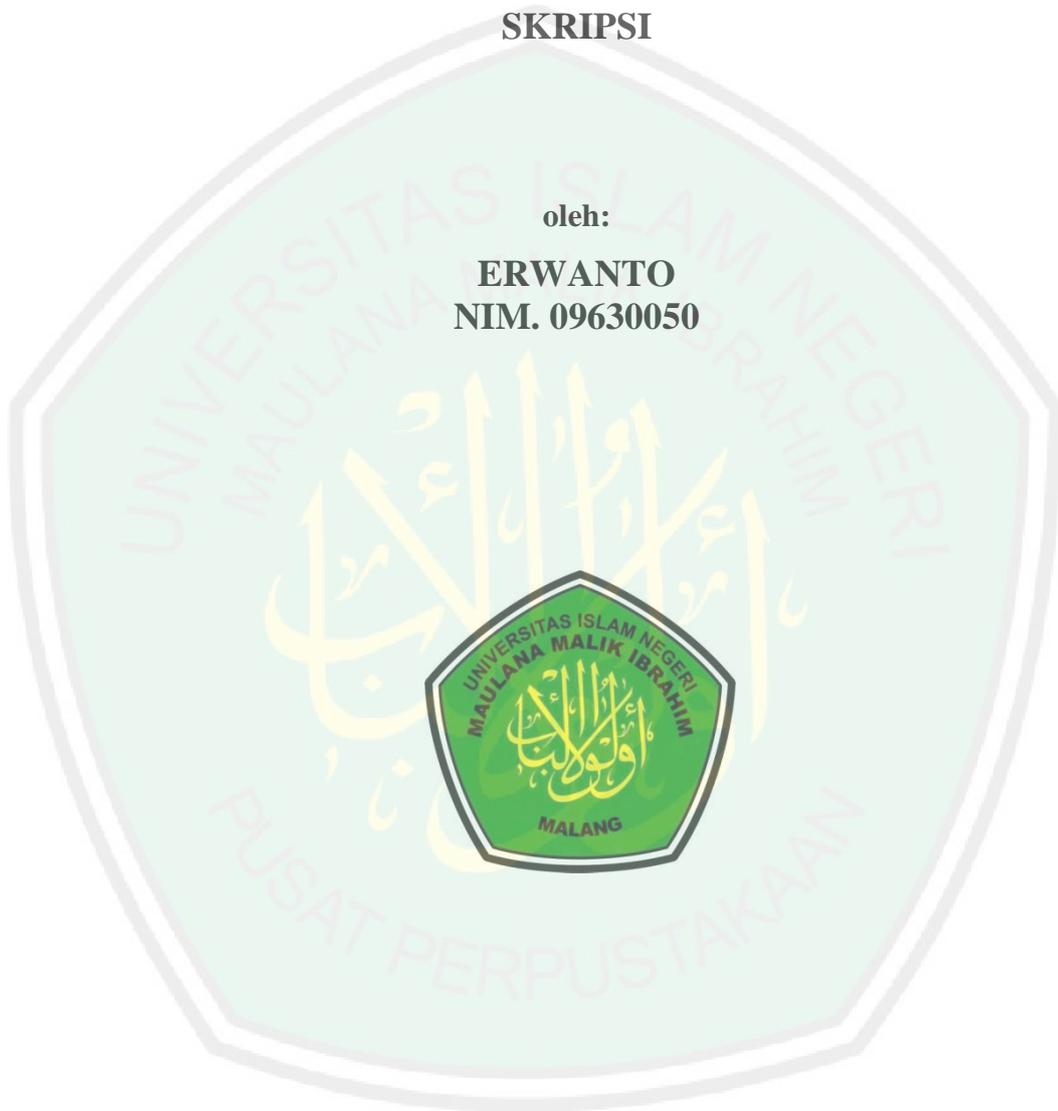


**FOTODEGRADASI ZAT WARNA *METHYLEN BLUE* MENGGUNAKAN
TiO₂/ZEOLIT DENGAN PENAMBAHAN ION NITRAT (NO₃⁻)**

SKRIPSI

oleh:

**ERWANTO
NIM. 09630050**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014**

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA *METHYLEN BLUE* MENGGUNAKAN
TiO₂/ZEOLIT DENGAN PENAMBAHAN ION NITRAT (NO₃⁻)**

SKRIPSI

Diajukan Kepada:

**Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

Oleh :

ERWANTO

NIM. 09630050

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG**

2014

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA *METHYLEN BLUE* MENGGUNAKAN
TiO₂/ZEOLIT DENGAN PENAMBAHAN ION NITRAT (NO₃⁻)**

SKRIPSI

Oleh :
ERWANTO
NIM. 09630050

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal : 2014

Pembimbing I

Pembimbing II

Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

Tri Kustono Adi, M.Sc
NIP.19710311 200312 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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

**FOTODEGRADASI ZAT WARNA METHYLEN BLUE MENGGUNAKAN
TiO₂/ZEOLIT DENGAN PENAMBAHAN ION NITRAT (NO₃⁻)**

SKRIPSI

Oleh :
ERWANTO
09630050

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 12 September 2014

Penguji Utama : Elok Kamilah Hayati, M.Si (.....)
NIP. 19790620 200604 2 002

Ketua Penguji : Nur Aini, M.Sc (.....)
NIPT.201309122316

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc (.....)
NIP. 19821104 200901 2 007

Anggota Penguji : Tri Kustono Adi, M.Sc (.....)
NIP. 19710311 200312 1 002

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Erwanto
NIM : 09630050
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : Fotodegradasi Zat Warna *Methylen Blue* Menggunakan
TiO₂/Zeolit Dengan Penambahan Ion Nitrat (NO₃⁻)

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 mempertanggungjawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, September 2014
Yang Membuat Pernyataan,

Erwanto
NIM. 09630050

MOTTO;

*Kenikmatan atau kepuasan
bukan pada suatu khayalan
akan tetapi pada sehatnya akal fikiran*



Dzikir, Fikr dan Amal Sholeh

Halaman Persembahan

Lembaran-lembaran ini saya persembahkan kepada Sang Maha Mengetahui Allah SWT, berikanlah kehausan ilmu kepada hambamu ini Ya Rabb..... untuk senantiasa dalam dekapan ridho-Mu.

Bapak/Ibu ...

Tasji & Asmayah, terima kasih atas supremasi cinta dan sayang kalian pada ananda, semoga kelak ananda senantiasa berbakti dan membahagiakan kalian.

Sahabat-sahabat PMII Rayon Pencerahan Galileo

(bang sandy, mas anas, bang wewed, mbak izah, mbak ana, mbak fida, mas fauzan, mas farhan, alfian, vivi, ihyak, anang, farid, mukhlas, huda tomo (fian cilik), bonita, luluk, muiz, hamdan, syifak dll).

Berkat bergumam dengan kalian aku tahu manis dan getirnya " Ngader dan Dikader "

Sahabat-sahabat PMII Komisariat Sunan Ampel Malang

(amang ajo, pak dhe, bung tholibin, e' enk, fathul, tina, zila, alien, dwi kres, takul dll) berkat kalian kita semua belajar apa arti kebersamaan, kepentingan dan tentunya persahabatan?

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur penulis panjatkan hanya kepada Allah SWT, Rabb pemilik dan penguasa alam semesta, karena atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi berjudul “ Fotodegradasi Zat Warna Methylen Blue Menggunakan TiO_2 /Zeolit Dengan Penambahan Ion Nitrat (NO_3^-)”.

