keruntuhan hebat yang disebabkan oleh fluktuasi tekanan akibat gelombang suara dalam media cair (Bang dan Suslick, 2010). Adapun skema ilustrasi fenomena kavitasi akustik ditampilkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2. 11 Skema representasi fenomena kavitasi akustik (Bang dan Suslick, 2010)

Pada penelitian Tiple, dkk. (2021) telah berhasil menyintesis TiO₂ fase tunggal dengan metode sonikasi dan konvensional. Namun, Sintesis TiO₂ dengan metode sonikasi menghasilkan distribusi ukuran partikel yang lebih kecil dan morfologi yang lebih seragam dibandingkan dengan metode konvensional. Selain itu, TiO₂ dengan metode sonikasi dapat mendesulfurisasi sebanyak 43% dalam 60 menit, sedangkan TiO₂ dengan metode konvensional haya 29% dalam 60 menit. Oleh karena itu, sintesis dengan metode sonikasi dapat menghasilkan partikel TiO₂ dengan kualitas dan aktivitas yang lebih baik dibandingkan dengan metode konvensional.

2.6 Karakterisasi Sintesis TiO₂/Zeolit

2.6.1 Analisis Karakteristik dengan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-*X* (XRD) merupakan salah satu metode karakterisasi material tertua dan paling banyak digunakan, ditemukan pada tahun 1912 oleh Friedrtsich, Knipping, dan Von Laue. Metode ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal suatu material dengan menentukan parameter kisi dan menentukan ukuran kristal (Young dan Roger, 2004). Prinsip dasar dari XRD adalah sinar-*X* ditembakkan ke sampel padatan kristal, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah sesuai dengan Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut konstan untuk mendeteksi berkas sinar-*X* yang didifraksikan oleh sampel. Sampel bubuk atau padatan kristal memiliki bidang kisi yang disusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi. Difraksi sinar-*X* yang diperoleh adalah pola difraksi khas material (Fatimah, dkk., 2022). Ilustrasi dari prinsip dasar XRD ditampilkan pada Gambar 2.12.



Gambar 2. 12 Ilustrasi prinsip dasar dari XRD (Fatimah, dkk., 2022)

Sinar yang datang memiliki sudut (θ) dengan jarak *d* yang membuat panjang jalur antar jalur cahaya berbeda. Hal ini menyebabkan interferensi gelombang konsturktif yang dapat dianalisis dengan persamaan Bragg (Stobinski, dkk., 2014). Persamaan Bragg mengikuti persamaan sebagai berikut:

$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$

Di mana, *n* adalah orde difraksi (1, 2, 3, dan seterusnya), *d* adalah jarak antara bidang atom dalam kristal (bidang dengan indeks Miller tertentu), θ merupakan sudut difraksi, dan λ adalah panjang gelombang sinar-*X* yang digunakan (Fatimah, dkk., 2022).

Hasil analisis XRD berupa difraktogram berupa garis atau puncak dengan intensitas dan posisi berbeda-beda yang spesifik untuk setiap bahan. Setiap fase kristal memiliki difraktogram yang bersifat khas, kemudian dapat digunakan sebagai *fingerprint* untuk identifikasi fase kristal (Zhong dan Jiang, 2009). Langkah-langkah analisis kualitatif menggunakan XRD adalah sebagai berikut (Fatimah, dkk., 2022):

i) Identifikasi pola difraktogram

Pola difraktogram yang dihasilkan dari alat XRD memuat sumbu *X* dengan nilai 2θ tertentu dan deretan puncak difraksi dengan intensitas relatif yang bervariasi.

ii) Penentuan kesesuai struktur fasa kristal

Penentuan dan perbandingan kesesuaian struktur kristal yang terbentuk dilakukan dengan mencocokkan setiap puncak yang muncul pada difraktogram pada nilai sudut 2θ dengan data ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) dan COD (*Crystallography Open Database*) sehingga diperoleh informasi orientasi medan kristal yang terbentuk.

Difraktogram hasil analisis sampel zeolit/TiO₂ dengan variasi rasio zeolit/TiO₂ (3:1; 3:1.5; 3:2; 3:2.5 dan 3:3) menggunakan XRD pada penelitian Putri dan Side (2020) menunjukkan tipikal puncak fasa anatase dari TiO₂ dengan intensitas puncak tertinggi pada posisi 2θ = 25,291° yang sesuai dengan ICDD 21-1272. Selain itu, juga terlihat puncak-puncak khas zeolit fasa modernit dengan puncak tipikal pada posisi 2θ = 29,417° yang sesuai dengan ICDD nomor 06-0239. Adapun difraktogram XRD dari senyawa komposit zeolit/TiO₂ ditampilkan pada Gambar 2.13.



Gambar 2. 13 Pola difraksi sinar-X dari zeolit/TiO2 (Putri dan Side, 2020)

2.6.2 Analisis Karakteristik dengan Teknik Fluoresensi Sinar-X (XRF)

Fluoresensi sinar-*X* (XRF) adalah teknik yang digunakan untuk analisis komposisi bahan padat, bubuk, cairan, dan film tipis. Analisis komposisi oleh XRF

didasarkan pada prinsip emisi (fluoresensi) sinar-*X* karakteristik oleh unsur kimia tertentu, yaitu ketika foton sinar-*X* berinteraksi dengan materi terjadi fenomena yang berbeda-beda sebagai hasil dari interaksi tersebut. Di antara fenemona ini, dua di antaranya yaitu emisi sinar-*X* karakteristik dan kontinu. Fenomena emisi sinar-*X* karakterisik terjadi ketika foton sinar-*X* menembus sampel dengan energi yang lebih tinggi dibandingkan *binding energy*, maka elektron yang paling dekat dengan inti akan keluar dari atom dan meninggalkan kekosongan elektron. Oleh karena itu, elektron lain dari kulit yang lebih jauh dari inti akan bertransisi untuk mengisi kekosongan tersebut dan menyebabkan emisi foton sinar-*X* karakteristik. Tidak seperti sinar-*X* karakteristik, sinar-*X* kontinu tidak memiliki energi yang berhubungan langsung dengan nomor atom suatu unsur sehingga energinya tidak dapat digunakan untuk identifikasi unsur, namun sinar-*X* kontinu berguna untuk membentuk *background* yang diamati pada spektra XRF (Pinto, 2018). Adapun ilustrasi emisi sinar-*X* karakteristik ditampilkan pada Gambar 2.14.



Gambar 2. 14 Ilustrasi emisi sinar-X karakteristik

Hasil analisis XRF pada penelitian Berdasarkan penelitian Setiadi dan Pertiwi (2007) dalam Fatimah (2020) dapat diketahui hasil analisis XRF pada zeolit alam yang telah mengalami beberapa perlakuan preparasi dan aktivasi. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kandungan komponen utama pembentuk rangka (*framework*) dari zeolit alam yaitu alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2) secara berturut-turut mempunyai persentase sebesar 10,2816% (*wt*) dan 53,2322% (*wt*).

2.6.3 Analisis Karakteristik dengan Teknik UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

Teknik UV–Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS) adalah teknik spektrofotometri dasar yang banyak digunakan untuk analisis bubuk dan permukaan bahan. Prinsip dasar dari teknik ini berhubungan dengan sebagian kecil cahaya radiasi UV-Vis yang datang terdispersi pada permukaan sampel dan dipantulkan sebagai reflektansi reguler (atau spekular) dan difus (atau nondirectional) (Morozzi, dkk., 2021). Reflektansi reguler terjadi ketika radiasi datang mengenai permukaan sampel yang halus dan rata, kemudian dipantulkan dengan sudut yang sama seperti sudut datang (hukum Fresnel). Sebaliknya, reflektansi difus adalah kombinasi dari beberapa fenomena optik, seperti beberapa refleksi, hamburan dan refraksi, yang menyebarkan radiasi di semua sudut belahan asal radiasi insiden (Blitz, 1998). Reflektansi difus, yang bergantung pada sifat fisiko-kimia dan warna permukaan, oleh karena itu merupakan komponen yang paling informatif dalam teknik ini (Morozzi, dkk., 2021).

UV-Vis DRS merupakan teknik untuk menentukan energi celah pita yang dimiliki oleh semikonduktor hasil sintesis. Energi celah pita semikonduktor menggambarkan energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi (VB) ke pita konduksi (CB). Pada tahun 1966 Tauc mengusulkan metode untuk menentukan energi celah pita yang didasarkan pada asumsi bahwa koefisien penyerapan yang bergantung pada energi dapat dinyatakan dengan persamaan Kubelka Munk di bawah ini (Makula, 2018):

$$(ahv)^{1/y} = B(hv - E_g)$$

Di mana;

h =konstanta Planck,

v = frekuensi foton

 E_g = energi celah pita

B = konstanta

y = faktor yang tergantung pada sifat transisi elektron ($1/_2$ untuk transisi energi celah pita langsung dan 2 untuk energi celah pita tidak langsung)

Liao, dkk. (2019) melaporkan hasil analisis UV-Vis DRS dari senyawa TiO₂ anatase (HTOP) dan komposit TiO₂/zeolit (MZTC-2.5) yang menunjukkan bahwa puncak serapan HTOP dan MZTC muncul pada panjang gelombang masingmasing 310 dan 345 nm. Namun, spektrum reflektansi MZTC-2.5 mengalami pergeseran sedikit ke panjang gelombang yang lebih panjang dibandingkan HTOP. Hal ini menunjukkan bahwa celah pita MZTC-2.5 lebih sempit dengan energi yang lebih rendah dibandingkan HTOP. Selain itu, HTOP dan MZTC-2.5 masing-masing memiliki energi celah pita sebesar 3,23 dan 3,10 eV. Hal itu menunjukkan bahwa MZTC-2.5 memiliki kinerja fotokatalitik yang lebih baik daripada HTOP. Adapun Spektrum UV-Vis DRS dari HTOP dan MZTC-2.5 ditampilkan pada Gambar 2.15.



Gambar 2. 15 (a) Spektra DRS dan (b) Spektra Kubelka Munk Vs Energi HTOP dan MZTC-2.5 (Liao, dkk., 2019)

2.7 Manfaat TiO₂/Zeolit dalam Perspektif Islam

Pengolahan limbah zat warna menjadi topik penelitian yang banyak dilakukan untuk memperbaiki lingkungan dan mencegahnya dari beberapa dampak kerusakan lingkungan. Salah satu metode yang cukup menjanjikan adalah metode fotokatalisis. Fotokatalisis merupakan metode yang memiliki kelebihan dalam mendegradasi limbah zat warna menjadi senyawa lebih sederhana dan tidak berbahaya. Oleh karena itu, di dalam penelitian ini dilakukan penggabungan material fotokatalis TiO₂ ke dalam material zeolit agar dapat dimanfaatkan manusia untuk menjaga dan memperbaiki lingkungan dari kerusakan. Allah SWT telah melarang manusia untuk membuat kerusakan di muka bumi dan perintah untuk memperbaikinya di dalam Firman Allah Surat Al-A'raf (7): 56.

وَلَا تُفْسِدُوْا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ اِصْلَاحِهَا وَادْعُوْهُ حَوْفًا وَّطَمَعًا ۗ اِنَّ رَحْمَتَ اللهِ قَرِيْبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِيْنَ

Artinya: "Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik."

Manusia memiliki tanggung jawab sebagai penduduk bumi atas keberadaan lingkungan, baik lingkungan benda hidup ataupun mati dan makhluk hasil kreasi manusia (man-made environment/artificialenvironment). Letak tanggung jawab manusia terhadap lingkungan baik lingkungan alami (*natural environment*) maupun lingkungan buatan manusia (man-made environment) adalah menjaga tata lingkungan (ekosistem) itu sendiri dalam Islam, di mana kedudukan semuanya sama di hadapan Allah SWT. Islam merupakan agama yang sangat memperhatikan lingkungan (eco-friendly) (Ghazali, 1996). Belakangan ini, permasalahan terkait pencemaran limbah zat warna yang dihasilkan oleh pabrik industri tekstil mengakibatkan menyebabkan pencemaran biota air. Hal dapat ini ketidakseimbangan ekosistem dan mengganggu keberlangsungan hidup biota air. Allah SWT berfirman dalam QS. Al-Anbiya' (21):30.

أَوَلَمْ يَرَ ٱلَّذِينَ كَفَرُوٓا أَنَّ ٱلسَّمَٰوَٰتِ وَٱلْأَرْضَ كَانَتَا رَتْقًا فَفَتَقْنَهُمَا وَجَعَلْنَا مِنَ ٱلْمَآءِ كُلَّ شَيْءٍ حَيِّ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ

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

Allah SWT telah menjadikan air sebagai sumber kehidupan bagi makhluk hidup, baik tumbuhan maupun hewan dan tidak ada makhluk hidup yang tidak membutuhkan air (Ash-Shiddieqy, 2000). Mengenai hal ini, Shihab (2002) menafsirkan bahwa air dibutuhkan dalam segala pemeliharan kehidupan. Para pengarang Tafsir al-Muntakhab berkomentar bahwa ayat di atas telah dibuktikan kebenarannya melalui penemuan lebih dari satu cabang ilmu pengetahuan, misalnya ilmu sitologi yang menyatakan bahwa air adalah komponen terpenting dalam pembentukan sel yang merupakan satuan bangunan pada setiap makhluk hidup, baik hewan maupun tumbuhan. Oleh karena itu, penjagaan ketersediaan air di muka bumi harus tetap terjaga sebagai sumber kehidupan bagi makhluk hidup.

Dari penjelasan di atas, permasalahan pencemaran air dapat diatasi dengan pemanfaatan sumberdaya alam material fotokatalis berbasis semikonduktor yang diembankan pada material zeolit yang banyak dikembangkan dan telah menarik minat yang besar untuk digunakan dalam degradasi polutan organik dan non organik di air karena mempunyai kemampuan sebagai reduktor dan oksidator. Selain itu, metode ini menghasilkan limbah tidak berbahaya dan lebih hemat dalam pemakaian bahan kimia serta energi (Parent dan Blake, 1996; Naimah, 2014). Oleh karena itu, penelitian tentang material TiO₂/zeolit yang dimanfaatkan sebagai fotokatalis pendegradasi limbah zat warna merupakan bentuk usaha dalam menjaga keseimbangan alam dan kelestariannya yang membuktikan peran sains dan teknologi sebagai pendukung manusia dalam mencapai tujuannya.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Oktober-Maret di Laboratorium Riset Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumensasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, *hot plate, magnetic stirrer*, neraca analitik, spatula, mortar agate, botol semprot, sonikator *probe type*, tanur, oven, instrument *X-ray Diffraction* (XRD), XRF, UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam (modernit), TiO₂ Anatas (*Sigma Aldrich*, 99,8%), HCl 6 M, akuades, akuaDM, etanol 96% (Merck), kertas saring, dan *methyl violet* 10B (Merck).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksploratif yang bertujuan untuk mengetahui lama waktu penyinaran, massa fotokatalis, dan konsentrasi zat warna *methyl violet* optimum terhadap aktivitas fotodegradasi. Penelitian ini diawali dari aktivasi zeolit alam yang berasal dari Bandung. Setelah zeolit alam diaktivasi, Langkah selanjutnya adalah mensintesis TiO₂/zeolit menggunakan metode sonikasi. Hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan XRF, XRD dan UV-Vis/DRS. Setelah dilakukan karakterisasi, langkah selanjutnya adalah dilakukan uji efektivitas fotodegradasi TiO₂/zeolit dengan variasi lama penyinaran, massa optimum katalis, dan konsentrasi optimum zat warna *methyl violet* di bawah sinar UV yang ditampilkan pada Tabel 3.1.