Penulis menyadari bahwa selama berlangsung penelitian, penyusunan sampai pada tahap penyelesaian skripsi ini tak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu iringan do'a dan ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si
2. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Dr. drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si
3. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si
4. Pembimbing dan Konsultan Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si
5. Bapak-Ibu penguji, Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si dan Ibu Nur Aini, M.Si.,
6. Penguji agama sekaligus pembimbing agama Bapak Tri Kustono Adi, M.Sc.,
7. A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen wali yang telah membimbing penulis sejak awal masa studi
8. Kedua orang tua, Bapak Tasji dan Ibu Asmayah tercinta yang dengan sepenuh hati memberikan dukungan dan do'a sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan

9. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan

Akhir kata Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Wassalamu 'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Malang, September 2014

Penulis



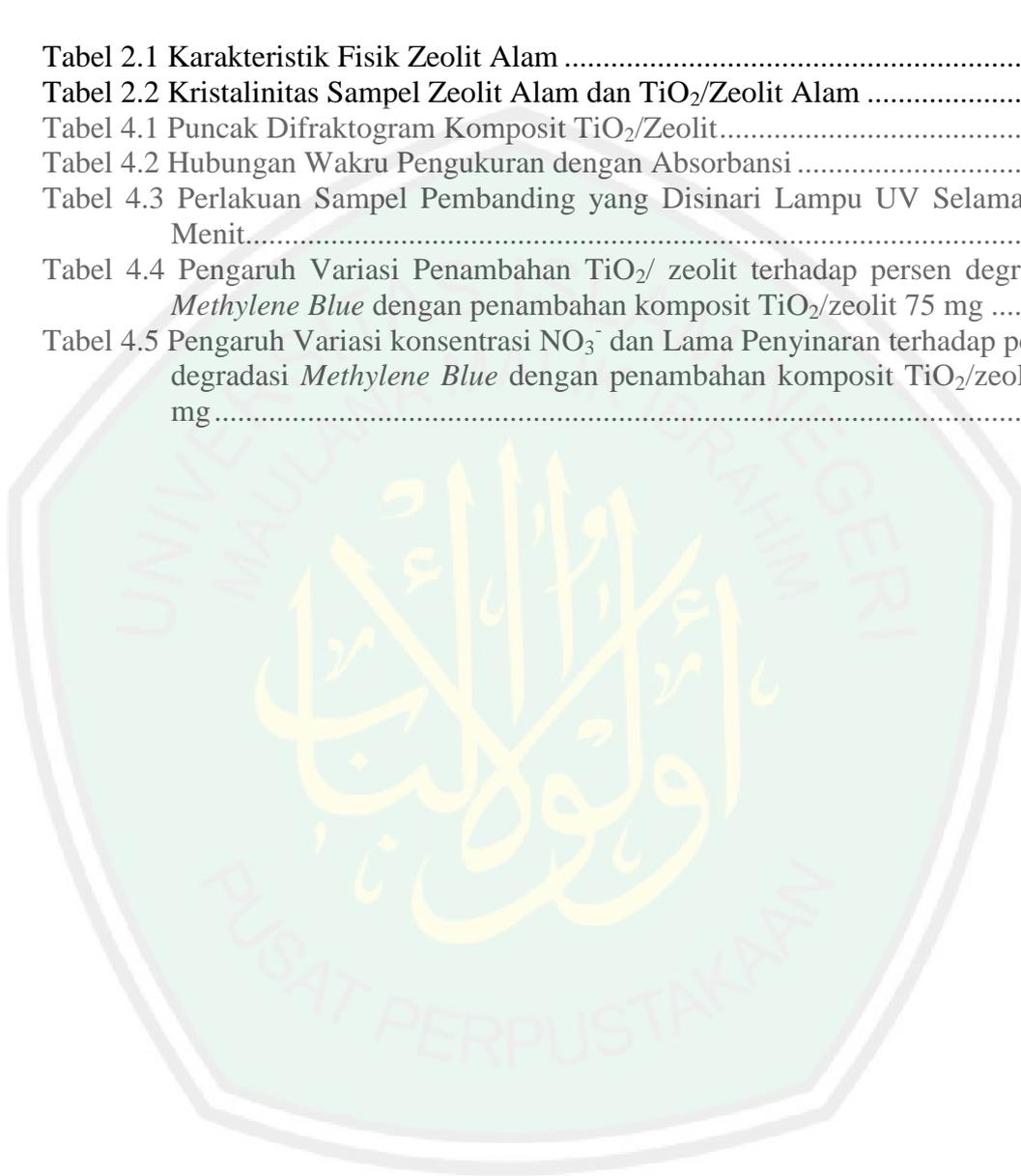
DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
LEMBAR PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Definisi dan Karakteristik Zeolit	9
2.2 Struktur Zeolit	10
2.3 Pembuatan Zeolit Alam Aktif (H-Zeolit).....	13
2.4 Pengembangan Zeolit Alam dengan Metode Dispersi.....	16
2.5 Karakterisasi Zeolit Alam Teraktivasi dan Terdispersi	18
2.5.1 AX-Ray Diffraction (XRD)	18
2.6 Methylene Blue	21
2.7 Fotodegradasi Limbah Zat Pewarna Tekstil	24
2.8 Penambahan Anion Anorganik dalam Proses Fotodegradasi	32
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat	35
3.2 Alat dan Bahan.....	35
3.2.1 Alat.....	35
3.2.2 Bahan	35
3.3 Tahapan Penelitian	35
3.4 Prosedur Penelitian	36
3.4.1 Preparasi Sampel	36
3.4.2 Aktivasi Zeolit	36
3.4.3 Modifikasi Zeolit dengan Metode Dispersi TiO ₂	36
3.4.4 Karakterisasi	37

3.4.4.1 Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	37
3.4.5 Proses Fotodegradasi	37
3.4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>MethyleneBlue</i> (MB)	37
3.4.5.2 Penentuan Waktu Operasional	37
3.4.5.3 Penentuan Kurva Baku	37
3.4.5.4 Pengaruh Variasi Jumlah Penambahan TiO_2 -zeolit Terhadap Persen Degradasi	38
3.4.5.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi NO_3^- Terhadap Konstanta Laju Degradasi serta Lama Penyinaran Zat Warna <i>Methylene blue</i>	38
3.5 Teknik Analisis Data	39
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Sampel Zeolit Alam Malang	40
4.2 Aktivasi Sampel Zeolit Alam Malang	40
4.3 Modifikasi Zeolit Alam dengan Metode Dispersi TiO_2	43
4.4 Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	44
4.5 Proses Fotodegradasi	46
4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>MethyleneBlue</i> (MB).....	46
4.5.2 Penentuan Waktu Operasional	48
4.5.3 Penentuan Kurva Baku	49
4.5.4 Pengaruh Variasi Jumlah Penambahan TiO_2 -zeolit Terhadap Persen Degradasi.....	50
4.5.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi NO_3^- Terhadap Konstanta Laju Degradasi serta Lama Penyinaran Zat Warna <i>Methylene blue</i>	53
4.6 Pemanfaatan TiO_2 /Zeolit Alam Malang sebagai Fotodegradator Zat Pewarna <i>Methylen blue</i>	56
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	60
5.2 Saran	60
DAFTAR PUSTAKA	61
LAMPIRAN	66