Variasi waktu penyinaran	Variasi massa TiO2/zeolit	Variasi konsentrasi methyl violet
40 menit	10 mg	5 ppm
80 menit	15 mg	10 ppm
120 menit	20 mg	15 ppm
150 menit	25 mg	20 ppm
180 menit		25 ppm

Tabel 3. 1 Rancangan penelitian uji efektivitas fotodegradasi

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan dalam penelitian ini adalah

- 1. Preparasi zeolit alam
- 2. Aktivasi zeolit alam
- 3. Sintesis TiO₂-zeolit alam menggunakan metode sonikasi
- 4. Karakterisasi dilakukan menggunakan, XRD, XRF dan UV-Vis/DRS
- 5. Uji efektivitas fotodegradasi *methyl violet*
 - a. Penentuan lama penyinaran optimum pada proses degradasi zat warna methyl violet di bawah sinar UV
 - b. Penentuan massa optimum katalis pada proses degradasi zat warna *methyl violet* di bawah sinar UV
 - c. Penentuan konsentrasi *methyl violet* optimum pada proses degradasi zat warna *methyl violet* di bawah sinar UV
 - d. Uji efektivitas fotodegradasi *methyl violet* dengan parameter TiO₂/Zeolit,
 Zeolit, TiO₂ dan Tanpa Katalis

3.5 **Prosedur Penelitian**

3.5.1 Preparasi Zeolit

Preparasi zeolit dilakukan dengan cara zeolit alam ditimbang sebanyak 150 gram dan dihaluskan. Kemudian diayak dengan ukuran 200 mesh. Selanjutnya, zeolit alam yang sudah dihaluskan dan diayak lalu ditimbang 100 gram dan ditambahkan 200 mL akuades ke dalam erlenmeyer. Kemudian larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 30 menit. Larutan disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Padatan zeolit tersebut kemudian didesikator selama 30 menit dan ditimbang hingga berat konstan (Wardhani, dkk., 2016).

3.5.2 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam diaktivasi dengan HCl 6 M. Zeolit diambil 30 gram dan direndam dalam larutan HCl 6 M selama 3 jam, kemudian endapannya disaring, dicuci dan dinetralkan dengan akuades. Zeolit netral (pH 7) dikeringkan pada suhu 100°C (2 jam) kemudian dikalsinasi pada suhu 500°C selama 4 jam dan menghasilkan zeolit teraktivasi (Wardhani, dkk., 2016).

3.5.3 Sintesis TiO₂/Zeolit Menggunakan Metode Sonikasi

Pemberian zeolit kedalam TiO₂ membentuk TiO₂/zeolit dilakukan dengan cara mencampur TiO₂ dan zeolit dengan TiO₂ ditimbang sebanyak 4 gram dan zeolit alam ditimbang sebanyak 10 gram (2:5) dan ditambahkan 21 mL etanol 96% dalam beaker glass 250 mL. Selanjutnya, campuran ditumbuk dengan *mortar*. Sampel diletakkan dalam sonikator selama 30 menit. Setelah itu sampel dikeringkan dalam oven dengan temperatur 110°C selama 3 jam untuk proses dehidrasi dan dikalsinasi menggunakan tanur pada suhu 550 °C selama 2 jam.

Setelah dikalsinasi, padatan kemudian dihaluskan hingga berbentuk serbuk (Alfina, dkk, 2015).

3.5.4 Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap TiO₂/zeolit yang sudah disintesis menggunakan metode sonikasi. Karakterisasi ini bertujuan untuk melihat struktur kristal, ukuran partikel dan untuk mengetahui mineral-mineral yang terkandung di dalamnya dengan cara membandingkan hasil difraktogram dengan ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) dan COD (*Crystallography Open Database*).

Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, terisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan radiasi Cu-Kα. Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ pada rentang 5-90°. Sampel TiO₂/zeolit dihaluskan dengan *mortar agate* hingga menjadi serbuk yang sangat halus. Kemudian serbuk ditempatkan pada preparat dan dipress. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X.

3.5.5 Karakterisasi Menggunakan XRF

Karakterisasi dengan XRF digunakan untuk menganalisis unsur logam dalam suatu bahan secara kualitatif ataupun kuantitatif. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TiO₂, zeolit dan TiO₂/Zeolit. Karakterisasi dilakukan terhadap sampel sebelum dan sesudah aktivasi. Sampel yang akan dikarakterisasi dihaluskan terlebih dahulu, kemudian diletakkan ditempat sampel dan selanjutnya, sampel disinari degan sinar-X.

3.5.6 Karakterisasi Menggunakan UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

Karakterisasi dengan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui band gap energi dan mengetahui karakter serapa sinar dari TiO₂ dan hasil sintesis TiO₂/zeolit menggunakan metode sonikasi di daerah ultraviolet dan sinar tampak. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) menghasilkan grafik energi band gap dan menunjukkan grafik hubungan antara foton dengan kuadrat koefisien absorbsi.

3.5.7 Pembuatan Kurva Standar Zat Warna Methyl Violet

3.5.7.1 Pembuatan Larutan Induk Methyl Violet

Pembuatan *methyl violet* dilakukan dengan cara melarutkan sebanyak 10 mg *methyl violet* dilarutkan dengan akuades 100 mL (pH 7), kemudian diencerkan dengan aquades dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan *methyl violet* dengan konsentrasi 100 mg/L. Larutan ini kemudian yang disebut larutan induk.

3.5.7.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λmax) Methyl Violet

Larutan induk *methyl violet* 100 ppm dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan labu ukur 100 mL, kemudian larutan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas (pH 7), lalu dihomogenkan dan diperoleh larutan sampel *methyl violet* dengan konsentrasi 10 ppm. Selanjutnya, dipipet 10 mL *methyl violet* 10 ppm ke dalam tabung reaksi untuk diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis untuk menentukan panjang gelombang maksimumnya. Pengukuran ini dilakukan pada panjang gelombang 200-800 nm dan diperoleh panjang gelombang maksimum larutan sampel methyl violet. Penentuan panjang gelombang maksimum diperoleh dari nilai absorbansi tertinggi.

3.5.7.3 Pembuatan Larutan Kurva Standar Methyl Violet

Larutan induk *methyl violet* 100 ppm dipipet sebanyak 0,25; 0,5; 1; 2; dan 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL (pH 7). Kemudian larutan diencerkan hingga tanda batas dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan sampel *methyl violet* dengan konsentrasi 0,5; 1; 2; 4; 8 dan 10 ppm.

3.5.7.4 Pembuatan Kurva Standar Methyl Violet

Larutan standar *methyl violet* yang telah dibuat kemudian dipipet 10 mL masing-masing konsentrasi ke dalam tabung reaksi untuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh sebelumnya. Absorbansi yang telah diperoleh dari setiap konsentrasi kemudian dibuat kurva standar dengan sumbu x sebagai konsentrasi larutan standar (ppm) dan sumbu y sebagai absorbansi yang dihasilkan oleh larutan standar. Dari grafik tersebut didapatkan persamaan regresi linier y = bx + a.

3.5.8 Uji Efektivitas Fotodegradasi *Methyl Violet* menggunakan TiO₂/Zeolit 3.5.8.2 Fotodegradasi Methyl Violet dengan Variasi Lama Penyinaran

Larutan *methyl violet* 10 ppm sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam beaker glass 50 mL (pH 7) dan ditambahkan fotokatalis TiO₂/zeolit. Uji efektivitas fotodegradasi *methyl violet* dilakukan di bawah sinar UV dengan variasi lama penyinaran selama 40, 80, 120 dan 150 menit. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methyl violet* dan dilakukan triplo (pengulangan dilakukan secara bersamaan pada beaker glass yang berbeda).

3.5.8.1 Fotodegradasi Methyl Violet dengan Variasi Massa Katalis

Larutan *methyl violet* 10 ppm sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam beaker glass 50 mL (pH 7) dan ditambahkan variasi massa fotokatalis TiO₂/zeolit alam masing-masing sebesar 10; 15; 20 dan 25 mg. Selanjutnya dilakukan penyinaran di bawah sinar UV selama 120 menit. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methyl violet* dan dilakukan triplo (pengulangan dilakukan secara bersamaan pada beaker glass yang berbeda).

3.5.8.3 Fotodegradasi dengan Variasi Konsentrasi Methyl Violet

Larutan *methyl violet* 5, 10, 15, 20, 25 ppm sebanyak 25 mL masing- masing dimasukkan ke dalam beaker glass 50 mL (pH 7) dan ditambahkan massa optimum fotokatalis TiO₂/zeolit alam. Selanjutnya dilakukan penyinaran di bawah sinar UV dengan waktu lama penyinaran optimum (menit). Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methyl violet* dan dilakukan triplo (pengulangan dilakukan secara bersamaan pada beaker glass yang berbeda).

3.5.8.4 Effektivitas Uji efektivitas fotodegradasi methyl violet

Larutan *methyl violet* dengan konsentrasi optimum sebanyak 25 mL masingmasing dimasukkan ke dalam beaker glass 50 mL (pH 7) dan ditambahkan massa optimum fotokatalis TiO₂/zeolit alam. Selanjutnya dilakukan penyinaran di bawah sinar UV dengan waktu lama penyinaran optimum (menit). Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum *methyl violet* dan dilakukan triplo (pengulangan dilakukan secara bersamaan pada beaker glass yang berbeda).

3.5.9 Analisis Data Menggunakan XRD, XRF dan UV-Vis DRS

3.5.9.1 Analisis Data Menggunakan XRD

Hasil dari karakterisasi XRD ini untuk mengetahui informasi morfologi dan bentuk kristal dengan memperlihatkan pengaruh penambahan zeolit terhadap TiO₂. Untuk menentukan stuktur kristal dapat menggunakan persamaan *Debye Scherrer*:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta}$$

dengan D adalah ukuran kristal, k adalah konstanta Scherrer untuk kristal berbentuk sferis (0,94), adalah panjang gelombang sinar-X (0,154), adalah nilai FWHM masing-masing puncak karakteristik, adalah sudut difraksi (Sanjaya, 2018).

3.5.9.2 Analisis Data Menggunakan XRF

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi dari peristiwa efekfotolistrik. Efekfotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena berkas berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi dari pada energi ikat elektron dalam orbit K, L, atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. data yang akan diperoleh berupa persentase unsur-unsur yang terkandung dalam sampel material fotokatalis.

3.5.9.3 Analisis Data Menggunakan UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) akan dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk. Energi band gap diperoleh dengan mengubah besaran %R kedalam faktor Kubelka-Munk (F(R)).

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R}$$

Energi band gap semikonduktor adalah besarnya hv pada saat F(R) hv) $\frac{1}{2} = 0$, yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut (Sanjaya, 2018).

$$Eg = hv = \frac{hc}{\lambda}$$

Energi celah pita diperoleh dari grafik hubungan anatara hv (eV) vs (F(R') hv) ¹/₂. Eg adalah energi band gap (eV), h adalah konstanta planck, c adalah kecepatan cahaya dan λ adalah panjang gelombang (nm). Energi band gap semikonduktor adalah besarnya hv pada saat F(R) hv) ¹/₂ = 0, yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut (Sanjaya, 2018).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam4.1.1 Preparasi Zeolit Alam

Preparasi zeolit alam diawali dengan penggerusan menggunakan mortar alu untuk menghaluskan zeolit alam yang masih kasar, dilanjutkan dengan pengayakan 200 mesh untuk mendapatkan ukuran yang seragam dan memperbesar luas permukaan zeolit alam. Hasil Pengayakan zeolit alam yang sudah seragam berukuran 200 mesh dimasukkan ke dalam Erlenmeyer berisi aquades dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* untuk menghilangkan pengotor yang terdapat pada zeolit alam. Kemudian zeolit alam disaring menggunakan kertas saring dan dioven pada suhu 100°C untuk menghilangkan kadar air pada zeolit alam yang sudah dipreparasi, selanjutnya disimpan dalam desikator hingga berat konstan. Hasil preparasi zeolit alam dapat dilihat pada Gambar 4.2a.

4.1.2 Aktivasi Zeolit Alam

Aktivasi zeolit alam dilakukan bertujuan untuk menghilangkan pengotorpengotor yang terdapat pada zeolit alam yang telah dipreparasi serta untuk memperbesar pori dan memperluas permukaan zeolit alam. Pada proses aktivasi zeolit alam secara kimia, zeolit alam diaktivasi menggunakan HCl 6M selama 3 jam. Pemberian asam klorida (HCl) bertujuan untuk melarutkan dan menghilangkan oksida-oksida logam yang terjerap dipermukaan zeolit sehingga permukaan bidang kontak menjadi lebih besar (Ngapa, 2017). Menurut Handhoyo, dkk., (2005), kenaikan rasio Si/Al juga akan meningkatkan jumlah situs asam pada zeolit itu sendiri. Situs asam ini berfungsi sebagai pusat aktif dalam zeolit. Dengan peningkatan situs asam, keaktifan zeolit juga meningkat. Larutan HCl 6 M digunakan untuk menghilangkan kontaminan, sehingga pori-pori zeolit terbuka dengan ukuran yang lebih besar dan oksida alumunium dalam kerangka kristal akan keluar dari struktur zeolit dan terlarut dalam larutan HCl 6 M. Larutan HCl dipilih karena mampu mengekstraksi Al dalam zeolit, yaitu mengubah Al dalam kerangka zeolit menjadi Al di luar kerangka zeolit dalam proses yang disebut dealuminasi. Setelah diberi HCl langkah selanjutnya pencucian zeolit alam dengan aquades hingga zeolit alam netral (pH 7) dan membutuhkan waktu sekitar 3 minggu sampai keadaan netral. Berikut reaksi yang pelepasan Al dari kerangka zeolit pada Gambar 4.1.



Gambar 4. 1 Reaksi pelepasan Al dari kerangka zeolit

Aktivasi zeolit alam secara fisika dilakukan dengan cara mengoven zeolit pada suhu 100°C dengan tujuan untuk menguapkan air yang tertinggal dalam poripori kristal zeolit agar menambah luas permukaan pori-pori zeolit (Wardhani, dkk, 2017). Kalsinasi zeolit alam pada suhu 500°C selama 5 jam dengan tujuan untuk mengaktifkan zeolit, meningkatkan efisiensi dan aktivitas katalitiknya dalam berbagai aplikasi, termasuk fotokatalisis, adsorpsi, pemurnian air, dan sebagainya. Zeolit alam yang telah dikalsinasi kemudian disimpan didesikator hingga beratnya konstan. Hasil aktivasi zeolit alam dapat dilihat pada Gambar 4.2b.

4.2 Pengembanan TiO₂/Zeolit Menggunakan Metode Sonikasi

Pengembanan TiO₂/Zeolit dilakukan dengan metode sonikasi menggunakan sonikator probe selama 30 menit dengan frequensi 20 KHz. TiO₂ anatas yang digunakan sebanyak 4 gram dan zeolit alam sebanyak 10 gram dengan perbandingan (2:5), serta pelarut etanol 96% (Merck). TiO₂ anatas dan zeolit alam diaduk menggunakan mortar agate selama 1 jam agar merata sehingga TiO₂ dapat teremban kedalam pori-pori zeolit, selanjutnya TiO₂/Zeolit disonikasi selama 30 menit. TiO₂/Zeolit yang telah disonikasi kemudian dioven selama 3 jam dengan suhu 110°C untuk menghilangkan pelarut dan dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 500°C diharapkan terbentuknya TiO₂ fasa anatas dan tidak merusak struktur yang telah terbentuk. Hasil sampel TiO₂/Zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.2c.