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik Fisik Zeolit Alam	10
Tabel 2.2 Kristalinitas Sampel Zeolit Alam dan TiO ₂ /Zeolit Alam	21
Tabel 4.1 Puncak Difraktogram Komposit TiO ₂ /Zeolit.....	45
Tabel 4.2 Hubungan Waktu Pengukuran dengan Absorbansi	48
Tabel 4.3 Perlakuan Sampel Perbandingan yang Disinari Lampu UV Selama 100 Menit.....	50
Tabel 4.4 Pengaruh Variasi Penambahan TiO ₂ / zeolit terhadap persen degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan penambahan komposit TiO ₂ /zeolit 75 mg	51
Tabel 4.5 Pengaruh Variasi konsentrasi NO ₃ ⁻ dan Lama Penyinaran terhadap persen degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan penambahan komposit TiO ₂ /zeolit 75 mg.....	54



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Penggabungan Satuan SiO_4^{4-} dan AlO_4^{5-}	11
Gambar 2.2 Satuan Pembangun Sekunder dalam Zeolit	12
Gambar 2.3 Proses pertukaran amonium dengan kation yang ada pada zeolit....	15
Gambar 2.4 Pola difraktogram (XRD) sampel zeolit alam (atas), zeolit alam diaktivasi dengan HCl (tengah), dan zeolit alam diaktivasi dengan NH_4NO_3 (bawah)	16
Gambar 2.5 Bagan difraktometer sinar-X.....	20
Gambar 2.6 Struktur <i>methylen blue</i>	21
Gambar 2.7 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor.....	27
Gambar 2.8 Fotodegradasi Senyawa <i>Methylen Blue</i> dengan TiO_2	30
Gambar 2.9 Kurva hubungan variasi konsentrasi penambahan nitrat dengan lama waktu penyinaran dalam fotodegradasi <i>metyl orange</i>	33
Gambar 2.10 Kurva hubungan jumlah fotokatalis dengan degradasi zat warna..	34
Gambar 3.1 Reaktor fotodegradasi	39
Gambar 4.1 Pergerakan Amonium Sebagai Bahan Aktivasi Zeolit	42
Gambar 4.2 Difraktogram Komposit $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$	46
Gambar 4.3 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang <i>methylen blue</i>	47
Gambar 4.4 Hubungan konsentrasi <i>methylene blue</i> 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm dengan absorbansinya	49

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	66
Lampiran 2 Skema Kerja	67
Lampiran 3 Pembuatan Larutan	72
Lampiran 4 Karakterisasi XRD.....	79
Lampiran 5 Karakterisasi Methylen Blue dengan UV-VIS	85
Lampiran 6 Perhitungan Hasil Fotodegradasi.....	94
Lampiran 7 Dokumentasi.....	98



ABSTRAK

Erwanto. 2014. Fotodegradasi Zat Warna *Methylen Blue* Menggunakan TiO_2 / Zeolit Dengan Penambahan Ion Nitrat (NO_3^-). Skripsi. Jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Tri Kustono Adi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata kunci : Zeolit Alam Malang, Komposit, TiO_2 , Fotodegradasi, NO_3^-

Methylen blue merupakan zat warna memiliki efek berbahaya untuk kesehatan manusia, karena dibuat dari senyawa azo yang mengandung gugus kromofor $-\text{N}=\text{N}-$ dalam molekulnya. Komposit TiO_2 /zeolit dapat digunakan untuk mendegradasi zat pewarna. Aktivitas zeolit alam dapat ditingkatkan dengan aktivasi dan pengembunan TiO_2 . Tujuan penelitian ini adalah mengetahui karakterisasi TiO_2 /zeolit, jumlah penambahan TiO_2 /zeolit efektif dan konsentrasi penambahan ion NO_3^- efektif serta waktu lama penyinaran efektif terhadap fotodegradasi *methylen blue*.

Zeolit alam diaktivasi menggunakan NH_4NO_3 2 M dan diperoleh H-zeolit. H-zeolit dicampur TiO_2 dengan perbandingan (97:3) % dengan metode hidrotermal dan kalsinasi pada suhu 500°C selama 4 jam. Karakterisasi komposit TiO_2 /zeolit dengan XRD. Dilakukan variasi penambahan komposit dalam proses fotodegradasi terhadap *methylen blue* dengan penyinaran lampu UV. Hasil terbaik variasi penambahan komposit akan ditambahkan pada variasi konsentrasi penambahan NO_3^- dalam proses fotodegradasi terhadap *methylen blue* dengan penyinaran lampu UV.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan zeolit alam tidak mengalami perubahan struktur, namun terjadi perubahan intensitas akibat penambahan TiO_2 . Penambahan komposit TiO_2 /zeolit terbaik sebanyak 75 mg dengan efektifitas degradasi sebesar 29,94 %. Dan penambahan NO_3^- terbaik pada konsentrasi 0,5 M dengan efektifitas degradasi sebesar 30,81 % pada penyinaran lampu UV selama 100 menit.

ABSTRACT

Erwanto. 2014. Methylene Blue Dye Photodegradation Using TiO₂/Zeolite with the Addition of Nitrate Ions (NO₃⁻). Thesis. Chemistry Development, Science and Technology Faculty, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. First Supervisor, Suci Amalia, M.Sc; Second Supervisor, Tri Kustono Adi, M.Sc; Consultant, Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keyword: Natural zeolite malang, Composite, TiO₂, Photodegradation, NO₃⁻

Methylene blue is a dye that has a harmful effect for human health, because it is made of compounds containing azo chromophore group -N=N- in its molecule. Composite zeolite-TiO₂ can be used to degrade dye. Natural zeolite activity can be enhanced by activation and developing of TiO₂. The purpose of this study is to investigate the characterization of zeolite-TiO₂, the number of effective zeolite addition and addition of effective ion concentration, and prolonged irradiation is effective against Methylene blue photodegradation.

Activated natural zeolite used NH₄NO₃ 2 M retrieved H-zeolite, H-zeolite mixed TiO₂ with ratio (97:3) % by hydrothermal method and calcinations at temperatures 500 °C for the four-hour. Characterization of composite zeolite- TiO₂ with XRD. Did variations in the process of added composite photodegradation to methylene blue by irradiating UV light. The best results are variations addition of composite could be added to increase NO₃⁻ the concentration variation in the process of photodegradation to methylene blue by irradiating UV light.

The results of the characterization XRD of the natural zeolite showed no change structure, however, the intensity changes due to the addition of TiO₂. The best addition of composite zeolite-TiO₂ as much as 75 mg with the effectiveness of degradation at 29,94 % and addition the best NO₃⁻ to concentration at 0,5 M, with the effectiveness of degradation by 30,81 % at irradiated UV light as much as 100 minutes.

مستخلص البحث

أبروانطا. ٢٠١٤. تحلل الضوئي من مادة اللون *Methylen Blue* باستخدام الزيوليت- TiO_2 من مقارنتهم بزيادة أيون النترات (NO_3^-). بحث علمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم و التكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية بمالانق. المشرفة الأولى سوجي عملية الماجستير، و المشرف الثاني تاري كونتانا عادي الماجستير، و المستشارة سوسي نورول الخليفة الماجستير.

الكلمات الرئيسية: الزيوليت الطبيعي بمالانق، الخليط، TiO_2 ، تحلل الضوئي، NO_3^-

Methylen Blue هو مادة اللون لها تأثير الخطير لصحة الإنسان لأنه مصنوعة من مركبات آزو التي تحتوي مجموعة حامل اللون $-N=N-$ في جزيئاته. يستطيع الباحث أن يستخدم خليط زيوليت TiO_2 لإذلال مادة اللون. شرح الله في كتابه الكريم سورة الحاثية: ٣١ أن لا خلق الله في السماوات و الأرض عبثا مثل استخدام زيوليت الطبيعي بمالانق كمختلط. أنشطة زيوليت الطبيعي تتعزز بتفعيل و النامية TiO_2 . هدف هذا البحث ليعترف أنشطة زيوليت- TiO_2 ، و جملة التزديد من فعال زيوليت- TiO_2 و تركيز التزديد فعال أيون NO_3^- ، و وقت طويل لتشجيع فعالة على تحلل الضوئي *Methylen Blue*.