Gambar 4. 2 (a) Sampel zeolit alam preparasi, (b) Sampel zeolit alam aktivasi, (c) Sampel TiO₂/Zeolit hasil pengembanan dengan metode sonikasi

Sintesis TiO₂/Zeolit menggunakan sonikasi adalah proses di mana partikel titanium dioksida (TiO₂) dan zeolit disintesis dan dikombinasikan menggunakan metode sonikasi. Sonikasi melibatkan penggunaan gelombang suara ultrasonik yang dihasilkan oleh sonikator untuk menghasilkan pembentukan gelembung mikro di dalam larutan. TiO₂ yang telah disintesis dengan zeolit akan berada pada poripori zeolit atau yang ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4. 3 Model hasil sintesis TiO₂/Zeolit (Liao, dkk. 2019)

4.3 Karakterisasi Fotokatalis TiO₂/Zeolit 4.3.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD digunakan untuk mengetahui komposisi fasa kristal serta ukuran kristal dapat ditentukan dengan persamaan *Debye-Scherrer* dari fotokatalis TiO₂/Zeolit dengan cara membandingkan standar TiO₂ anatas dari COD no. 96-900-8214 dan difratogram sampel TiO₂ anatas. Standar zeolit alam moderenit dari ICDD no. 01-070-0232 dan difratogram sampel zeolit moderenit. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa fasa TiO₂ hasil sintesis yang terbentuk adalah fasa anatas dan zeolit yang terbentuk adalah fasa moderenit.

Berdasarkan Gambar 4.4 yang menunjukkan bahwa sampel fotokatalis TiO₂/Zeolit menghasilkan puncak khas dengan nilai intensitas tertinggi pada posisi

 $2\theta = 25.326$, sedangkan TiO₂ anatas pada posisi $2\theta = 25.342$. Hasil tersebut sesuai dengan standar ICDD zeolit moderenit no. 01-070-0232 yang ditandai puncak khas dengan nilai intensitas tertinggi pada posisi $2\theta = 25,645$.



Gambar 4. 4 Difratogram XRD TiO₂ anatas, TiO₂/Zeolit dan zeolit moderenit
Berdasarkan Gambar 4.4 difratogram TiO₂/Zeolit mengalami sedikit
pergeseran puncak dari 2θ = 25.342 menjadi 2θ = 25,362. Pergeseran posisi 2θ
dikarenakan perlakuan modifikasi dan impregnasi terhadap TiO₂/Zeolit. Pergeseran
ke arah kanan disebabkan peningkatan ukuran partikel dari TiO₂ dan TiO₂/Zeolit.



Perhitungan ukuran kristal ditentukan dengan persamaan *Debye-Scherrer* diperoleh hasil ukuran kristal sampel TiO₂ anatas sebesar 41,43 nm dan TiO₂/Zeolit sebesar 55,52 nm. Setelah modifikasi, TiO₂ teremban ke dalam pori-pori dari zeolit yang menyebabkan ukuran TiO₂ dan Zeolit menjadi lebih besar setelah modifikasi menjadi TiO₂/Zeolit dikarenakan TiO₂ telah teremban pada zeolit alam yang mengakibatkan ukuran kristal menjadi lebih besar.

4.3.2 Hasil Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis/DRS

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS digunakan untuk mengidentifikasi serapan sinar dan energi celah pita (band gap) pada TiO₂/Zeolit dari hasil sintesis. Karakterisasi UV-Vis DRS bertujuan untuk membandingkan band gap TiO₂ anatas dengan TiO₂/Zeolit yang disintesis. Pada karakterisasi UV-Vis DRS ini dilakukan pengukuran dengan panjang gelombang 200-800 nm. Terdapat 3 plot grafik yang dihasilkan dari karakterisasi UV-Vis DRS ini yaitu hubungan antara nilai reflektansi dengan panjang gelombang, hubungan faktor kubelka-munk (F(R)) dengan panjang gelombang dan penentuan energi celah pita (band gap).



Gambar 4. 6 Grafik hubungan antara % reflektansi dengan panjang gelombang Grafik hubungan antara nilai reflektansi dengan panjang gelombang

ditunjukkan pada Gambar 4.6 yang dapat dilihat bahwa terdapat sedikit perubahan pada TiO₂ anatas dan TiO₂/Zeolit pada daerah sinar tampak. Perubahan terjadi pada panjang gelombang 400-700 nm, hal ini berarti TiO₂/Zeolit memiliki %reflektansi yang lebih rendah dan memungkinkan untuk lebih efektif dalam uji fotodegradasi.



Gambar 4. 7 Grafik hubungan faktor kubelka-munk (F(R)) dengan panjang gelombang

Grafik kedua menunjukan hubungan faktor (F(R)) dengan panjang gelombang menggunakan teori *kubelka-munk* yaitu persamaan yang menyatakan nilai F(R) sebanding dengan koefisien absorpsi per scattering (k/s). Gambar 4.7 menunjukkan analisa hubungan faktor kubelka-munk dengan panjang gelombang untuk mempelajari sifat serapan sampel padatan. Grafik menunjukkan pada sampel fotokatalis TiO₂ dan TiO₂/Zeolit hampir sama pada panjang gelombang 200-390 nm yang mempunyai per scattering yang sangat tinggi, akan tetapi TiO₂/Zeolit lebih tinggi sedikit dibandingkan TiO₂ anatas. Sedangkan pada panjang gelombang 390-700 nm, TiO₂/Zeolit masih mempunyai nilai koefisien absorbsi per *scattering* meskipun nilainya sedikit. Hal ini menandakan bahwa TiO₂/Zeolit masih mampu menyerap pada daerah sinar UV, sedangkan di daerah sinar tampak TiO₂/Zeolit mampu menyerap meskipun hanya sedikit.



Gambar 4. 8 Grafik penentuan celah pita

Grafik ketiga menunjukkan penentuan energi celah pita (band gap) yang dapat diperoleh dengan memplotkan garis lurus yang memotong sumbu X pada grafik hubungan antara energi (eV) dengan $(F(R)*hv)^{1/2}$. Pada grafik ini

menunjukkan bahwa TiO₂ anatas memiliki Eg = 3,31 eV dan TiO₂/Zeolit memiliki Eg = 3,29 eV. Hal ini menunjukkan TiO₂/Zeolit memiliki energi celah pita yang lebih kecil dibandingkan TiO₂ anatas sehingga fotokatalis TiO₂/Zeolit lebih efektif untuk uji aktivitas fotodegradasi. Pengembanan zeolit berfungsi untuk memperluas permukaan fotokatalis, ketika TiO₂ terdistribusi dalam zeolit, terjadi interaksi antara TiO₂ dan zeolit pada antarmuka mereka. Interaksi ini dapat mengubah struktur pada antarmuka dan memengaruhi tingkat energi elektron-elektron dalam TiO₂ ini dapat mengebabkan perubahan dalam distribusi energi band gap dalam TiO₂, yang dapat mengakibatkan penurunan band gap.

4.3.3 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRF (X-Ray Fluoresence)

Karakterisasi menggunakan XRF digunakan untuk mengidentifikasi kandungan penyusun serta kandungan pengotor yang ada pada sampel hasil sintesis. Hasil dari karakterisasi menggunakan XRF ini dihasilkan komponen penyusun dari senyawa material TiO₂ anatas, TiO₂/Zeolit, zeolit sebelum aktivasi, zeolit aktivasi yang dapat dilihat pada Tabel 4.1.

	Konsentrasi (%)				
Unsur dan senyawa	Zeolit sebelum aktivasi	Zeolit aktivasi	TiO ₂ anatas	TiO ₂ /Zeolit	
Al	8,4	-	-	3,6	
Si	57,3	65	-	22,5	
Κ	9,65	11,6	0,18	3,1	
Ca	8,99	10,7	0,11	2,56	
Ti	0,98	1,1	98,17	63,64	
V	0,02	0,03	-	-	
Cr	0,06	-	-	-	
Mn	0,41	0,27	-	0,13	
Fe	12,8	9,73	-	3,85	
Cu	0,098	0,11	-	0,066	
Zn	0,05	0,03	-	0,08	
Sr	0,85	1	-	0,36	
Ba	0,08	0,2	-	-	
Eu	0,3	0,1	-	-	
Re	-	0,2	-	0,1	
Os	-	-	0,76	-	

Tabel 4. 1 Kandungan unsur dalam TiO₂ anatas, TiO₂/Zeolit, zeolit sebelum aktivasi, zeolit aktivasi

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat simpulkan bahwa pada proses aktivasi zeolit berhasil menghilangkan pengotor zeolit yaitu Cr. Pada TiO₂ anatas dapat dilihat sebelumnya tidak terdapat unsur dari zeolit yang menandakan sintesis TiO₂/Zeolit telah berhasil, yang ditandai dengan persentase Si dan Ti pada data TiO₂/Zeolit yang tinggi yaitu sebesar 22,5% dan 63,64%. Pada TiO₂/Zeolit unsur Al muncul karena pada zeolit aktivasi sebenarnya konsentrasi Al masih ada, akan tetapi terbilang sangat kecil, sehingga tidak tertulis pada hasil karakterisasi. Dugaan terdapat Al dengan konsentrasi 3,6% pada TiO₂/Zeolit karena proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam yang menggunakan cawan porselen dengan tutup alumunium foil yang mengakibatkan konsentrasi Al menjadi 3,6%.

4.4 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO₂/Zeolit pada Degradasi *Methyl Violet* 4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methyl Violet*

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Konsentrasi *methyl violet* yang digunakan untuk menguukur panjang gelombang maksimum adalah 10 ppm dengan pelarut aquades.

Berdasarkan Gambar 4.9 dapat diketahui panjang gelombang maksimum yang didapat adalah 589,9 nm. Hal tersebut menandakan sesuai dengan penelitian Shirsath, dkk, (2013) yang telah melakukan pengukuran panjang gelombang maksimum *methyl violet* sebesar 590 nm.



Gambar 4. 9 Grafik panjang gelombang maksimum methyl violet

4.4.2 Pembuatan Kurva Standar Methyl Violet

Pembuatan kurva standar *methyl violet* dilakukan dengan cara mengukur absorbansi larutan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan konsentrasi 0,5; 1; 2; 4; 8; 10 ppm pada panjang gelombang maksimum yang telah diukur sebelumnya yaitu 589,9 nm dan standar blanko menggunakan pelarut aquades. Nilai absorbansi yang diperoleh digunakan untuk menentukan persamaan linier y = ax + b, dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi sampel. Hasil kurva standar *methyl violet* dapat dilihat pada Gambar 4.8.



Gambar 4. 10 Kurva standar methyl violet

Grafik kurva standar *methyl violet* paa Gambar 4.10 menunjukkan bahwa sumbu x sebagai konsentrasi dan sumbu y sebagai absorbansi. Persamaan regresi linier yang didapat dari kurva standar *methyl violet* adalah y = 0,1893x – 0,0564 dengan koefisien regresi $R^2 = 0,9989$. Koefisien regresi (R^2) yang mendekati 1 menandakan persamaan regresi dapat digunakan sebagai penentuan konsentrasi *methyl violet* dalam pengkukuran menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada proses uji fotodegradasi.

4.4.3 Penentuan Lama Waktu Penyinaran

Pada tahapan penentuan lama waktu penyinaran dilakukan uji aktivitas fotokatalis TiO₂/Zeolit yang akan mendegradasi *methyl violet* dengan menggunakan sinar dari lampu UV. Penentuan lama waktu penyinaran dilakukan dengan cara menambahkan 25 ml *methyl violet* dengan konsentrasi *methyl violet* yang digunakan adalah 10 ppm dan menambahkan 25 mg TiO₂/Zeolit pada setiap variasi waktu penyinaran 40, 80, 120, 150 dan 180 menit dengan pengadukan

menggunakan magnetic stirrer dan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Hasil fotodegradasi *methyl violet* menggunakan katalis TiO₂/Zeolit dengan variasi lama waktu penyinaran sebagai berikut:





Berdasarkan data grafik diatas hasil persen degradasi *methyl violet* meningkat seiring dengan bertambahnya waktu lama penyinaran. Persen degradasi optimum pada penelitian ini didapatkan pada lama waktu penyinaran 150 menit dengan persen degradasi sebanyak 98,27%. Menurut data diatas, semakin lama penyinaran yang dilakukan maka hasil yang didapatkan semakin baik karena semakin banyak radikal hidroksil yang dihasilkan untuk mendegradasi *methyl violet*. Hal tersebut dikarenakan semakin lama waktu kontak antara foton dengan katalis sehingga semakin banyak pula menggasilkan elektron dan hole. Akibatnya, OH radikal (•OH) yang dihasilkan juga semakin banyak. Semakin lama penyinaran yang kontak dengan sampel, maka radikal hidroksil (•OH) yang dihasilkan semakin banyak sehingga proses pendegradasian semakin optimum (Permai, dkk, 2012). Radikal (•OH) yang dihasilkan kemudian menyerang molekul *methyl violet* dan mendegradasi *methyl violet* menjadi senyawa yang lebih sederhana. Pada waktu 180 menit sedikit mengalami penurunan dengan persen degradasi sebesar 97,17%. Hal tersebut disebabkan rekombinasi elektron/hole (e./h+) dan pelepasan kembali molekul-molekul yang telah berikatan dengan gugus aktif pada adsorben akan terlepas kembali ke larutan sehingga persen degradasi akan menurun. Pada proses rekombinasi elektron dan hole menyebabkan elektron yang telah tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi akan turun kembali ke pita valensi yang menyebabkan fotokatalis kehilangan kemampuan redoksnya dengan menghasilkan energi panas atau foton (Setiyawati, dkk., 2020). Hasil optimum yang diperoleh dari penentuan lama waktu penyinaran adalah 150 menit dan akan digunakan sebagai acuan uji fotodegradasi variasi penentuan massa fotokatalis dan penentuan konsentrasi *methyl violet*.

Hasil uji menggunakan ANOVA dengan SPSS, pada Tabel 4.2 diperoleh nilai probabilitas (sig.) sebesar 0.00 < 0.05. Maka dapat disimpulkan bahwa H0 ditolak atau H1 diterima yang artinya terdapat minimal satu komposisi atau satu perlakuan yang memiliki perbedaan signifikan.

Degradasi						
Tukey HSD ^a						
Waktu	Ν	Subset for $alpha = 0.05$		Notasi		
		1	2			
40 Menit	3	90.3293		а		
80 Menit	3	92.5590		а		
120 Menit	3		95.8688	b		
150 Menit	3		98.2705	b		
180 Menit	3		97.1618	b		
Sig.		.245	.193			

Tabel 4. 2 Signifikansi lama waktu penyinaran

Berdasarkan data Tukey tersebut, dapat diinterpretasikan sebagai berikut:

- Waktu 40 menit memiliki perbedaan yang signifikan dengan waktu 120 menit, 150 menit dan 180 menit dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Waktu 80 menit memiliki perbedaan yang signifikan dengan waktu 120 menit, 150 menit dan 180 menit dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- 3. Waktu 120 menit memiliki perbedaan yang signifikan dengan waktu 40 menit dan 80 menit dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- 4. Waktu 150 menit memiliki perbedaan yang signifikan dengan waktu 40 menit dan 80 menit dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- 5. Waktu 180 menit memiliki perbedaan yang signifikan dengan waktu 40 menit dan 80 menit dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.

4.4.4 Penentuan Massa Fotokatalis

Pada tahapan massa optimum katalis dilakukan untuk mendegradasi 25 ml methyl violet dengan konsentrasi 10 ppm, lama waktu penyinaran dengan lampu UV selama 150 menit dan pengadukan menggunakan magnetic stirrer dengan variasi massa fotokatalis yang digunakan adalah 10, 15, 20 dan 25 mg yang dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Hasil fotodegradasi methyl violet menggunakan katalis TiO₂/Zeolit dengan variasi massa katalis sebagai berikut:


Gambar 4. 12 Grafik hasil penentuan massa katalis

Berdasarkan data grafik diatas hasil persen degradasi *methyl violet* meningkat seiring dengan bertambahnya massa katalis yang digunakan untuk mendegradasi *methyl violet*. Persen degradasi optimum pada penelitian ini didapatkan pada massa katalis sebesar 20 mg dengan persen degradasi sebesar 99,48%. Menurut data diatas, semakin banyak massa katalis yang digunakan maka semakin tinggi persen degradasi karena semakin banyak OH radikal (•OH) yang terbentuk maka jumlah molekul zat warna yang terdegradasi akan semakin banyak atau meningkat. Pada massa katalis 25 mg terjadi sedikit penurunan karena jumlah fotokatalis yang berlebih dapat mengakibatkan kekeruhan pada larutan zat warna sehingga dapat menyebabkan penumpukan partikel-partikel fotokatalis yang dapat menghambat akses sinar UV ke permukaan aktif fotokatalis yang dapat mengurangi reaksi fotodegradasi. Pembentukan radikal hidroksil (•OH) yang terbentuk juga menjadi lebih sedikit, karena itu persen penurunan intensitas zat warna juga ikut menurun (Teng Ong, dkk., 2012). Hasil uji menggunakan ANOVA dengan SPSS, pada Tabel 4.3 diperoleh nilai probabilitas (sig.) sebesar 0.007 > 0.05. dapat disimpulkan bahwa H0 diterima yang artinya variasi massa fotokatalis memiliki perbedaan tidak siginifikan atau tidak berbeda nyata.

% Degradasi									
Tukey HSD ^a									
		Subset for a							
Massa Katalis (mg)	Ν	1	2	notasi					
10 mg	3	95.4205	95.4205						
15 mg	3	97.8713	97.8713	ab					
20 mg	3		99.4741	b					
25 mg	3		98.8156	b					
Sig.		.082	.313						

Tabel 4. 3 Signifikansi massa katalis (mg)

Berdasarkan data Tukey tersebut, dapat diinterpretasikan sebagai berikut:

- Massa katalis 10 mg memiliki perbedaan yang signifikan dengan massa katalis 20 mg dan 25 mg dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Massa katalis 15 mg memiliki perbedaan yang tidak signifikan dengan massa katalis 10 mg, 25 mg dan 20 mg dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Massa katalis 20 mg memiliki perbedaan yang signifikan massa katalis 10 mg dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Massa katalis 25 mg memiliki perbedaan yang signifikan massa katalis 10 mg dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.

4.4.5 Penentuan Konsentrasi Zat Warna (*Methyl Violet*)

Pada tahapan konsentrasi zat warna *methyl violet* dilakukan untuk mendapatkan konsentrasi optimum yang dapat didegradasi dengan penyinaran lampu UV selama 150 menit, massa fotokatalis sebanyak 20 mg dan pengadukan menggunakan magnetic stirrer dengan variasi konsentrasi zat warna yang digunakan adalah 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm yang dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Hasil fotodegradasi *methyl violet* menggunakan katalis TiO₂/Zeolit dengan variasi konsentrasi zat warna sebagai berikut:



Gambar 4. 13 Grafik hasil penentuan konsentrasi zat warna

Berdasarkan data grafik diatas hasil persen degradasi dari 5 ppm ke 25 ppm terus menurun, hal ini dikarenakan jumlah molekul zat warna semakin banyak pada konsentrasi tinggi yang mengakibatkan molekul zat warna menutupi permukaan fotokatalis TiO₂/Zeolit. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Andari (2019) banyaknya molekul zat warna menyebabkan kompetisi antar molekul zat warna untuk teradsorbsi oleh katalis TiO₂/Zeolit semakin besar yang menyebabkan proses degradasi semakin menurun. Konsentrasi zat warna semakin

tinggi maka menyebabkan kurangnya pembentukan pasangan *hole* (h_{Vb}) dan elektron (e^{-}) yang mengakibatkan OH radikal yang dihasilkan semakin sedikit.

Hasil uji menggunakan ANOVA dengan SPSS, pada Tabel 4.4 diperoleh nilai probabilitas (sig.) sebesar 0.00 < 0.05. Maka dapat disimpulkan bahwa H0 ditolak atau H1 diterima yang artinya terdapat minimal satu komposisi atau satu perlakuan yang memiliki perbedaan signifikan.

% Degradasi									
Tukey HSD ^a									
Konsentrasi Zat Warna	Ν	1	2	3	notasi				
25 ppm	3	51.7965			а				
20 ppm	3		77.0472		b				
15 ppm	3			97.0982	с				
10 ppm	3			99.7384	с				
5 ppm	3			99.9558	с				
Sig.		1.000	1.000	.949					

Tabel 4. 4 Signifikansi konsentrasi zat warna

Berdasarkan data Tukey tersebut, dapat diinterpretasikan sebagai berikut:

- Konsentrasi zat warna 25 ppm memiliki perbedaan yang signifikan dengan konsentrasi zat warna 20 ppm, 15 ppm, 10 ppm dan 5 ppm dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Konsentrasi zat warna 20 ppm memiliki perbedaan yang signifikan dengan konsentrasi zat warna 25 ppm, 15 ppm, 10 ppm dan 5 ppm dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Konsentrasi zat warna 15 ppm memiliki perbedaan yang signifikan dengan konsentrasi zat warna 25 ppm dan 20 ppm dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.

- Konsentrasi zat warna 10 ppm memiliki perbedaan yang signifikan dengan konsentrasi zat warna 25 ppm dan 20 ppm dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Konsentrasi zat warna 5 ppm memiliki perbedaan yang signifikan dengan konsentrasi zat warna 25 ppm dan 20 ppm dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.

4.4.6 Uji Efektivitas Fotodegradasi Methyl Violet pada Kondisi Optimum

TiO₂/Zeolit, Zeolit, TiO₂ dan Tanpa Katalis

Pada tahapan uji efektivitas fotodegradasi ini dilakukan pada kondisi optimum dengan TiO₂/Zeolit, zeolit dan tanpa katalis. Semua perlakuan yang dilakukan dalam kondisi optimum yang telah didapat sebelumnya. Perbandingan ini untuk mengetahui penambahan TiO₂/Zeolit dapat lebih efektif dalam mendegradasi *methyl violet* dibandingkan penambahan zeolit, TiO₂ dan tanpa katalis. Hasil uji efektivitas fotodegradasi *methyl violet* pada kondisi optimum TiO₂/Zeolit, zeolit, TiO₂ dan tanpa katalis dapat dilihat pada Gambar 4.12.



Gambar 4. 14 Hasil uji efektivitas fotodegradasi methyl violet pada kondisi optimum

Berdasarkan data diatas dapat dilihat bahwa degradasi methyl violet tanpa katalis menghasilkan persen degradasi paling rendah yaitu sebesar 14,42%. Hal ini dikarenakan *methyl violet* dapat terdegradasi oleh sinar UV meskipun hanya sedikit. Degradasi terjadi karena interaksi antara sinar UV dengan struktur kimia molekul methyl violet. Proses ini melibatkan reaksi fotokimia di mana energi sinar UV diserap oleh molekul *methyl violet*, menghasilkan perubahan dalam ikatan dan struktur molekul tersebut. Pada data zeolit dan TiO₂ didapatkan hasil degradasi sebesar 92,18% dan 98,7%, hal ini disebabkan zeolit mempunyai sifat adsorpsi dan fotodegradasi dari oksida-oksida yang terkandung dalam zeolit tersebut. Sedangkan pada TiO₂ persen degradasi yang besar menunjukkan bahwa TiO₂ mampu mendegradasi methyl violet disebabkan TiO₂ mempunyai band gap 3,31 eV yang dapat mendegradasi *methyl violet* di daerah serapan sinar UV. TiO₂ mempunyai sifat semikonduktor yang dapat menyerap energi cahaya, terutama sinar UV, ketika TiO₂ terkena sinar UV maka energi cahaya/foton diabsropsi oleh TiO₂ dan menghasilkan pasangan hole (h+vb) dan elektron (e-) yang mengakibatkan OH radikal dihasilkan semakin banyak untuk mendegradasi methyl violet.

Pada data TiO₂/Zeolit dihasilkan persen degradasi sebesar 99,74%, hal ini dikarenakan pengembanan TiO₂ pada permukaan zeolit dapat menurunkan band gap pada TiO₂ yang awalnya sebesar 3,31 eV menjadi 3,29 eV yang menunjukkan bahwa energi yang diperlukan untuk elektron dari pita valensi ke pita konduksi telah berkurang. Menurut Damayanti, dkk, (2014) pada katalis TiO₂/Zeolit ini menunjukkan bahwa dengan pengembanan maka kemampuan degradasi dari fotokatalis TiO₂ dapat meningkat karena terjadi proses fotokatalitik dan proses adsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO₂/Zeolit. Pengembanan TiO₂ terhadap zeolit dapat meningkatkan efisiensi degradasi, zeolit digunakan sebagai pengemban dapat memperluas permukaan dan meningkatkan penyebaran TiO₂.

Hasil uji menggunakan ANOVA dengan SPSS, pada Tabel 4.5 diperoleh nilai probabilitas (sig.) sebesar 0.00 < 0.05. Maka dapat disimpulkan bahwa H0 ditolak atau H1 diterima yang artinya terdapat minimal satu komposisi atau satu perlakuan yang memiliki perbedaan signifikan.

%Degradasi									
Tukey HSD ^a									
		Sub							
Efektivitas	Ν	1	2	3	notasi				
Tanpa Katalis	3	14.4144			а				
Zeolit	3		92.1751		b				
TiO ₂	3			98.7040	с				
TiO ₂ /Zeolit	3			99.7384	с				
Sig.		1.000	1.000	.618					

Tabel 4. 5 Signifikansi efektivitas fotodegradsi *methyl violet* pada kondisi optimum

Berdasarkan data Tukey tersebut, dapat diinterpretasikan sebagai berikut:

- Efektivitas tanpa katalis memiliki perbedaan yang signifikan dengan efektivitas zeolit, TiO₂, dan TiO₂/Zeolit dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- Efektivitas zeolit memiliki perbedaan yang signifikan dengan efektivitas tanpa katalis, TiO₂, dan TiO₂/Zeolit dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- 3. Efektivitas TiO₂ memiliki perbedaan yang signifikan dengan zeolit dan tanpa katalis dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.

- Efektivitas TiO₂/Zeolit memiliki perbedaan yang signifikan dengan zeolit dan tanpa katalis dikarenakan berada pada tabel subset yang berbeda.
- 5. Efektivitas TiO_2 dan TiO_2 /Zeolit memiliki perbedaan tidak signifikan.

Hasil efektivitas TiO₂ dan TiO₂/Zeolit tidak berbeda signifikan kemungkinan karena dosis katalis 20 mg mungkin sudah berlebih sehingga aktivitasnya jenuh dan memberikan degradasi tinggi yang tidak berbeda jauh pada katalis TiO₂ dan TiO₂/Zeolit (Houas., dkk. 2001). Waktu kontak 150 menit terlalu lama sehingga katalis TiO₂ dan TiO₂/Zeolit sudah mencapai degradasi maksimal (Daneshvar., dkk. 2004). Konsentrasi larutan metil violet mungkin terlalu rendah, sehingga dengan jumlah katalis berlebih, efisiensi degradasi bisa mencapai 100% untuk keduanya. Interaksi antara TiO₂ dan zeolit pada komposit TiO₂/zeolit mungkin masih lemah, sehingga peningkatan aktivitasnya tidak terlalu besar dibanding TiO₂ murni.

4.5 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Penelitian pemanfaatan fotokatalis TiO₂/zeolit dengan hasil degradasi 99,74% terbukti dapat mendegradasi zat warna *methyl violet* menjadi senyawa yang lebih aman bagi lingkungan. Manusia memiliki kemampuan untuk mensintesis material sebagai bentuk dari karunia akal dan pikiran yang diberikan oleh Allah SWT. Kemampuan ini manusia dituntut untuk selalu bertanggung jawab atas tindakan mereka dan menjaga bumi dari kerusakan. Sebagaimana Allah SWT berfirman pada surat Al-A'raf Ayat 74:

وَٱذْكُرُوٓاْ إِذْ جَعَلَكُمْ خُلَفَآءَ مِنْ بَعْدِ عَادٍ وَبَوَّأَكُمْ فِي ٱلْأَرْضِ تَتَّخِذُونَ مِن سُهُولِمَا قُصُورًا وَتَنْحِتُونَ ٱلجْبِبَالَ بُيُوتَامِفَٱذْكُرُوٓاْ ءَالَآءَ ٱللَّهِ وَلَا تَعْثَوْاْ فِي ٱلْأَرْضِ مُفْسِدِينَ

Artinya: "Dan ingatlah olehmu di waktu Tuhan menjadikan kamu pengganti-pengganti (yang berkuasa) sesudah kaum 'Aad dan memberikan tempat bagimu di bumi. Kamu dirikan istana-istana di tanah-tanahnya yang datar dan kamu pahat gunung-gunungnya untuk dijadikan rumah; maka ingatlah nikmat-nikmat Allah dan janganlah kamu merajalela di muka bumi membuat kerusakan."

Shihab (2002) dalam tafsir al-Misbah telah menafsirkan surat Al-A'raf Ayat 74. Pada ayat tersebut dapat diketahui bahwa Allah Swt. menjadikan kalian pewaris-pewaris negeri 'Ad. Dia menurunkan kalian di sebuah negeri sebagai tempat tinggal yang indah. Tanah-tanahnya yang datar kalian jadikan istana-istana yang megah. Gunung-gunungnya kalian pahat untuk dijadikan rumah-rumah. Maka ingatlah nikmat-nikmat Allah ketika Dia menempatkan kalian di negeri seperti itu. Janganlah kalian berlaku semena-mena di muka bumi ini dengan menjadi perusak.

Manusia yang memiliki tanggung jawab sebagai khalifah di bumi, penelitian fotokatalis dapat diartikan sebagai bagian dari usaha manusia untuk memahami dan mengembangkan teknologi yang ramah lingkungan guna menjaga keberlanjutan dan keseimbangan alam. Dengan menggunakan ilmu pengetahuan dan teknologi, manusia dapat bertanggung jawab dalam mengatasi masalah lingkungan dan mencari solusi untuk mengurangi dampak negatif dari aktivitas manusia terhadap bumi dan lingkungannya. Adanya penelitian ini dapat menjadi suatu bentuk tanggung jawab manusia terhadap lingkungan dengan apa yang sebelumnya dikerjakan.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan hasil waktu penyinaran terbaik yang diperlukan TiO₂/Zeolit dalam mendegradasi *methyl violet* yaitu selama 150 menit dengan nilai persen degradasi sebesar 98,27%. Hasil massa optimum fotokatalis TiO₂/Zeolit dalam mendegradasi *methyl violet* yaitu sebesar 20 mg dengan nilai persen degradasi sebesar 99,48%. Hasil optimum pada konsentrasi zat warna *methyl violet* yang mampu terdegradasi oleh TiO₂/Zeolit yaitu 10 ppm, dengan nilai persen degradasi sebesar 99,74%.