تنشيط زيوليت الطبيعي باستخدام $M 2 NH_4NO_3$ و تحصيله H-زيوليت، يخلط H-زيوليت ب TiO_2 بمقارنتهما (٣:٩٧) % و بطريقة المائية و تكليس في درجات الحرارة $500^\circ C$ من خلال أربع ساعات. أنشطة تخليط من زيوليت- TiO_2 ب XRD. متوقع تزديد الخليط في عملية تحلل الضوئي على *Methylen Blue* بواسطة اضاءة مصباح الأشعة فوق البنفسجية. أفضل النتائج من متنوع تزديد الخليط ستضاف على متنوع أنشطة التزديد NO_3^- في عملية تحلل الضوئي على *Methylen Blue* بواسطة اضاءة مصباح الأشعة فوق البنفسجية.

تدل نتيجة أنشطة XRD أنّ زيوليت الطبيعي لا يتغير تركيبه و لكن تغير كثافة بسبب رباط TiO_2 . أفضل ربط خليط الزيوليت- TiO_2 مجموعتهما ٧٥ mg بنتيجة فعالية الإذلال % ٢٩,٩٤. و تزديد أفضل NO_3^- على أنشطة ٠,٥ M بنتيجة فعالية الإذلال % ٣٠,١٨ على اضاءة مصباح الأشعة فوق البنفسجية من خلال ١٠٠ دقائق.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah SWT berfirman dalam surat al Jatsiyah ayat 13 :

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُۥٓ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لٰٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ
يَّتَفَكَّرُوْنَ

Artinya :

“Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang ada di langit dan di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir” (QS.al Jatsiyah:13).

Al Qarni (2007) menyampaikan bahwa Allah SWT menundukkan segala sesuatu yang ada di langit, seperti matahari, bulan, bintang, galaksi dan awan bagi hamba-hamba-Nya. Dia juga menundukkan semua yang ada di bumi, seperti hewan, tumbuhan dan benda-benda mati agar semuanya dimanfaatkan oleh hamba-hamba-Nya. Semua nikmat ini Allah berikan kepada manusia agar mereka bersyukur dan mengikhlaskan ibadah hanya kepada-Nya. Semua yang Allah tundukkan ini mengandung bukti-bukti kekuasaan, ke-Esaan, dan keagungan Allah SWT yang nyata bagi orang-orang yang mau memikirkan, merenungi dan mengambil manfaat darinya.

Sebagai manusia yang dikaruniai akal, kita seharusnya dapat memahami bahwa segala ciptaan Allah SWT yang berada di langit dan di bumi, memiliki manfaat yang besar bagi kehidupan umat manusia. Kemakmuran dan kehancuran alam semesta pun akan tunduk dibawah kekuasaan Nya. Akan tetapi manusia

bukan semata-mata tidak memiliki peran dalam menjaga alam semesta ini. Justru manusialah yang menjadi pemimpin di muka bumi ini dengan tetap berpedoman pada al Qur'an dan al Hadits.

Sebagaimana dengan berkembangnya industri tekstil di Indonesia yang tidak diimbangi dengan pengolahan limbah industri oleh tangan-tangan manusia. Sehingga banyak pencemaran lingkungan, akibat ketamakan para pemilik industri yang lebih memilih keuntungan pribadi tanpa memperhatikan kesehatan dan kesejahteraan masyarakat. Industri tekstil zat warna sisa adalah limbah dengan konsentrasi relatif besar 20-200 mg/L yang mengakibatkan pencemaran perairan (Pandey, dkk., 2007). Dan juga salah satu pencemar organik yang bersifat *non-biodegradable*. Zat warna tekstil umumnya dibuat dari senyawa azo dimana mempunyai gugus kromofor $-N=N-$ dalam struktur molekulnya (Wardhana, 2004).

Zat pewarna limbah yang sangat banyak digunakan ialah *methylen blue*, pewarna ini merupakan bahan pewarna dasar yang sangat penting dan relatif murah dibandingkan dengan pewarna lainnya. Biasanya *methylen blue* digunakan untuk pewarna kapas, kertas dan rambut (Alzaydien, 2009). *Methylen blue* memiliki efek berbahaya untuk kesehatan manusia, karena jika terkena paparan *methylen blue* dengan konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan iritasi pada kulit (jika disentuh), detak jantung cepat, muntah, penyakit kuning, sianosis (jika terhirup), jaringan nekrosis pada manusia serta bersifat karsinogenik (Hamdaoui and chiha, 2006; dalam Alawiyah, 2012).

Proses penghilangan atau menurunkan konsentrasi zat warna dalam limbah telah banyak dilakukan. Metode-metode tersebut ialah biodegradasi, koagulasi-flokulasi dan adsorpsi. Metode biodegradasi menggunakan mikroorganisme untuk memecah dan mendegradasi bahan organik menjadi bahan yang mudah menguap, sehingga proses ini membutuhkan adanya oksigen (Wardhana, 2004).

Manurung dkk., (2004) telah melakukan perombakan zat warna azo reaktif, secara aerob maupun anaerob. Dalam metode tersebut, proses aerob dapat memutuskan ikatan kromofor azo yang ditandai dengan hilangnya zat warna secara visual, untuk konsentrasi rendah yaitu sekitar 1,1-2,2 mg/L.

Metode lainnya yaitu proses koagulasi dan flokulasi untuk menurunkan konsentrasi zat warna pada limbah industri tekstil dengan menggunakan koagulan PAC (*polyaluminium klorida*). Dalam kedua metode tersebut menyebabkan terbentuknya lumpur (*sludge*) dalam jumlah yang relatif besar. Sehingga lumpur yang dihasilkan pada akhirnya, akan tetap menjadi limbah dalam bentuk lain dan harus dilakukan pengolahan lebih lanjut (Hendrasari, 2001).

Selanjutnya adalah metode adsorpsi, metode tersebut relatif sederhana dan efektif namun tidak dapat menghilangkan toksisitas, melainkan hanya memindahkan zat warna ke dalam padatan adsorben, apabila adsorben telah jenuh maka akan menjadi limbah padat baru (Slamet, 2008 dalam Alawiyah, 2012).

Salah satu alternatif untuk mengatasi hal tersebut adalah dengan metode fotodegradasi menggunakan semikonduktor berupa titanium dioksida. Metode tersebut efisien dalam mendegradasi senyawa organik pada fase cair dan gas untuk menjadi senyawa sederhana, misalkan limbah tekstil yang mengandung

karbon, hidrogen, nitrogen, sulfur dan halogen akan terdegradasi menjadi CO_2 , H_2O , anion NO_3^- , SO_4^- dan halida. Karena TiO_2 merupakan semikonduktor dengan struktur elektronik yang khas yaitu memiliki pita valensi dan pita konduksi yang kosong. Pada waktu dikenai sinar matahari maka terjadi proses eksitasi e^- dari pita valensi ke pita konduksi yang menjadikan TiO_2 sebagai oksidator kuat, sehingga dapat mendegradasi senyawa organik menjadi CO_2 dan air (Hoffman, 1995).

Fatimah (2006) melakukan fotodegradasi senyawa alizarin S menggunakan TiO_2 -zeolit, dibuatlah larutan kompleks titan dengan menambahkan 20 mL TiCl_4 9,01 M sedikit demi sedikit ke dalam 4 mL HCl 6,0 M kemudian di tambahkan larutan kompleks titan pada zeolit yang sudah diaduk dengan air bebas ion selama 5 jam. Dalam reaksi fotodegradasi tersebut senyawa *alizarin S* teradsorpsi ke permukaan partikel fotokatalis secara simultan dan disertai proses oksidasi fotokatalitik, kemudian senyawa alizarin S terdegradasi menjadi senyawa sederhana yaitu CO_2 , H_2O dan SO_4^{2-} . Pada penelitian tersebut diketahui TiO_2 -zeolit mampu mendegradasi zat warna *alizarin S* sebesar 99 % dalam waktu 60 menit.

Wardhani (2013) menggunakan TiO_2 -zeolit yang ditambahkan ion nitrat untuk mendegradasi zat warna *methyl orange*. Pada penelitian tersebut dilakukan penambahan ion nitrat secara bervariasi yaitu yaitu 0,5; 1; 1,5 dan 2 M dengan konstanta laju reaksi sebesar $0,004 \text{ menit}^{-1}$ pada konsentrasi nitrat 1,5 M. dari penelitian tersebut diketahui bahwa hasil laju fotodegradasi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi ion nitrat. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya penambahan ion nitrat ini mampu menangkap eksitasi elektron dari pita

valensi ke pita konduksi (e-cb) sehingga terbentuk radikal pengoksidasi berupa NO_3^{\bullet} yang bereaksi dengan H_2O dan menjadi radikal pengoksidasi berupa $\bullet\text{OH}$ yang akan mendegradasi senyawa *methyl orange*. Dalam meningkatkan pengaruh degradasi terhadap proses fotodegradasi, Zhang (2005) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa adanya penambahan anion pada proses fotodegradasi dan fotoelektrokatalisis dapat mempengaruhi konstanta laju degradasi. Adanya konsentrasi anion berlebih, menyebabkan sebagian anion tidak teradsorpsi dan dapat membentuk senyawa radikal yang dapat mempercepat degradasi zat warna. Anion anorganik dapat berupa ion klorida, nitrat, bikarbonat, sulfat, persulfat dan klorat.

Pemanfaatan zeolit alam menjadi salah satu hal yang bisa memberikan kemudahan bagi kelangsungan hidup umat manusia akan tetapi sejauh ini perkembangannya masih terbatas. Maygasari, dkk, (2010) melaporkan bahwa pemanfaatan senyawa zeolit alam masih terbatas karena manfaat dari zeolit alam baru berkembang di beberapa hal misalnya pengolahan air, pertanian, bahan tambahan pakan hewan, sebagai pembawa herbisida dan pestisida dan media tanam. Masih terbatasnya manfaat dari senyawa zeolit alam menjadi tugas manusia dalam mengembangkan manfaat dan kegunaan senyawa tersebut.

Salah satu upaya peningkatan kerja zeolit alam yaitu zeolit akan diaktivasi dan dimodifikasi. Suharto (2007) melakukan aktivasi dan modifikasi terhadap zeolit alam. Dalam penelitian tersebut dilakukan aktivasi kimia dengan menggunakan amonium nitrat dan aktivasi fisika dengan kalsinasi sedangkan untuk modifikasinya berupa dispersi logam Ti, Ni dan Cr. Pada penelitian tersebut

diperoleh hasil pengukuran terhadap luas permukaan katalis dengan menggunakan metode adsorpsi *methylene blue*, sampel zeolit alam mempunyai luas permukaan sebesar 97 m²/g, sampel zeolit teraktivasi sebesar 105 m/g, dan katalis zeolit bifungsional sebesar 110 m/g. Sedangkan pada analisis jumlah keasaman dengan metode gravimetri, sampel zeolit alam memiliki keasaman 1,537 mmol NH₃/g, zeolit teraktivasi memiliki keasaman 3,222 mmol NH₃/g dan zeolit terdispersi memiliki keasaman dengan rentang 3,00-3,70 mmol NH₃/g zeolit.

Rianto (2012) juga telah melakukan modifikasi dan karakterisasi zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi logam terdispersi logam TiO₂. Pada penelitian tersebut diperoleh luas permukaan dengan masing-masing konsentrasi 0,1; 0,2 dan 0,3 M sebesar 22,433; 23,365 dan 21,502 m²/gram. Pada konsentrasi 0,2 M diperoleh luas permukaan yang lebih tinggi.

Dalam penelitian ini akan dilakukan aktivasi, modifikasi dengan metode hidrotermal, kemudian dilakukan karakterisasi zeolit alam teraktivasi dan terdispersi TiO₂ dengan menggunakan XRD (X-Ray Diffraction). Setelah itu dilakukan uji degradasi dengan penambahan anion anorganik berupa ion nitrat (NO₃⁻), dengan harapan dapat meningkatkan proses fotodegradasi zat warna *methylen blue*.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakterisasi zeolit alam Malang setelah dilakukan modifikasi dengan penambahan logam TiO₂?

2. Berapakah jumlah penambahan zeolit-TiO₂ efektif terhadap fotodegradasi *methylen blue*?
3. Berapakah variasi konsentrasi ion nitrat (NO₃⁻) efektif dan variasi lama penyinaran UV efektif terhadap fotodegradasi *methylen blue*?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui karakterisasi zeolit alam Malang setelah dilakukan modifikasi dengan penambahan logam TiO₂.
2. Mengetahui jumlah penambahan TiO₂-zeolit efektif terhadap fotodegradasi *methylen blue*.
3. Mengetahui konsentrasi penambahan ion nitrat (NO₃⁻) efektif dan lama penyinaran UV efektif terhadap fotodegradasi *methylen blue*.
4. Mengetahui terhadap fotodegradasi *methylen blue*.

1.4 Batasan Masalah

1. Zeolit alam yang digunakan berasal dari daerah Sumbermanjing Wetan Kabupaten Malang.
2. Logam TiO₂ yang dilakukan untuk memodifikasi zeolit alam menggunakan rasio perbandingan TiO₂-zeolit (3:97)%
3. Karakterisasi yang dilakukan dengan menggunakan XRD (X-Ray Diffraction).
4. Jumlah penambahan TiO₂-zeolit pada proses fotodegradasi *methylen blue* menggunakan variasi 12,5; 25; 50 dan 75 mg.

5. Konsentrasi penambahan ion nitrat pada proses fotodegradasi *methylen blue* menggunakan variasi 0,5; 1; 1,5 dan 2 M dan variasi lama penyinarannya adalah 20; 40; 60; 80 dan 100 menit.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh penambahan ion nitrat (NO_3^-) terhadap peningkatan keaktifan zeolit alam yang sudah termodifikasi. Jika penambahan ion nitrat (NO_3^-) pada modifikasi zeolit alam Malang dapat meningkatkan keaktifan dalam proses katalitik, maka dapat dimanfaatkan dalam proses degradasi zat pewarna lain yang mencemari lingkungan.
2. Dapat berpartisipasi dalam memberikan kontribusi terhadap pengembangan keilmuan sains dan agama, khususnya dalam bidang ilmu Kimia.
3. Sebagai bentuk aplikasi ilmu yang telah penulis dapatkan selama belajar di bangku kuliah untuk mengkaitkan ilmu kimia dengan kehidupan nyata yang merupakan kebutuhan manusia.
4. Memberikan informasi kepada masyarakat agar lebih memanfaatkan zeolit alam Malang yang merupakan salah satu sumber kekayaan alam khususnya daerah Malang sebagai material yang memiliki kemanfaatan tinggi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Definisi dan Karakteristik Zeolit

Mineral zeolit diperkenalkan sejak tahun 1756 oleh Cronstedt ketika menemukan stilbit yang bila dipanaskan seperti batu didih (boiling stone) karena dehidrasi molekul air yang dikandungnya. Pada tahun 1954 zeolit diklasifikasikan sebagai golongan mineral tersendiri, yang saat itu dikenal sebagai *molecular sieve materials* (Gotardi dan Galli, 1985). Kata zeolit berasal dari kata Yunani *zein* yang berarti membuih dan *lithos* yang berarti batu. Zeolit merupakan mineral hasil tambang yang bersifat lunak dan mudah kering. Zeolit berwarna putih keabu-abuan, putih kehijau-hijauan atau putih kekuning-kuningan. Ukuran kristal zeolit kebanyakan tidak lebih dari 10-15 mikron (Sutarti dan Rahmawati, 1994).