5.2 Saran

- Aktivasi zeolit menggunakan HCl 6M membutuhkan waktu yang cenderung lama dan dibutuhkan pengukuran pH yang tepat, sebaiknya menggunakan indikator untuk mengukur pH zeolit lebih dari satu.
- Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dan aspek-aspek yang belum optimal dalam penelitian ini.
- Perlu dilakukan percobaan uji regenerasi fotokatalis TiO₂/Zeolit untuk digunakan kembali hingga hasilnya menurun.
- 4. Perlu dilakukan uji waktu kestabilan untuk *methyl violet* pada ruang gelap.
- 5. Perlu dilakukan uji statistik untuk mengukur yang paling optimal ketika sudah mendapat data.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbad, S., Guergouri, K., Gazaout, S., Djebabra, S., Zertal, A., Barille, R., dan Zaabat, M. 2020. Effect of Silver Doping on The Photocatalytic Activity of TiO₂ Nanopowders Synthesized by The Sol-Gel Route. *Journal Envirimental Chemistry and Engineering*, 8(3): 1-7.
- Ahmad, M. M., Mushtaq, S., Al Qahtani, H. S., Sedky, A., dan Alam, M. W. 2021. Investigation of TiO₂ Nanoparticles Synthesized by Sol-Gel Method for Effectual Photodegradation, Oxidation and Reduction Reaction. *Crystals*. 11(12): 1-16.
- Ali, I., Suhail, M., Alothman, Z.A., Alawarthan, A. 2018. Recent Advances in Synthesis, Properties and Applications of TiO₂ Nanostructures. *Royal Society of Chemistry Advances*, 8(53): 30125-3014.
- Andari, N. D. 2019. Fotokatalis TiO₂-zeolit untuk Degradasi Metilen Biru. *Chemistry progress*, 7(1).
- Ash-Shiddieqy, H. 2000. *Tafsir al-Qur'anul Majid An-Nur, Jilid 2. Cetakan Kedua. Edisi Kedua.* Semarang: Pustaka Rizki Putra.
- Aslam, M., Ismail, I. M. I., Chandrasekaran, S., dan Hameed, A. 2014. Morphology Controlled Bulk Synthesis of Disc-Shaped WO₃ Powder and Evolution of Its Photocatalytic Activity for The Degradation of Phenols. *Journal of Hazardous Material*, 276: 120-128.
- Bang, J. H., dan Suslick, K. S. 2010. Applications of Ultrasound to The Synthesis of Nanostructured Materials. *Advanced Materials*, 22(10): 1039-1059.
- Blitz, J. P. 1998. *Diffuse Reflectance Spectroscopy. Modern Techniques in Applied Molecular Spectroscopy*. Mirabella, F. M., Ed. New York: John Wiley & Sons.
- Bouasla, C., Samar, M. E. H., dan Ismail, F. 2010. Degradation of Methyl Violet 6B Dye by The Fenton Process. *Desalination*, 254(1-3): 35-41.
- Bourikas, K., Kordulis, C., Lycourghiotis, A. 2014. Titanium Dioxide (Anatase and Rutile): Surface Chemistry, Liquid-Solid Interface Chemistry, and Scientific Synthesis of Supproted Catalysts. *Chemical Reviews*, 114(19): 9754-823.
- Brono, H. 2010. *Mewarnai Batik Dengan Indigofera*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Budiman, S., Suryasaputra, D., & Ristianti, D. 2014. Fotodegradasi Zat Warna Tekstil dengan Fotokatalis TiO₂, Al₂O₃ dan H₂O₂. SNIJA. ISBN 978-602-70361-0-9
- Carp, O., Huisman, C. L., dan Reller, A. 2004. Photoinduced Reactivity of Titanium Dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*, 32(1-2): 33-177.

- Chen, Y. F., Lee, C. Y., Yeng, M. Y., dan Chiu, H. T. 2003. The Effect of Calcination Temperature on The Crystallinity of TiO₂ Nanopowders. *Journal of Crystal Growth*, 247(3-4): 363-370.
- Chun, H., Yizhong, W., dan Hongxiao, T. 2000. Destruction of Phenol Aqueous Solution by Photocatalysis or Direct Photolysis. *Chemosphere*, 41(8): 1205-1209.
- Chung, D. D. L. 2017. Carbon Composites: Composites with Carbon Fibers, Nanofibers and Nanotubes, Second Edition. Britania Raya: Butterworth-Heinemann.
- Damayanti, C. A., Wardhani, S., & Purwonugroho, D. 2014. Pengaruh konsentrasi TiO2 dalam zeolit terhadap degradasi methylene blue secara fotokatalitik (Doctoral dissertation, Brawijaya University).
- Daneshvar, N., Rabbani, M., Modirshahla, N., & Behnajady, M. A. 2004. Kinetic modeling of photocatalytic degradation of Acid Red 27 in UV/TiO2 process. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 168(1-2), 39-45.
- Ding, H., Sun, H., dan Shan, Y. 2005. Preparation and Characterization of Mesoporous SBA-15 Supported Dye-Sentisized TiO₂ Photocatalyst. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 169(1): 101-107.
- Dony, N., Azis, H., Syukri. 2013. Study Fotodegradasi Biru Metilen di Bawah Sinar Matahari Oleh ZnOSnO₂ yang Dibuat dengan Metoda Solid State Reaction. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 297-303.
- Faridah, Mukaromah, A. H., dan Sulistyaningtyas, A. R. 2018. Photocatalytic Degradation Cr(VI) by ZSM-5 Impregnated TiO₂ in Various UV-Irradiation Time. Seminar Nasional Edusaintek, ISBN: 978-602-5614-35-4
- Fatimah, H. 2020. Aktivitas degradasi zat warna indigosol biru menggunakan fotokatalis tio2-zeolit alam (Doctoral dissertation, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).
- Fatimah, I., & Wijaya, K. 2005. Sintesis TiO2/zeolit sebagai fotokatalis pada pengolahan limbah cair industri tapioka secara adsorpsi-fotodegradasi. *Teknoin*, 10(4).
- Fatimah, S., Ragadhita, R., Al Huseini, D. F., dan Nandiyanto, A. B. D. 2022. How to Calculate Crystallite Size from X-Ray Diffraction (XRD) Using Scherrer Method. ASEAN Journal of Science and Engineering, 2(1): 65-76.
- Firnando, H. G., dan Astuti. 2015. Pengaruh Suhu pada Proses Sonikasi Terhadap Morfologi Partikel dan Kristalinitas Nanopartikel Fe₃O₄. *Jurnal Fisika Unand*, 4(1): 1-5.

- Fujishima, A., dan Zhang, X. 2006. Titanium Dioxide Photocatalysis: Present Situation and Future Approaches. *Comptes Rendus Chimie*, 9(5-6): 750– 760.
- Fujishima, A., Rao, T. N., dan Tryk, D. A. 2000. Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal of Photocemistry and Photobiology C*, 1(1): 1-21.
- Fujishima, A., Zhang, X., dan Tryk, D. A. 2007. Heterogeneous Photocatalysis: from Water Photolysis to Applications in Environmental Cleanup. *International Journal of Hydrogen Energy*, 32(14): 2664–2672.
- Fujishima, A., Zhang, X., Tryk, D.A. 2008. TiO₂ Photocatalysis and Related Surface Phenomena. *Surface Science Reports*, 63(12): 515–582.
- Gao, Y., dan Liu, H. 2005. Preparation and Catalytic Property Study of A Novel Kind of Suspended Photocatalyst of TiO₂-Activated Carbon Immobilized on Silicone Rubber Film. *Material Chemistry and Physics*, 92(2-3): 604-608.
- Ghazali, B. 1996. *Lingkungan Hidup dalam Pemahaman Islam*. Jakarta: Pedoman Ilmu Jaya.
- Guo, Y. G., Hu, Y. S., Sigle, W., dan Maeir, J. 2007. Superior Electrode Performance of Nanostructured Mesoporous TiO₂ (Anatase) trough Efficient Hierarchical Mixed Conducting Networks. *Advanced Materials*, 19(16): 2087-2091.
- Hagen, J. 2006. *Industrial Catalysis: A Practical Approach/Jens Hagen, 2nd Ed.* Weinheim: Wiley.
- Hanaor, D. A. H., dan Sorrell, C. C. 2010. Review of The Anatase to Rutile Phase Transformation. *Journal of Material Science*, 46(4): 855-874.
- Handhoyo, R., Prijatama, H., Sofiyah, S., Nurlela, I., Yusianita, N., Amelia, R., & Komala, R. 2005. Peningkatan rasio Si/Al zeolit alam mordenit sebagai bahan dasar zeolit katalis. Jurnal Zeolit Indonesia, 4(1), 19-24.
- Haque, M. M., dan Muneer, M. 2007. Photodegradation on Norfloxacin in Aqueous Suspension of Titanium Dioxide. *Journal of Hazardous Materials*, 145(1-2): 51-57.
- Hashimoto, K., Irie, H., dan Fujishima, A. 2005. TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. *Japanese Journal of Applied Physics*, 44(12): 8269–8285
- He, R. A., Cao, S., Zhou, P., Yu, J. 2014. Recent Advances in Visible Light Bi-Based Photocatalysts. *Chinese Journal of Catalysis*, 35(7): 989-1007.

Houas, A., Lachheb, H., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C., & Herrmann, J. M. 2001. Photocatalytic degradation pathway of methylene blue in water. *Applied Catalysis B: Environmental*, *31*(2), 145-157

- Huang, D., Wang, Y. J., Cuo, Y. C., dan Luo, G. S. 2008. Direct Synthesis of Mesoporous TiO₂ and Its Catalytic Performance in DBT Oxidative Desulfurization. *Microporous Mesoporous Material*, 116(1-3): 378-385.
- Hussain, H. M., dan Mohammed, A. A. K. 2019. Preparation and Characterization of Mordenite Zeolite from Iraqi Sand. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 518(6): 1-9.
- Ikhsan, J., LFX, E. W., & Sunarto, S. 2014. Effect of Mordan Synthesis Of Canned Waste to Power Ikat dan Laju Removed Methyl Violet Color Dyes By Fabric Fiber Effect Of Mordan Synthesis Of Canned Waste To Power. Jurnal Penelitian Saintek, 19(1).
- Inggarwati, E. D., Istighfarini, V. N., & Prasetyo, A. 2020. Sintesis komposit Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ dengan metode sonikasi. *Jurnal Ilmu Dasar*, *21*(2), 81-86.
- Ismawati, R. 2018. Zeolite: Structure and Potential in Agriculture. *Jurnal Pena Sains*, 5(1): 58-64.
- Joseph, C. G., Liew, Y. L. S., Bono, A., dan Teng, L. Y. 2013. Photodegradation of Indigo Dye Using TiO₂ and TiO₂/Zeolite System. *Asian Journal of Chemistry*, 25(15): 8402-8406.
- Joshi, K. M., Shirivastva, V. S. 2010. Removal of Hazardious Textile Dyes from Aqueous Solution by Using Commercial Activated Carbon With TiO₂ and ZnO as Photocatalyst. International Journal of Chem Tech Research, (2), 427-435.
- Kamegawa, T., Ishiguro, Y., Kido, R., dan Yamashita, H. 2014. Design of Composite Photocatalyst of TiO₂ and Y-Zeolite for Degradation of 2-Propanol in The Gas Phase under UV and Visible Light Irradiation. *Molecules*, 19(10): 16477-16488.
- Karanukaran, C., dan Senthilvelan. 2005. Photooxidation of Aniline on Alumina with Sunlight and Artificial UV Light. *Catalysis Communication*, 6(2): 159-165.
- Kautsar, A., Ramadhana, K., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2013. Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan TiO₂-Zeolite dengan Penambahan Ion Persulfat. *Kimia Student Journal*, 1(2): 168-174.
- Konstantinou, I. K., dan Albanis, T. A. 2004. TiO₂-Assisted Photocatalytic Degradation of Azo Dyes in Aqueous Solution: Kinetic and Menchanistic Investigations. *Applied Catalysis B*, 49(1): 1-14.
- Koohsaryan, E., dan Anbia, M. 2016. Nanosized and Hierarchical Zeolites: A Short Review. *Chinese Journal of Catalysis*, 37(4): 447-467.
- Krol, M. 2020. Natural Vs. Synthetic Zeolites. Crystals, 10(7): 622-629.

- Krýsa, J., Keppert, M., Štengl, V., dan Šubrt, J. 2004. The Effect of Thermal Treatment on The Properties of TiO₂ Photocatalyst. *Materials Chemistry* and Physics, 86(2-3): 333-339.
- Kumar, R., Umar, A., Kumar, G., Nalwa, H. S. 2017. Antimicrobial Properties of ZnO Nanomaterials: A Review. *Ceramics International*, 43(5): 3940-3961.
- Kundakcı, S., dan Karadağ, E. 2013. Preliminary Swelling and Dye Sorption Studies of Acrylamide/4-Styrenesulfonic Acid Sodium Salt Copolymers and Semi-Interpenetrating Polymer Networks Composed of Gelatin and/or PEG. *Polymer Bulletin*, 71(2): 351–370.
- Kustiningsih, I., Jayanudin, J., & Sari, D. K. 2016. Degradasi Senyawa Fenol dengan Metode Fotokatalitik di Reaktor Tabung Berbuffle. *Teknika: Jurnal Sains dan Teknologi*, *12*(1), 143-156.
- Kustiningsih, I., Restiani, R., Raharja, T., Hasna, A., dan Sari, D. K. 2020. Degradation of Methyl Violet Using TiO₂-Bayah Natural Zeolite Photocatalyst. *Journal of Chemical Engineering and Enviroment*, 15(1): 10-20.
- Lan, Y., Gao, X. P., Zhu, H. Y., Zheng, Z. F., Yang, T. Y., Wu, F., Ringer, S. P., dan Song, Y. 2005. Titanate Nanotubes and Nanorods Prepared from Rutile Powder. *Advanced Functional Material*, 15(8): 1310-1318.
- Liao, G., He, W., dan He, Y. 2019. Investigation of Microstructure and Photocatalytic Performance of a Modified Zeolite Supported Nanocrystal TiO₂ Composite. *Catalyst*, 9(502): 1-13.
- Litter, M. I. 1999. Heterogeneous Photocatalysis: Transition Metal Ions in Photocatalytic Systems. *Applied catalysis B: environmental*, 23(2-3), 89-114.
- Mahalakshmi, M., Priya, S. V., Arabindoo, B., Palanichamiy, M., dan Murugesan. 2009. Photocatalytix Degradation of Aqueous Propoxur Solution Using TiO₂ and Hβ Zeolite-Supported TiO₂. *Journal of Hazardous Materials*, 161(1): 336-343.
- Makula, P. 2018. How to Correctly Determine the Band Gap Energy of Modified Semiconductor Photocatalysts Based on UV–Vis Spectra. *The Journal of Physical Chemistry Letters*, 9(23): 6814-6817.
- Maris, H., dan Balibar, Sebastien. 2000. Negative Pressures and Cavitation in Liquid Helium. *Physics Today*, 53(2): 29-34.
- Masih, D., Ma, Y., Rohani, S, 2017. Graphitic C₃N₄ Based Noble-Metal-Free Photocatalyst Systems: A Review. *Applied Catalysis B: Environmental*, 206: 556-588.

- Miranda, J. A. H., dan Inesta, M. M. 2010. Monte Carlo Studies of the Effect of Temperature, Si/Al, and Metal Loading on the Templated Synthesis of Pt Nanowires in MOR-Type Zeolites. *TechConnect Briefs*, 2: 633-636.
- Mondal, M., Biswas, B., Garai, S., Sarkar, S., Banerjee, H., Bragmachari, K., Bandyopadhyay, P. K., Maitra, S., Brestic, M., Skalicky, M., Ondrisik, P., dan Hossain, A. 2021. Zeolites Enhance Soil Health, Crop Productivity and Environmental Safety. *Agronomy*, 11(3): 448-476.
- Morozzi, P., Ballarin, B., Arcozzi, S., Brattich, E., Lucarelli, F., Nava, S., Cascales, P. J. G., Orza, J. A. G., dan Tositti, L. 2021. Ultraviolet-Visible Diffuses Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS), A Rapid and Non-Destructive Analytical Tool for The Identification of Saharan Dust Events in Particulate Matter Filters. *Atmospheric Environment*, 252(1): 118297.
- Motohiro, U., Wada, T., dan Sugiyama, T. 2015. Applications of X-Ray Fluorescence Analysis (XRF) to Dental and Medical Specimens. *Japanese Dental Science Review*, 51(1): 2-9.
- Mumpton, F. A. 1999. La Roca Magica: Uses of Natural Zeolites in Agriculture and Industry. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 96(7), 3463–3470.
- Naimah, S., Aedhanie, S., Jati, B. N., Aidha, N. N., dan Arianita, A. 2014. Degradasi Zat Warna pada Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Nanokomposit TiO₂-Zeolit. Jurnal Kimia dan Kemasan, 36(2): 225 -236.
- Nakata, K., dan Fujishima, A. 2012. TiO₂ Photocatalysis: Design and Applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology C*, 13(3): 169-189.
- Nakata, K., dan Fujishima, A. 2012. TiO₂ Photocatalyst: Design and Applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 13(3): 169-189.
- Ngapa, Y. D. 2017. Kajian pengaruh asam-basa pada aktivasi zeolit dan karakterisasinya sebagai adsorben pewarna biru metilena. Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia, 2(2), 90-96.
- Nosaka, Y., dan Nosaka, A. Y. 2017. Generation and Detection of Reactive Oxygen Species in Photocatalysis. *Chemical Reviews*, 117(17): 11302-11336.
- Nurhayati, A., Ummah, Z. I., Shobron, S. 2018. Kerusakan Lingkungan dalam al-Qur'an. *Suhuf*, 30(2): 194-220.
- Oi, L. E., Choo, M. Y., Lee, H. V., Ong, H. C., Hamid, S. B. A., dan Juan, J. C. 2016. Recent Adnvances of Titanium Dioxide (TiO₂) for Green Organic Synthesis. *Royal Society of Chemistry Advances*, 6(110): 108741-108754.

- Parent, Y., D. Blake. 1996. Solar Photocatalytic Process for the Purification of Water: State of Development and Barriers to Commercialization. *Solar Energy*, 56: 429-437.
- Permai, F. I., Hamzah, H., & Kurniawati, D. 2012. Penentuan Kondisi Optimum Reaktor Fotokatalitik TiO2/PEG Untuk Mendegradasi Zat Warna Methanil Yellow. Periodic, 1(1), 19-23.
- Pinto, A. 2018. Portable X-Ray Fluorescence Spectrometry: Principles and Applications for Analysis of Mineralogical and Environmental Materials. *Material Sciences*, 1(2): 1-6.
- Putri, S. E., dan Side, S. 2021. The Effect of Ratio Zeolite and TiO₂ toward the Particle Size of Zeolite/TiO₂ Composites. *Journal of Physics: Conference Series*, 1899(1): 1-6.
- Rajeshwar, K., Osugi, M. E., Chanmanee, W., Chenthamarakshan, C. R., Zanoni, M., Kajitvichyanukul, P., dan Krishnan-Ayer, R. 2008. Heterogenous Photocatalytic Treatment of Organic Dyes in Air and Aqueous Medial. *Journal of Photochemistry and Photobiology C*, 9(4): 171-192.
- Rehman, S., Ullah, R., Butt, A. M., dan Gohar, N. D. 2009. Strategies of Making TiO₂ and ZnO Visible Light Active. *Journal of Hazardous Material*, 170(2-3): 560-569.
- Rianto, L. B., Amalia, S., Khalifah, S. N. 2012. Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit. Alchemy, (2), 58-67.
- Setiyawati, D., Simpen, I. N., & Ratnayani, O. 2020. Fotodegradasi Zat Warna Limbah Cair Industri Pencelupan Dengan Katalis Zeolit Alam/TiO2 Dan Sinar UV. Journal of Applied Chemistry, 8(10).
- Shankar, M. V., Anandan, S., Ventachalam, V., Arabindoo, B., dan Murugesan, V. 2006. Fine Route for An Efficient Removal of 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid (2,4-D) by Zeolite-Supported TiO₂. *Chemosphere*, 63(6): 1014-1021.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Quran.* Jakarta: Lentera Hati.
- Shirsath, S. R., Pinjari, D. V., Gogate, P. R., Sonawane, S. H., & Pandit, D. A. 2013. Ultrasound assisted synthesis of doped TiO2 nano-particles: characterization and comparison of effectiveness for photocatalytic oxidation of dyestuff effluent. Ultrasonics sonochemistry, 20(1), 277-286.
- Stobinski, L., Lesiak, B., Malolepszy, A., Mazurkiewicz, M., Mierzwa, B., Zemek, J., and Bieloshapka, I. 2014. Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide Studied by the XRD, TEM and Electron Spectroscopy Methods. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 195: 145-154.

- Sumarlan, I. 2015. Optimasi Fotodegradasi Metil Oranye Menggunakan Fotokatalis TiO₂/Al₂O₃ Montmorilonit. *Jurnal Pijar Mipa*, *10*(2).
- Suslick, K. S., Casadonte, D. J., Green, M. L. H., & Thompson, M. E. 1987. Effects of high intensity ultrasound on inorganic solids. *Ultrasonics*, 25(1), 56-59.
- Suslick, K. S., Price, G. J. 1999. Applications of Ultrasound to Materials Chemistry. Annual Review of Materials Science, 29(1): 295-326.
- Suwardi. 2009. Teknik Aplikasi Zeolit di Bidang Pertanian sebagai Bahan Pembenah Tanah. *Journal of Indonesia Zeolites*, 8(1), 33–38.
- Teng Ong, Siew., Sim Cheong, Wai and Tse Hung, Yung. 2012. Photodegradation of Commercial Dye, Methylene Blue Using Immobilized TiO2. International Conference on Chemical, Biological and Environmental Engineering.Vol 43. (23)
- Tiple, A., Sinhmar, P. S., dan Gogate, P. R. 2021. Improved Direct Synthesis of TiO₂ Catalyst Using Sonication and Its Application for The Desulfurization of Thiophen. *Ultrasonic Sonochemistry*, 73(1): 1-14.
- Tjahjanto, R. T., dan Gunlazuardi, J. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalis: Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalis. *Makara, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, 5(2): 81-91.
- Valdes, M. G., Cordoves, A. I. P., dan Garcia, M. E. D. 2006. Zeolites and Zeolite-Based Materials in Analytical Chemistry. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 25(1): 24-30.
- Wang, Z., Liu, S., Cao, X., Wu, S., Liu. C., Li, G., Jiang, W., Wang, H., Wang, N., dan Ding, W. 2020. Preparation and Characterization of TiO₂ Nanoparticles by Two Different Precipitation Methods. *Ceramics International*, 46(10): 1533-15341.
- Wardhani, S., Bahari, A., & Khunur, M. M. 2017. Aktivitas fotokatalitik beads TiO2-N/Zeolit-Kitosan pada fotodegradasi metilen biru (kajian pengembanan, sumber sinar dan lama penyinaran). Journal of Environmental Engineering and Sustainable Technology, 3(2), 78-84.
- Wategaonkar, S. B., Pawar, R. P., Parale, V. G., Nade, D. P., Sargar, B. M., dan Mane, R. K. 2020. Synthesis of Rutile TiO₂ Nanostructures by Single Step Hydrothermal Route and Its Characterization. *Material Today: Proceedings*, 23: 444-451.
- Yasui, K. 2015. Dynamics of Acoustic Bubbles. In Book: Sonochemistry and The Acoustic Bubble. Amsterdam: Elsevier.
- Young, H. D., dan Roger, A. F. 2004. University Physics Tenth Edition, terj. Amalia Safitri. Fisika Universitas Edisi Kesepuluh Jilid 2. Jakarta: Erlangga.

- Zhang, H., dan Banfield, J. 2000. Understanding Polymorphic Phase Transformation Behavior Growth of Nanocrystalline Aggregates: Insight from TiO₂. *The Journal of Physical Chemistry B*, 104(15): 3481-3847.
- Zhong, X. K., Li, D. C., and Jiang, J. G. 2009. Identification and Quality Control of Chinese Medicine Based on The Fingerprint Techniques. *Current Medicinal Chemistry*, 16(23): 3064-3075.

•

LAMPIRAN





Lampiran 2. Diagram Alir Penelitian

1. Preparasi Zeolit



2. Aktivasi Zeolit





2. Sintesis TiO₂/Zeolit Alam dengan Metode Sonikasi





4. Karakterisasi dengan XRD (X-Ray Diffraction)



5. Karakterisasi dengan UV-Vis/DRS (Diffuse Reflectance Spectroscopy)



6. Pembuatan Kurva Standar *Methyl Violet* Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

a. Pembuatan Larutan Induk Methyl Violet 100 ppm



b. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methyl Violet



c. Pembuatan Larutan Kurva Standar Konsentrasi 0,5; 1; 2; 4; 8; 10 ppm

Methyl violet 100 ppm

- dipipet sebanyak 0,25; 0,5; 1; 2; 4 dan 5 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL
- ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan
- diperoleh larutan *methyl violet* dengan variasi konsentrasi 0,5; 1; 2; 4;
 8 dan 10 ppm
- dipipet masing-masing konsentrasi sebanyak 10 mL ke dalam tabung reaksi
- diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimum *methyl violet*

Hasil

7. Uji Efektivitas Fotodegradasi Methyl Violet

a. Pengaruh Variasi Lama Penyinaran Terhadap Efektivitas Fotodegradasi Methyl Violet

 Methyl violet 10 ppm

 - disiapkan 3 buah beaker glass 100 mL

 - dipipet 25 mL methyl violet 10 ppm ke masing-masing beaker glass

 - ditambahkan fotokatalis TiO2/Zeolit alam sebanyak 25 mg

 - disinari masing-masing erlenmeyer dengan sinar UV dengan variasi waktu penyinaran 40, 80, 120, dan 150 menit sambil diaduk dengan magnetic stirrer

 - disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 15 menit

 Filtrat
 Supernatan

 - diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum methyl violet

 - ditriplo

 Hasil

b. Pengaruh Variasi Massa Katalis TiO₂/Zeolit Terhadap Efektivitas Fotodegradasi *Methyl Violet*



c. Pengaruh Variasi Konsentrasi Zat Warna Terhadap Efektivitas Fotodegradasi *Methyl Violet*



c. Efektivitas Fotodegradasi Methyl Violet Menggunakan Katalis TiO2/Zeolit

1) Tanpa katalis





Methyl violet

- disiapkan 3 buah *beaker glass* 100 mL
- dipipet 25 mL methyl violet 10 ppm ke dalam beaker glass 100 mL
- ditambahkan zeolit dengan massa optimum katalis
- disinari dengan sinar UV selama waktu optimum penyinaran sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*
- disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 15 menit







Lampiran 3. Perhitungan

1. Pembuatan Larutan HCl 6M

BJ HCL pekat = 1,159 g/mL $= 32\% = \frac{32 \text{ g HCl}}{100 \text{ g larutan}}$ Konsentrasi BM HCl = 36,5 g/mol = 1 (jumlah mol ion H⁺) n $mol = \frac{g HCl}{Mr HCl} = \frac{32 g}{36,5 g/mol} = 0,8767 mol$ 100 gram larutan = $\frac{100 \text{ g}}{1,159 \text{ g/mL}}$ = 86,281 mL = 0,08628 L Molaritas = $\frac{\text{mol}}{\text{L}} = \frac{0,8767 \text{ mol}}{0,0863 \text{ L}} = 10,1587 \text{ M}$ Normalitas = n x molaritas = 1 x 10,1587 M = 10,1587 N $M_1 \ge V_1$ $= M_2 \times V_2$ $10,1587 \text{ g/mol x } V_1 = 6 \text{ g/mol x } 100 \text{ mL}$ = 59,0627 mL V_1

Adapun prosedur pembuatannya adalah diambil larutan HCl pekat 32% sebanyak 59,06 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 15 mL akuades. Selanjutnya ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

3. Perhitungan Pembuatan Larutan Methyl Violet

Perhitungan larutan methyl violet 100 ppm • = 100 mg/L

100 ppm

= 100 mg/1000 mL

83

= 10 mg/100 mL

a.	0,5 ppm	b. 1 ppm	
	$M_1 \ge V_1 = M_2 \ge V_2$	$M_1 \ge V_1 = M_2 \ge V_2$	
	100 ppm x V ₁ = 0,5 ppm x 50 mL	100 ppm x V ₁ = 1 ppm x 50 r	mL
	V ₁ = 0,25 mL	$V_1 = 0,5 mL$	
c.	2 ppm	d. 4 ppm	
	$M_1 \ge V_1 = M_2 \ge V_2$	$\mathbf{M}_1 \ge \mathbf{V}_1 = \mathbf{M}_2 \ge \mathbf{V}_2$	
	100 ppm x V_1 = 2 ppm x 50 mL	100 ppm x V_1 = 4 ppm x 50 r	mL
	$V_1 = 1 mL$	$V_1 = 2 mL$	
e.	8 ppm	f. 10 ppm	
	$M_1 \ge V_1 = M_2 \ge V_2$	$\mathbf{M}_1 \ge \mathbf{V}_1 = \mathbf{M}_2 \ge \mathbf{V}_2$	
	100 ppm x V_1 = 8 ppm x 50 mL	100 ppm x V ₁ = 10 ppm x 50) mL
	$V_1 = 4 mL$	$V_1 = 5 mL$	

• Pembuatan larutan standar methyl violet

Lampiran 4. Dokumentasi

a. Preparasi Zeolit Alam



Zeolit digerus dan disaring



Zeolit 200 mesh

b. Aktivasi Zeolit



Zeolit + HCl 6M



Penyaringan

zeolit sampai

pH netral

setelah 3

minggu

penyaringan



Penimbangan setelah aktivasi



Persiapan zeolit sebelum ditanur



Proses tanur pada zeolit



Zeolit setelah ditanur

Sintesis TiO₂/Zeolit c.