Berdasarkan proses pembentuknya, zeolit dapat dikelompokkan menjadi dua kelompok besar yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis (Mortimer & Taylor 2002). Zeolit alam adalah zeolit yang diperoleh dari endapan di alam, sedangkan zeolit sintetis adalah zeolit yang direkayasa dari bahan berkemurnian tinggi, mempunyai jenis kation tunggal, mempunyai ukuran pori, saluran dan rongga tertentu (Mortimer & Taylor 2002). Zeolit secara umum memiliki ukuran pori yang bervariasi tergantung pada jenis zeolit tersebut. Zeolit sintetis (lebih dikenal dengan *molecular sieve*) memiliki pori yang seragam tergantung pada spesifikasi dari zeolit tersebut.

Komposisi kimia zeolit bergantung pada komposisi hidrotermal lingkungan lokal seperti suhu, tekanan uap air setempat dan komposisi air tanah

kejadiannya. Hal ini menjadikan zeolit dengan warna dan tekstur yang sama mungkin berbeda komposisi kimianya jika diambil dari daerah yang berbeda, karena adanya kombinasi dengan mineral yang berupa partikel halus dan pengotor lainnya (Iskandar, 2008). Beberapa jenis zeolit yang telah diketahui karakteristiknya diperlihatkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Karakteristik Fisik Zeolit Alam

Jenis	Porositas (%)	Stabilitas Panas	Kapasitas Tukar Kation (meq/g)	Spesifikasi Grat. Bumi (g/cm ³)	Bulk Densitas (g/cm ³)
Analsim	18	Tinggi	4,54	2,24-2,29	1,85
Kabasit	47	Tinggi	3,84	2,05-2,10	1,45
Klinoptilotit	34	Tinggi	2,16	2,15-2,25	1,15
Erionit	35	Tinggi	3,12	2,02-2,08	1,51
Heulandit	39	Rendah	2,91	2,18-2,20	1,69
Mordenit	28	Tinggi	4,29	2,12-2,15	1,70
Filipsit	31	Sedang	3,31	2,15-2,20	1,58

Sumber : Polat, dkk (2004)

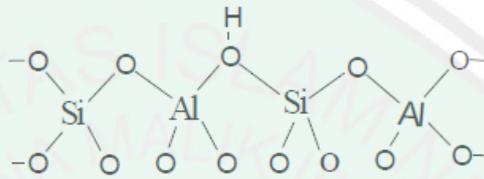
Zeolit mempunyai sejumlah sifat kimia maupun fisika menarik, diantaranya memiliki sifat inert, stabilitas termal tinggi, memiliki rongga yang memungkinkan terjadinya adsorpsi, mempunyai kemampuan untuk mengikat logam sebagai katalis dan memiliki luas permukaan yang besar yang memungkinkan terjadinya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

2.2 Struktur Zeolit

Zeolit adalah kristal aluminosilikat yang mempunyai kerangka tiga dimensi yang tersusun dari tetrahedral SiO₄ dan AlO₄ yang bergabung melalui atom oksigen (Siswodiharjo, 2006). Kerangka struktur tiga dimensi senyawa alumina silikat terdiri dari dua bagian yakni bagian netral dan bagian bermuatan. Bagian netral dibangun oleh silikon dan oksigen dengan jenis bervariasi antara SiO₄⁴⁻ sampai SiO₂ dengan perbandingan Si:O dari 1:4 sampai 1:2. Sedangkan bagian bermuatan dibangun oleh ion aluminium yang kecil dan oksigen. Rumus

umum yang didefinisikan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) untuk zeolit adalah : $M_x/m [(AlO_2)_x (SiO_2)_y] \cdot n H_2O$.

Dalam penggabungan satuan tetrahedron satu dengan lainnya terjadi dengan adanya pemakaian bersama satu atom oksigen oleh dua tetrahedral, seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.1.

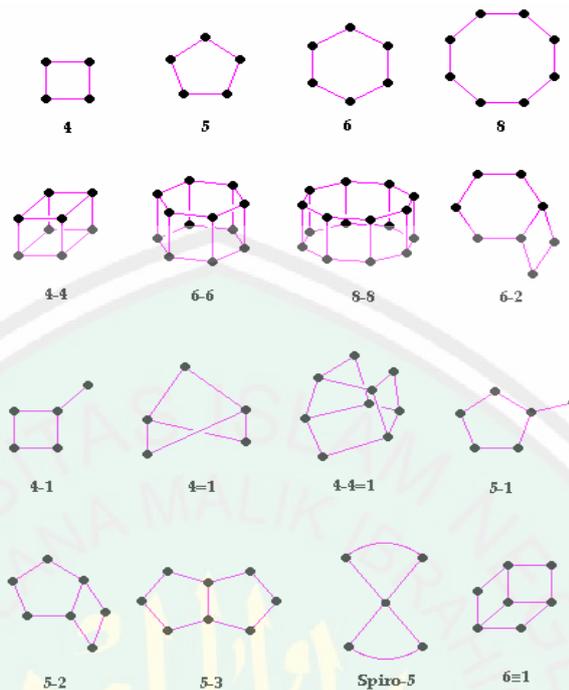


Gambar 2.1 Penggabungan satuan SiO_4^{4-} dan AlO_4^{5-} (Siswodiharjo, 2006).

Tetrahedral $[AlO_4]^{5-}$ bermuatan negatif, sehingga memerlukan ion logam alkali atau alkali tanah yang monovalen atau setengah ion logam divalen, seperti: Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , dan lain-lain untuk menetralkan muatan listriknya (Lestari, 2010).

Zeolit pada dasarnya memiliki tiga variasi struktur yang berbeda yaitu: a) struktur seperti rantai (chain-like structure), b) struktur seperti lembaran (sheet-like structure), c) struktur rangka. Struktur kristal dan morfologi yang terdiri dari rongga-rongga yang berhubungan ke segala arah menyebabkan permukaan zeolit menjadi luas. Morfologi ini terbentuk dari unit pembangunan dasar primer yang membentuk unit pembangunan sekunder dan begitu seterusnya (Saputra, 2006).

Struktur zeolit berdasar pada *Secondary Building Unit* (SBU) terdiri dari 24 silika dan/atau alumina tetrahedral membentuk struktur seperti bola basket yang disebut sangkar sodalit. Jenis zeolit ditentukan dari pola penggabungan sangkar sodalit (SOD) yang dapat diketahui pada Gambar 2.2 (Trisunaryanti, 2009).



Gambar 2.2 Satuan Pembangun Sekunder dalam Zeolit (Baerlocher, 2001)

Zeolit alam banyak dimanfaatkan sebagai agen pendehidrasi, penukar ion, penyerap bau, penyerap molekul polutan, pengatur sistem pemupukan tanaman, dan katalis (Trisunaryanti, 2009). Selain itu zeolit alam juga dapat berperan sebagai material pengemban atau *support* dari material aktif / katalis lain. Hal ini disebabkan potensi dari zeolit alam yang melimpah di Indonesia serta memiliki stabilitas yang tinggi. Sebagai material pengemban, zeolit cukup dominan peranannya terhadap luas permukaan spesifik sehingga dapat meningkatkan aktifitas katalisis dari material aktif yang diembankan (Radiansono, dkk., 2009). Kelebihan tersebut menyebabkan material zeolit dapat digunakan sebagai pengemban material fotokatalis TiO_2 .

2.3 Pembuatan Zeolit Alam Aktif (H-Zeolit)

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

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

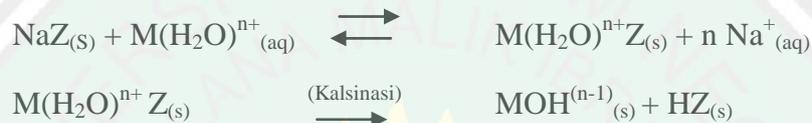
Aktivitas zeolit sebagai katalis ditentukan oleh situs asam bronsted yang berasal dari gugus hidroksil dalam struktur pori zeolit. Gugus hidroksil ini biasanya dibentuk dengan pertukaran amonium atau kation polivalen diikuti

dengan kalsinasi (Dyer, 1988). Mekanisme pembentukan asam Brønsted melalui pertukaran dengan amonium atau ion polivalen adalah sebagai berikut :

- Pertukaran dengan ion ammonium :

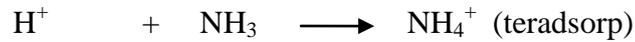


- Pertukaran dengan ion polivalen :

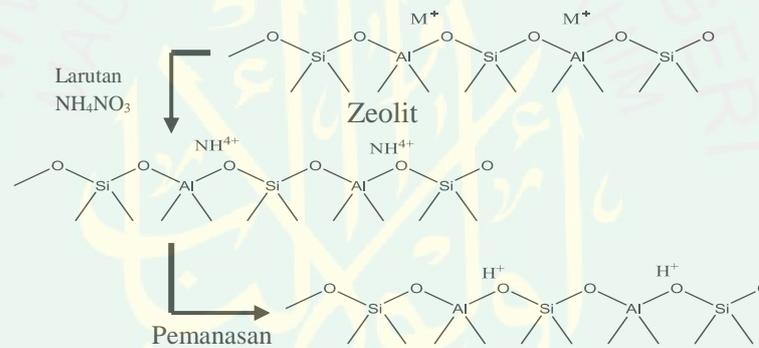


Suharto, dkk., (2007) telah melakukan pembuatan dan karakterisasi katalis bifungsional dari zeolit alam dengan menggunakan logam Cr, Ni, dan Ti. Katalis zeolit bifungsional ini telah berhasil dibuat dengan cara aktivasi zeolit alam menggunakan larutan amonium nitrat dan larutan asam klorida. Ketika ditambahkan larutan ammonium nitrat, maka molekul amoniak teradsorpsi pada pori-pori zeolit. Selanjutnya molekul-molekul amoniak berinteraksi secara kimia dengan sisi-sisi aktif pada permukaan zeolit dan mensubstitusi ion-ion alkali atau hydrogen, sehingga membentuk gugus ammonium pada permukaan zeolit aktif. Ikatan antara gugus amonium dan sisi aktif permukaan zeolit bersifat rentan terhadap pemanasan. Proses pemanasan dapat menghilangkan NH_3 yang masih terdapat dalam zeolit sehingga akan menyebabkan pori dari zeolit terbuka. Terbukanya pori zeolit akan mengakibatkan adsorpsi dari ammonia meningkat. Peningkatan nilai keasaman disumbangkan oleh ion H^+ yang ada pada zeolit. Adanya basa ammonia yang teradsorpsi pada H-zeolit maupun Sn-H-zeolit

mengakibatkan terjadinya reaksi pembentukan ion ammonium (NH_4^+). Adapun reaksi yang terjadi adalah (Yusnani, 2008) :



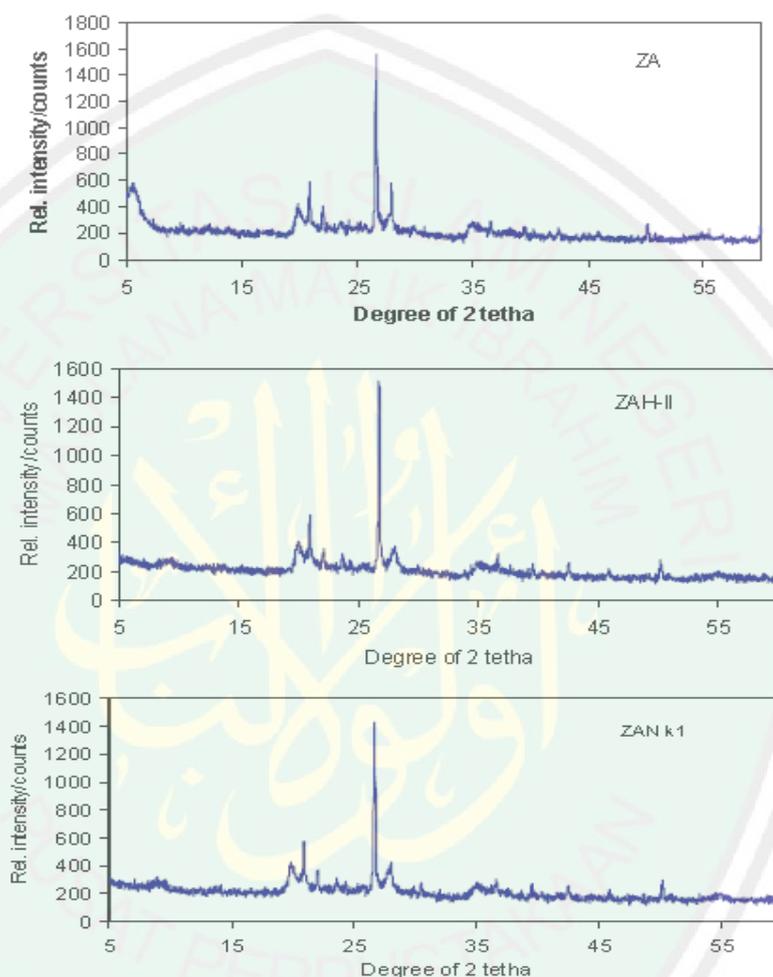
Rosdiana (2006) menambahkan, penambahan garam NH_4NO_3 bertujuan sebagai penukar kation, sehingga ion “pengganggu” yang terdapat dalam zeolit dapat disubstitusi dengan kation NH_4^+ yang terdapat pada permukaan zeolit. Lebih jelasnya, mekanisme adsorpsi amoniak dalam air oleh adsorben zeolit alam dapat diamati pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Proses pertukaran amonium dengan kation yang ada pada zeolit (Banon dan Suharto, 2008)

Hasil proses aktivasi, baik dengan larutan amonium nitrat maupun dengan asam klorida, menyebabkan terjadinya penurunan kadar logam Na dan K pada zeolit alam. Hal ini sesuai dengan teori aktivasi zeolit, yang menyatakan bahwa dalam proses aktivasi terjadi penukaran ion logam Na^+ atau K^+ oleh ion H^+ . Pembuatan katalis bifungsional tersebut dilakukan analisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), hasil analisis menunjukkan bahwa hampir semua katalis zeolit yang dibuat dalam riset tersebut mempunyai fase kristal yang tercampur dengan

fase amorf. Fase amorf dominan dalam zeolit alam, sedangkan bagian fase kristal meningkat setelah dilakukan aktivasi hal tersebut sesuai pada Gambar 2.4 (Banon dan Suharto, 2008).