TiO₂ 4gram



Zeolit aktivasi 10gram



Proses penggerusan TiO₂ dan zeolit



Setelah penggerusan selama 1 jam



Persiapan sebelum sonikasi



Proses Sonikasi selama 2 jam



Hasil sonikasi selama 2 jam



Proses pengeringan menggunakan oven



Proses tanur selama 4 jam



Hasil tanur selama 4 jam



Hasil sintesis TiO₂/zeolit



Perbedaan sebelum. sesudah dan sintesis

d. Uji Aktivitas Fotodegradasi



Sebelum proses fotodegradasi



Setelah proses fotodegradasi



Sebelum proses sentrifugasi



Setelah proses sentrifugasi



Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRF

a. Zeolit sebelum aktivasi



b. Zeolit sesudah Aktivasi





c. TiO₂/Zeolit

22-dec-2022 09:11:56

Sample results

Page 1

				Sa	ample i	dent						
E 1463												
			· • · · · ·		· · •					<u></u>		
			Α	pplicati	ion <s< th=""><th>standard</th><th>ess></th><th></th><th></th><th></th><th></th><th></th></s<>	standard	ess>					
		R	leasure	ment ti	me 22	-dec-200	2 08.57	53				
			ncusure	Positi	on 5	400 202	-2 00.07	.00				
				i Usiu								
		•	1 2	0-	T :		.	• ••	7	0	D -	1
Compound	AI	51	n	Ca	11	IVIN	re	Cu	Zn	Sr	ке	
Conc	3,6	22,5	3,10	2,56	63,64	0,13	3,85	0,066	0,08	0,36	0,1	
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	



Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD

a. TiO₂ Anatas



Gambar L.5.1 Difraktogram TiO2 anatas

Tabel L.5.1 Data XRD TiO ₂ anatas	S
--	---

No.	2-	d(ang.)	Height(cp	FWHM(de	Int. I(cps	Int.	Asym.
	theta(deg)		s)	g)	deg)	W(deg)	factor
1	25.342(6)	3.5117(8)	9380(280)	0.197(4)	2439(25)	0.260(10)	1.8(2)
2	36.982(15	2.4287(10	628(72)	0.15(2)	146(6)	0.23(4)	1.3(6)
3	37.852(8)	2.3749(5)	2081(132)	0.182(9)	524(9)	0.25(2)	2.0(4)
4	38.600(14	2.3306(8)	748(79)	0.144(18)	159(6)	0.21(3)	0.9(4)
5	48.086(4)	1.89065(1	3202(163)	0.158(6)	741(8)	0.232(14)	1.5(2)
6	53.939(7)	1.6985(2)	1825(123)	0.180(8)	470(7)	0.26(2)	1.6(3)
7	55.106(6)	1.66526(1	1928(127)	0.162(7)	445(7)	0.231(19)	1.17(19)
8	62.156(7)	1.49223(1	302(50)	0.129(16)	63(5)	0.21(5)	0.94(19)
9	62.732(6)	1.47992(1	1450(110)	0.162(9)	380(8)	0.26(3)	0.94(19)
10	68.833(15	1.3629(3)	547(67)	0.234(15)	158(6)	0.29(5)	2.9(11)
11	70.312(7)	1.33778(1	749(79)	0.151(10)	182(4)	0.24(3)	0.70(15)
12	75.111(10	1.26376(1	1051(94)	0.178(12)	290(7)	0.28(3)	2.1(7)
13	76.069(17	1.2502(2)	340(53)	0.153(16)	76(4)	0.22(5)	1.2(7)
14	82.703(17	1.1659(2)	411(59)	0.26(3)	224(8)	0.54(10)	0.8(3)
b. Zeolit Aktivasi



Gambar L.5.2 Difraktogram zeolit aktivasi

Tabel L.5.2 Data XRD zeolit aktivasi

No.	2-	d(ang.)	Height(cps	FWHM(de	Int. I(cps	Int.	Asym.
	theta(deg))	g)	deg)	W(deg)	factor
	(),		,	0/	0,	(0,	
1	6.56(4)	13.47(8)	175(38)	0.29(4)	58(10)	0.33(13)	3(2)
2	9.826(18)	8.994(16)	948(89)	0.22(3)	367(15)	0.39(5)	3.2(18)
3	13.506(14	6.551(7)	838(84)	0.32(2)	476(14)	0.57(7)	1.1(3)
4	15.27(3)	5.799(11)	376(56)	0.40(4)	247(17)	0.66(14)	1.4(5)
5	19.649(18	4.514(4)	1107(96)	0.31(2)	511(17)	0.46(6)	1.0(3)
6	21.010(14	4.225(3)	373(56)	0.30(5)	182(15)	0.49(11)	1.9(17)
7	21.945(12	4.047(2)	1135(97)	0.25(3)	469(71)	0.41(10)	1.9(5)
8	22.318(15	3.980(3)	1564(114)	0.32(3)	824(78)	0.53(9)	1.9(5)
9	23.590(10	3.7683(17	592(70)	0.31(3)	298(17)	0.50(9)	1.1(4)
10	25.668(5)	3.4678(7)	3399(168)	0.200(9)	885(24)	0.26(2)	0.81(4)
11	26.292(8)	3.3869(11	1057(94)	0.32(3)	440(53)	0.42(9)	0.81(4)
12	26.84(4)	3.319(5)	485(64)	0.81(16)	509(100)	1.1(3)	0.81(4)
13	27.695(8)	3.2185(9)	2034(130)	0.475(13)	1258(46)	0.62(6)	0.81(4)
14	28.381(11	3.1422(11	343(54)	0.13(3)	59(9)	0.17(5)	0.81(4)
15	29.5770(1	3.01779(1	1320(105)	0.042(4)	72(5)	0.054(8)	0.81(4)
16	29.853(15	2.9905(14	234(44)	0.16(4)	49(8)	0.21(7)	0.81(4)
17	30.89(2)	2.892(2)	779(81)	0.31(3)	384(18)	0.49(7)	0.8(3)
18	33.25(8)	2.692(6)	39(18)	0.4(2)	15(8)	0.4(4)	5(28)
19	34.88(2)	2.5704(14	169(37)	0.27(6)	51(11)	0.30(13)	5(9)
20	35.30(7)	2.541(5)	115(31)	2.5(2)	303(33)	2.6(10)	0.5(2)
21	35.64(4)	2.517(3)	436(60)	0.35(6)	304(15)	0.70(13)	0.6(4)
22	36.457(11	2.4625(7)	234(44)	0.03(3)	14(5)	0.06(3)	0.5(14)
23	41.695(19	2.1645(9)	129(33)	0.22(6)	30(9)	0.23(13)	4(7)
24	44.31(8)	2.043(4)	155(36)	0.54(12)	147(16)	0.9(3)	0.52(15)
25	46.47(4)	1.9525(17	90(27)	0.70(13)	67(16)	0.7(4)	0.5(5)
26	48.47(5)	1.8767(17	293(49)	0.22(4)	68(9)	0.23(7)	1.0(8)
27	50.95(6)	1.791(2)	242(45)	0.25(9)	87(11)	0.36(11)	1.7(19)
28	57.77(3)	1.5946(8)	64(23)	0.11(8)	7(7)	0.11(15)	1(2)
29	59.901(18	1.5429(4)	119(31)	0.17(6)	22(6)	0.18(9)	5(7)
30	60.80(5)	1.5222(12	59(22)	0.39(17)	24(13)	0.4(4)	5(7)
31	62.06(12)	1.494(3)	35(17)	1.1(6)	42(17)	1.2(11)	5(7)
32	64.59(5)	1.4417(10	78(25)	0.53(16)	48(14)	0.6(4)	1(2)
33	66.50(3)	1.4049(5)	87(27)	0.26(9)	26(8)	0.30(18)	4(10)
34	67.97(4)	1.3781(7)	130(33)	0.56(13)	119(11)	0.9(3)	0.5(4)
35	72.6(2)	1.301(4)	56(22)	0.5(3)	36(12)	0.6(5)	2(5)
36	78.815(18	1.2134(2)	151(35)	0.05(3)	11(4)	0.08(4)	0.8(13)

c. TiO₂/Zeolit



Gambar L.5.3 Difraktogram TiO₂/Zeolit

Tabel L.5.3 Data XRD TiO₂/Zeolit

No	2-	d(ang.)	Height(cp	FWHM(de	Int. I(cps	Int.	Asym.
	theta(deg)		s)	g)	deg)	W(deg)	factor
				•	0,		
1	6.560(17)	13.46(3)	112(31)	0.12(6)	22(6)	0.20(11)	3(6)
2	9.825(8)	8.995(7)	392(57)	0.26(4)	180(11)	0.46(9)	5(3)
3	13.46(2)	6.571(12)	378(56)	0.28(4)	209(11)	0.55(11)	0.8(4)
4	15.31(6)	5.78(2)	150(35)	0.38(9)	99(13)	0.7(2)	2(2)
5	19.668(15	4.510(3)	478(63)	0.25(2)	164(12)	0.34(7)	1.6(4)
6	21.965(12	4.043(2)	605(71)	0.15(4)	162(31)	0.27(8)	4(2)
7	22.34(3)	3.976(5)	716(77)	0.36(5)	451(42)	0.63(13)	4(2)
8	23.670(14	3.756(2)	249(46)	0.29(6)	95(15)	0.38(13)	4(5)
9	25.326(4)	3.5139(6)	8401(265)	0.147(4)	1708(27)	0.203(10)	1.10(13)
10	25.683(7)	3.4658(10	1369(107)	0.203(15)	383(21)	0.28(4)	1.10(13)
11	26.307(8)	3.3850(10	592(70)	0.19(2)	155(18)	0.26(6)	1.10(13)
12	26.88(4)	3.314(5)	223(43)	0.79(18)	242(48)	1.1(4)	1.10(13)
13	27.718(12	3.2158(14	967(90)	0.44(2)	593(28)	0.61(9)	1.10(13)
14	30.456(12	2.9327(11	163(37)	0.08(4)	19(6)	0.12(7)	1.9(15)
15	30.95(4)	2.887(4)	365(55)	0.29(5)	163(14)	0.45(11)	1.9(15)
16	34.790(19	2.5766(14	164(37)	0.29(7)	69(12)	0.42(16)	0.8(3)
17	35.77(3)	2.508(2)	183(39)	0.99(10)	266(21)	1.5(4)	0.8(3)
18	36.966(7)	2.4298(4)	515(66)	0.17(2)	131(9)	0.25(5)	0.8(3)
19	37.848(7)	2.3751(4)	1738(120)	0.146(10)	360(8)	0.207(19)	1.6(4)
20	38.60(2)	2.3308(14	490(64)	0.173(19)	96(7)	0.20(4)	0.9(4)
21	48.079(5)	1.89092(1	2469(143)	0.132(5)	414(42)	0.17(3)	1.6(3)
22	48.41(8)	1.879(3)	142(34)	0.4(2)	65(42)	0.5(4)	1.6(3)
23	53.931(6)	1.69872(1	1661(118)	0.135(7)	324(7)	0.195(18)	1.5(4)
24	55.088(6)	1.66577(1	1525(113)	0.139(7)	278(13)	0.18(2)	0.9(2)
25	55.41(3)	1.6568(8)	122(32)	0.16(7)	26(10)	0.21(13)	0.9(2)
26	62.08(3)	1.4938(6)	134(33)	0.44(8)	75(8)	0.6(2)	0.78(13)
27	62.717(5)	1.48022(1	1153(98)	0.139(7)	203(8)	0.18(2)	0.78(13)
28	64.512(17	1.4433(3)	116(31)	0.15(5)	20(6)	0.17(10)	3(6)
29	68.77(2)	1.3639(3)	400(58)	0.15(3)	103(7)	0.26(5)	0.9(6)
30	70.306(6)	1.33788(1	487(64)	0.150(14)	90(7)	0.18(4)	0.6(3)
31	75.078(11	1.26423(1	829(83)	0.127(16)	179(7)	0.22(3)	1.2(5)
32	76.103(6)	1.24974(8	249(46)	0.13(3)	45(6)	0.18(6)	5(6)
33	82.699(9)	1.16597(1	360(55)	0.163(14)	77(5)	0.21(5)	1.0(2)
34	83.169(18	1.1606(2)	136(34)	0.21(4)	37(4)	0.27(10)	1.0(2)

e. Perhitungan Ukuran Kristal Sampel Fotokatalis

Persamaan Deybe Scherrer:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta}$$

Dimana:

D = ukuran partikel (nm)

k = konstanta (0,9)

 θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

= 1,54060 Å

 $\lambda =$ panjang gelombang radiasi (nm)

 β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

- TiO₂ Diketahui: $\lambda (K\alpha) = 1,54060 \text{ Å}$ $\beta (FWHM) = 0,197^{\circ} \rightarrow \frac{0,197}{180} \times 3,14 =$ 0,00343 $2\theta = 25.342 \rightarrow \theta = \frac{25,342}{2} =$ 12,671 $\cos \theta = 0,9756$ Ditanya: D? Jawab: $D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$ $= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00343 \times 0,9756}$ $= \frac{1,38654}{0,00334} = 414,349 \text{ Å}$
 - Zeolit Diketahui:

 λ (K α)

Jawab:

 $p_{1}(R(x)) = 0,200^{\circ} \rightarrow \frac{0,200}{180} \times 3,14 = D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$ $p_{1}(R(x)) = 0,200^{\circ} \rightarrow \frac{0,200}{180} \times 3,14 = D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$ $p_{2}(R(x)) = 0,200^{\circ} \rightarrow \frac{0,200}{180} \times 3,14 = D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$ $= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00348 \times 0,9750}$ $= \frac{1,38654}{0,003393} = 408,647 \text{ Å}$ $P_{2}(R(x)) = 0,200^{\circ} \rightarrow \frac{0,200}{180} \times 3,14 = D$ $= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00348 \times 0,9750}$ $= \frac{1,38654}{0,003393} = 408,647 \text{ Å}$ $P_{3}(R(x)) = 0,200^{\circ} \rightarrow \frac{0,200}{180} \times 3,14 = D$ $= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00348 \times 0,9750}$ $= \frac{1,38654}{0,003393} = 408,647 \text{ Å}$ $P_{3}(R(x)) = 0,9750$ $P_{3}(R(x)) = 0,9750$

• TiO₂/Zeolit Diketahui:

Jawab:

λ (Κα)	= 1,54060 Å	
β (FWHM 0,00256 2θ 12,681	$) = 0,147^{\circ} \rightarrow \frac{0,147}{180} \times 3,14 =$ $= 25,362 \rightarrow \theta = \frac{25,362}{2} =$	$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$ = $\frac{0.9 \times 1,54060}{0,00256 \times 0,9756}$ = $\frac{1,38654}{0,00249}$ = 555,163 Å
$\cos \theta$	= 0,9756	= 55,52 nm

Ditanya: D?

a. TiO₂ anatas



Eg = 3,31 eV

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

Nilai band gap pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \, x \, c}{c} = \frac{(4,13608 \, x \, 10^{-15}) eV. \, s \, x \, (3 \, x \, 10^{17}) nm/_s}{3,31 \, eV} = 374,8 \, nm$$

b. TiO₂/Zeolit



Eg = 3,29 eV

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

Nilai band gap pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \, x \, c}{c} = \frac{(4,13608 \, x \, 10^{-15}) eV. \, s \, x \, (3 \, x \, 10^{17}) nm/_s}{3,29 \, eV} = 377,1 \, nm$$

Lampiran 8. Uji Aktivitas Fotodegradasi Methyl Violet

a. Panjang Gelombang Maksimum

Lamdha Maks Metil Violet

Tanggal Analisa : 02 Februari 2023



Scan Analysis Report

```
Report Time : Thu 02 Feb 10:24:10 AM 2023
Method:
Batch: D:\Mahasiswa On Going\Agie\Lamdha Metil Violet (02-02-2023).DSW
Software version: 3.00(339)
Operator: Rika
```

Sample Name: Metil Violet 10 ppm

Time		2/2/2023 10:24:41 AM
nold		Peaks 0.0100 800.0nm to 200.1nm
(nm)	Abs	
	2.001 0.545 0.484 1.744	
	Time nold (nm)	Time hold (nm) Abs 2.001 0.545 0.484 1.744

b. Penentuan Kurva Standar Metil Violet Kurva Standar Metil Violet

Tanggal Analisa : 15 Februari 2023



Concentration Analysis Report

Report time Method Batch name 2/15/2023 3:23:53 PM

Batch nameD:\Mahasiswa On Going\Agie\Kurva Standar MetilViolet (15-02-2023).BCNApplicationConcentration 3.00(339)OperatorRika

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	589.9
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Standard/Sample averaging	OFF
Weight and volume corrections	OFF
Fit type	Linear
Min R²	0.95000
Concentration units	mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1429)	589.9

Calibration Collection time

2/15/2023 3:24:06 PM

	Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1	1						0.0176 0.0158
0+4 (2	0.5		0.0159	0.0016	10.2	0.0143
SLU 2	<u>-</u>	1.0		0.1435	0.0003	0.24	0.1439 0.1434 0.1432
Std 3	3	2.0		0.3293	0.0001	0.04	0.3295 0.3294 0.3292
Std 4	1	4.0		0.6978	0.0006	0.09	0.6984 0.6972 0.6979
Std 5	5	8.0		1.4969	0.0032	0.21	1.4960 1.5004 1.4943
Std (5	10.0		1.8055	0.0029	0.16	1.8075 1.8021 1.8068
Calik Corre Calik	oration eqn elation Coeffici oration time	Abs ent 0.9 2/1	= 0.13 9886 5/2023	8931*Cond 3:25:26	с -0.056 РМ	641	

Results Flags Legend

U	=	Unca	ated	1	0	=	Overran	nge	
Ν	=	Not	used	in	calibration	R	=	Repeat	reading

% degradasi = $\frac{c_0 - c_t}{c_0} \times 100\%$ Keterangan: C₀ = konsentrasi awal sebelum didegradasi (ppm) C_t = konsentrasi akhir sesudah didegradasi (ppm)

• Perhitungan Variasi Lama Waktu Penyinaran

- 40 Menit Diketahui : At = 0,2502 y = 0,1893x - 0,0564 $C_0 = 10,0412$ Ct = 1,0237% degradasi= $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$ 0,2502 = 0,1893x - 0,0564 $x = \frac{0,2502 - 0,0564}{0,1893}$ x = 1,0237= 89,9288%
- 80 Menit Diketahui : $C_0 = 10,2620$ At = 0,2008 Ct = 0,7628 y = 0,1893x - 0,0564 % degradasi= $\frac{c_0 - Ct}{c_0} \times 100\%$
 - 0,2008 = 0,1893x 0,0564 $x = \frac{0,2008 - 0,0564}{0,1893}$ x = 0,7628 $= \frac{10,2620 - 0,7628}{10,2620} \times 100\%$ = 92,5649%
- 120 Menit Diketahui : At = 0,1301 C₀ = 9,4803 y = 0,1893x - 0,0564

% degradasi= $\frac{co-Ct}{co} \times 100\%$

$$=\frac{9,4803-0,3893}{9,4803}\times100\%$$

$$0,1301 = 0,1893x - 0,0564$$
$$x = \frac{0,1301 - 0,0564}{0,1893}$$
$$x = 0,3893$$

 150 Menit Diketahui : At = 0,0880 y = 0,1893x - 0,0564

$$-\frac{1}{9,4803}$$
 × 10
= 95,8933%

 $C_0 = 9,6516$ Ct = 0,1669% degradasi= $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$

$$\begin{array}{l} 0,0880 = 0,1893 \text{ x} - 0,0564 \\ \text{x} = \frac{0,0880 - 0,0564}{0,1893} \\ \text{x} = 0,1669 \end{array} = \frac{9,6516 - 0,1669}{9,6516} \times 100\% \\ = 98,2704\% \end{array}$$

180 Menit
 C₀ = 10,0742
 Ct = 0,2852
 At = 0,1104
 y = 0,1893x - 0,0564
 0,1104 = 0,1893x - 0,0564
 x = $\frac{0,1104 - 0,0564}{0,1893}$ x = 0,2852
 C0 = 10,0742
 Ct = 0,2852
 degradasi = $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$ = $\frac{10,0742 - 0,2852}{10,0742} \times 100\%$ = 97,1690 %

Waktu (Menit)	A_0	C ₀ (ppm)	At	C _t (ppm)	Rata- Rata Konsentrasi Awal (C ₀)	Rata- Rata Absorbansi Akhir (A _t)	%Degradasi
40	1,9499	10,0026	0,2494	1,0195			<u>80 0388 0/</u>
Menit	1,9448	9,9757	0,2286	0,9096	10,0412	0,2502	89,9288 %
Wienn	1,9672	10,14527	0,2427	0,9841			
80	2,0070	10,3042	0,1948	0,7311			
00 Monit	2,0131	10,3365	0,1889	0,6999	10,2620	0,2008	92,5649 %
Menn	1,9769	10,1452	0,2188	0,8578			
120	1,8066	9,2456	0,1510	0,4997			
120 Monit	1,8516	9,4833	0,1385	0,4337	9,4803	0,1301	95,8933 %
Menn	1,8949	9,7120	0,1008	0,2345			
150	1,8067	9,6196	0,0792	0,1204			
150 Monit	1,8604	9,6513	0,1034	0,2482	9,6516	0,0880	98,2704 %
Menit	1,8774	9,6840	0,0814	0,1320			
180 Menit	1,9872	10,1986	0,0781	0,1146			
	1,9419	9,9603	0,1045	0,2540	10,0742	0,1104	97,1690 %
	1,9615	10,0639	0,1486	0,4870			

• Perhitungan Variasi Massa Fotokatalis

• 10 mg

Diketahui : At = $0,1394$ y = $0,1893x - 0,0564$	$C_0 = 9,5523$ Ct = 0,4384 % degradasi= $\frac{c_0 - c_t}{c_0} \times 100\%$
$0,1394 = 0,1893x - 0,0564$ $x = \frac{0,1394 - 0,0564}{0,1893}$	$=\frac{9,5523-0,4384}{9,5523}\times100\%$
x = 0,4384	= 95,4205 %

 15 mg Diketahui : At = 0,0929 y = 0,1893x - 0,0564

 $\begin{array}{l} 0,0929 = 0,1893 x - 0,0564 \\ x = \frac{0,0929 - 0,0564}{0,1893} \\ x = 0,1928 \end{array}$

0,0659 = 0,1893x - 0,0564

20 mg
 Diketahui :
 At = 0,0659
 y = 0,1893x - 0,0564

 $\mathbf{x} = \frac{0,0659 - 0,0564}{0,1893}$

 $\mathbf{x} = \frac{0,0784 - 0,0564}{0,1893}$

x = 0,1162

x = 0,0501

C₀ = 9,5615 Ct = 0,0501 % degradasi= $\frac{c_0 - Ct}{c_0} \times 100\%$

% degradasi= $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$

= 97,8818 %

 $C_0 = 9,1028$

Ct = 0,1928

$$=\frac{9,5615-0,0501}{9,5615}\times100\%$$

 $=\frac{_{9,1028-0,1928}}{_{9,1028}}\times100\%$

= 99,4751 %

• 25 mg Diketahui : At = 0,0784 y = 0,1893x - 0,05640,0784= 0,1893x - 0,0564 C_0 = 9,7913 Ct = 0,1162 % degradasi= $\frac{c_0 - Ct}{c_0} \times 100\%$

$$=\frac{9,7913-0,1162}{9,7913}\times100\%$$

= 98,8131 %

Massa Katalis (mg)	A_0	C ₀ (ppm)	A _t	C _t (ppm)	Rata- Rata Konsentrasi Awal (C ₀)	Rata- Rata Absorbansi (A _t)	%Degradasi
	1,8424	9,4347	0,1097	0,2815			0.5. 100.5. 0/
10 mg	1,8807	9,6370	0,1619	0,5573	9,5523	0,1394	95,4205 %
	1,8709	9,5853	0,1466	0,4764			
	1,7649	9,0253	0,1209	0,3407			0
15 mg	1,7832	9,1220	0,0739	0,0924	9,1028	0,0929	97,8818 %
	1,7906	9,1611	0,0841	0,1463			
	1,8369	9,4057	0,0675	0,0586			
20 mg	1,8646	9,5520	0,0657	0,0491	9,5615	0,0659	99,4751 %
	1,8977	9,7268	0,0645	0,0427			
	1,8949	9,6328	0,0701	0,0723			00.0101.0/
25 mg	1,9330	9,9133	0,0882	0,1679	9,7913	0,0784	98,8131 %
	1,9168	9,8277	0,0770	0,1088			

Perhitungan Variasi Konsentrasi Zat Warna Methyl Violet

 $C_0 = 4,8108$

Ct = 0,0040

% degradasi= $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$

• 5 ppm

Diketahui : At = 0,0571 y = 0,1893x - 0,0564

0,0571 = 0,1893x - 0,0564 $x = \frac{0,0571 - 0,0564}{0,1893}$ x = 0,0040

 10 ppm Diketahui : y = 0,0613 y = 0,1893x - 0,0564

0,0613 = 0,1893x - 0,0564

 $\begin{aligned} x &= \frac{0,0613 - 0,0564}{0,1893} \\ x &= 0,0258 \end{aligned}$

 15 ppm Diketahui : y = 0,1349 y = 0,1893x - 0,0564

0,1349 = 0,1893x - 0,0564 $x = \frac{0,1349 - 0,0564}{0,1893}$ x = 0,4146

 20 ppm Diketahui : y = 0,8923 y = 0,1893x - 0,0564

0,8923 = 0,1893x - 0,0564 $x = \frac{0,8923 - 0,0564}{0,1893}$ x = 4,4157

$$= \frac{4.8108 - 0.0040}{4.8108} \times 100\%$$

= 99,9158 %
$$C_0 = 10,0829$$

Ct = 0,0258
% degradasi = $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$
= $\frac{10,0829 - 0.0258}{10,0829} \times 100\%$
= 99,7432 %
$$C_0 = 14,3296$$

Ct = 0,4146
% degradasi = $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$
= $\frac{14,3296 - 0.4146}{14,3296} \times 100\%$
= 97,1066 %
$$C_0 = 16,4710$$

Ct = 4,4157
% degradasi = $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$

 $=\frac{16,4710-4,4157}{16,4710}\times100\%$

 25 ppm 	
Diketahui :	
y = 1,8156	$C_0 = 19,3937$
y = 0.1893x - 0.0564	Ct = 9,2931
	% degradasi= $\frac{C0-Ct}{C0} \times 100\%$
1,8156 = 0,1893x - 0,0564	60
$\mathbf{x} = \frac{1,8156 - 0,0564}{0,1893}$	$=\frac{19,3937-9,2931}{19,3937}\times 100\%$
x = 9,2931	27,0707
	= 52,0818 %

Kons. Methyl Violet	A ₀	C ₀ (ppm)	A _t	C _t (ppm)	Rata- Rata Konsentra si Awal (C ₀)	Rata- Rata Absorbansi (A _t)	%Degradas
	0,9606	4,7765	0,0351	-0,1125			
5 ppm	0,9572	4,7585	0,0382	-0,0961	4,8108	0,0571	99,9158 %
0,9835	4,8975	0,0982	0,2208				
	1,9587	10,0491	0,0757	0,1019			
10 ppm	1,9665	10,0903	0,0588	0,0126	10,0829	0,0613	99,7432 %
	1,9701	10,1093	0,0496	-0,0359			
	2,7424	14,1891	0,1648	0,5726			
15 ppm	2,8245	14,6228	0,1148	0,3085	14,3296	0,1349	97,1066 %
	2,7401	14,1769	0,1251	0,3629			
	3,1058	16,1088	0,8957	4,4337			
20 ppm	3,2539	16,8911	0,5768	4,1130	18,805	0,8923	76,5184 %
	3,1634	16,4131	0,8350	4,7004			
	3,5982	18,7099	1,9921	10,2255			60 5115 0
25 ppm 3,9441	20,5372	1,5662	7,9756	24,7892	1,8156	62,5115 %	
	3.6406	18,9339	1.8887	9,6793			

• Perhitungan Efektivitas

• $TiO_2/Zeolit$ Diketahui : y = 0,0613 y = 0,1893x - 0,0564	$C_0 = 10,0829$
0,0613 = 0,1893x - 0,0564	Ct = 0.0258 % degradasi = $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$
$x = \frac{0,0613 - 0,0564}{0,1893}$ x = 0,0258	$=\frac{10,0829-0,0258}{10,0829}\times100\%$
	= 99,7432 %
 Zeolit Diketahui : y = 0,2133 	$C_0 = 10,5937$

$$y = 0,1893x - 0,0564$$

$$0,2133 = 0,1893x - 0,0564$$

$$x = \frac{0,2133 - 0,0564}{0,1893}$$

$$x = 0,8288$$

TiO₂ Diketahui : y = 0,1280 y = 0,1893x - 0,0564

$$0,1349 = 0,1893x - 0,0564$$
$$x = \frac{0,1280 - 0,0564}{0,1893}$$
$$x = 0,3782$$

Ct = 0,8288 % degradasi= $\frac{C0 - Ct}{C0} \times 100\%$ = $\frac{10,5937 - 0,8288}{10,5937} \times 100\%$ = 92,1764 %

$$C_0 = 9,8566$$

 $Ct = 0,3782$
% degradasi= $\frac{c_0 - c_t}{c_0} \times 100\%$

$$=\frac{9,8566 - 0,3782}{9,8566} \times 100\%$$

- Tanpa Katalis Diketahui : y = 1,5099 y = 0,1893x - 0,0564
 - 1,5099 = 0,1893x 0,0564 $x = \frac{1,5099 0,0564}{0,1893}$ x = 7,6782

C₀ = 8,9720
Ct = 7,6782
% degradasi=
$$\frac{c_0 - Ct}{c_0} \times 100\%$$

$$=\frac{8,9720-7,6782}{8,9720}\times100\%$$

= 14,4175 %

Effektivi tas	A ₀	C ₀ (ppm)	\mathbf{A}_{t}	Ct (ppm)	Rata- Rata Konsentrasi Awal (C ₀)	Rata- Rata Absorbansi (A _t)	%Degradasi
T'O /7	1,9587	10,0491	0,0757	0,1019			
1102/Ze	1,9665	10,0903	0,0588	0,0126	10,0829 0,0613	0,0613	99,7432 %
1,9701	10,1093	0,0496	-0,0359				
	2,0289	10,4199	0,2109	0,8161			
Zeolit	2,0765	10,6714	0,1877	0,6936	10,5937 0,2133	92,1764 %	
	2,0800	10,6899	0,2414	0,9772			
	1,9031	9,7554	0,0714	0,0792			
TiO ₂	1,9352	9,9249	0,0903	0,1790	9,8566	0,0806	98,7012 %
	1,9285	9,8895	0,0802	0,1257			
Tanna	1,7486	8,9392	1,5294	7,7813			
Lanpa Katalia 1,7584	1,7584	8,9910	1,4964	7,6069	8,9720	1,5099	14,4175 %
ixatalls	1,7574	8,9857	1,5040	7,6471			

Lampiran 9. Hasil Uji Statistik

a. Variasi Lama Penyinaran

ANOVA							
Degradasi							
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.		
Between Groups	131.303	4	32.826	21.827	.000		
Within Groups	15.039	10	1.504				
Total	146.342	14					

Degradasi								
Tukey HSD ^a	Tukey HSD ^a							
	Notasi							
Waktu	N	1	2					
40 Menit	3	90.3293		а				
80 Menit	3	92.5590		а				
120 Menit	3		95.8688	b				
180 Menit	3		97.1618	b				
150 Menit	3		98.2705	b				
Sig.		.245	.193					

Means for groups in homogeneous subsets are

displayed. a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

b. Variasi Massa Fotokatalis

ANOVA							
% Degradasi							
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.		
Between Groups	28.394	3	9.465	8.551	.007		
Within Groups	8.855	8	1.107				
Total	37.249	11					

Tukey HSD ^a				
Massa Katalis (mg)	N	1	2	notasi
10 mg	3	95.4205		а
15 mg	3	97.8713	97.8713	ab
25 mg	3		98.8156	b
20 mg	3		99.4741	b
Sig.		.082	.313	

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

c. Variasi konsentrasi zat warna

ANOVA						
% Degradasi						
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	
Between Groups	5258.695	4	1314.674	54.608	.000	
Within Groups	240.746	10	24.075			
Total	5499.442	14				

% Degradasi							
Tukey HSD ^a							
		Subs	et for alpha =	- 0.05	notasi		
Konsentrasi Zat Warna	N	1	2	3			
25 ppm	3	51.7965			а		
20 ppm	3		77.0472		b		
15 ppm	3			97.0982	С		
10 ppm	3			99.7384	С		
5 ppm	3			99.9558	С		
Sig.		1.000	1.000	.949			

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

d. Efektivitas

ANOVA							
%Degradasi							
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.		
Between Groups	15399.400	3	5133.133	4961.273	.000		
Within Groups	8.277	8	1.035				
Total	15407.677	11					

%Degradasi							
Tukey HSD ^a							
	Subset for alpha = 0.05 notasi						
Efektivitas	Ν	1	2	3			
Tanpa Katalis	3	14.4144			а		
Zeolit	3		92.1751		b		
TiO ₂	3			98.7040	С		
TiO ₂ /Zeolit	3			99.7384	С		
Sig.		1.000	1.000	.618			

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.