Gambar 2.4 Pola difraktogram (XRD) sampel zeolit alam (atas), zeolit alam diaktivasi dengan HCl (tengah), dan zeolit alam diaktivasi dengan NH_4NO_3 (bawah) (Suharto ,dkk, 2008)

2.4 Pengembangan Logam TiO_2 Dengan *Dispersi* Pada Zeolit Teraktivasi

Menurut Hegedus (1987) logam-logam yang diembankan ke dalam zeolit akan menyebabkan luas permukaan relatif besar, yang pada akhirnya akan memperbesar luas kontak antara katalis dengan reaktan, sehingga reaksi berjalan

cepat. Keasaman zeolit dapat ditingkatkan dengan cara dealuminasi maupun dengan menambahkan logam atau oksida logam tertentu. Pengembanan logam ke bahan pendukung untuk menghasilkan katalis dapat dilakukan dengan berbagai metode, salah satunya adalah dispersi. Dispersi yaitu memasukkan katalis logam secara paksa ke dalam rongga-rongga pengemban, pertukaran ion, kopresipitasi, dan deposisi (Anderson, 1981).

Dispersi basah adalah suatu metode mendispesikan logam ke dalam penyangga dengan cara perendaman. Konsentrasi garam prekursor disesuaikan dengan pori pori penyangga yang digunakan sehingga terjadi interaksi antara larutan garam prekursor dengan penyangga. Kemudian dengan adanya gerak kapiler yang disebabkan oleh perbedaan antara lapisan permukaan, larutan akan masuk ke dalam pori-pori penyangga yang didistribusikan. Proses ini relatif cepat, tetapi lambat jika ada udara yang terdapat dalam pori-pori penyangga, umumnya pori-pori terisis dengan larutan setelah kurang lebih 10 detik (Miftahudin, 2011). Secara teoritis konsentrasi zat terlarut sama pada semua titik di dalam pori tetapi pada kasus tertentu rendahnya konsentrasi dari pelarut menyebabkan difusi pelarut lebih cepat daripada zat terlarut sehingga dibutuhkan waktu beberapa jam untuk mencapai keadaan homogen seluruhnya.

Berdasarkan teori yang dikemukakan oleh Weisz dalam Bonneviot (1988), pada saat perendaman terjadi proses sebagai berikut :

1. Perpindahan garam logam dari badan pelarut ke permukaan penyangga.
2. Difusi garam logam melalui pori-pori penyangga, dalam hal ini jika padatan penyangga kering maka larutan akan terpenetrasi ke dalam pori

dengan gaya kapilaritas.

3. Terdeposisi garam logam di atas permukaan pori penyangga yang secara simultan terjadi dengan kedua langkah di atas.

Dispersi dengan menkan logam semikonduktor dilakukan Trisunaryanti (1991), Suharto (2007) dan Kalangit (1995), dimana logam-logam transisi seperti logam Cr, Pt, Ni, Pd, Ti dan Mo telah diteliti sebagai logam yang diimbangkan pada zeolit alam dengan hasil yang baik.

Titanium merupakan salah satu logam yang baik digunakan dalam melakukan proses modifikasi zeolit. Menurut Fatimah (2009), titanium dioksida (TiO_2) adalah material yang dikenal sebagai bahan katalis didasarkan pada sifat semikonduktornya. Diantara oksida logam yang lain, titanium dioksida dikenal tidak memiliki sifat toksik (non toxic), memiliki stabilitas termal cukup tinggi dan kemampuannya dapat dipergunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitasnya. Sedangkan modifikasi zeolit alam Malang yang berperan sebagai material penyangga dilakukan dengan dispersi logam titanium bertujuan untuk memperbaiki sifat dari zeolit alam Malang, agar pemanfaatan mineral alam tersebut lebih luas.

2.5 Karakterisasi Zeolit Alam Teraktivasi dan Terdispersi

2.5.1 X-ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh

unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, 2004).

Difraksi sinar-X pertama kali dikemukakan oleh Van Laue (Masrukan, 2008). Laue menyatakan bahwa seandainya suatu kristal dari atom-atom yang tersusun seteknik teratur dan periodik dalam ruang dan jarak antar atom hampir sama dengan panjang gelombang sinar-X, maka kristal-kristal tersebut dapat berfungsi sebagai kisi-kisi yang dapat menghamburkan cahaya. Mengingat bahwa sinar-X mempunyai panjang gelombang yang mendekati jarak antar atom, maka difraksi dapat terjadi kalau kristal dikenai oleh sinar-X. Adapun radiasi elektromagnetik sinar-X berada pada panjang gelombang 0,5–2,5 Ångstrom dan energi +107 eV. Dasar metode ini adalah adanya kekhasan jarak antar bidang kristal (d) pada setiap kristal yang berbeda (Indrawati, 2009).

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

$$n\lambda = 2.d.\sin \theta \dots\dots\dots \text{Pers 2.1}$$

Keterangan :

λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,

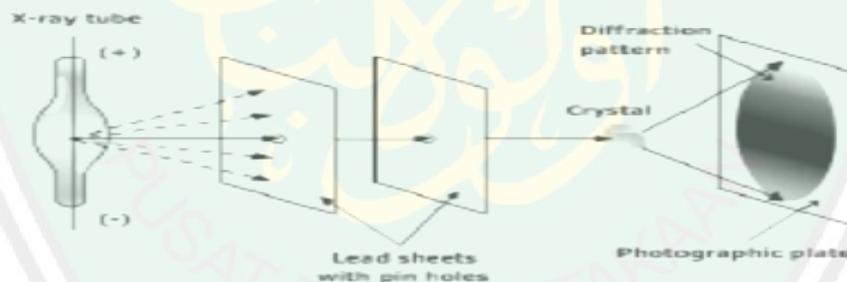
d adalah jarak antara dua bidang kisi,

θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan

n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

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

Metode analisis dengan XRD pada umumnya menggunakan susunan alat yang terdiri atas tabung sinar-X, goniometer, tempat sampel, detector, Difraktometer (Indrawati, 2009) seperti pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Bagan difraktometer Sinar-X (Beiser, 1995)

Zeolit alam Malang terdiri atas berbagai jenis senyawa zeolit. Berdasarkan pola difraktogram Sinar-X pada hasil penelitian Rianto (2012) terjadi perubahan intensitas relatif kristal. Intensitas relatif merupakan parameter yang menunjukkan jumlah atau banyaknya bidang kristal yang terukur. Dan perubahan intensitas

yang terjadi dikarenakan adanya penambahan logam TiO_2 yang berpengaruh pada kristalinitas. Hal tersebut dapat dilihat dari Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Kristalinitas sampel zeolit alam dan TiO_2 -zeolit alam

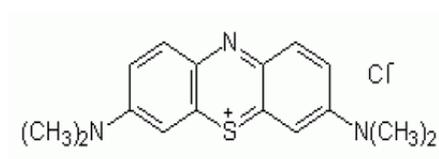
Kode sampel	Intensitas	
	$2\theta = 26,6$ Cps	$2\theta = 27,9$ Cps
Zeolit Alam	1872,50	521,94
0,1 Ti O_2 -zeolit alam	1613,94	531,59
0,2 TiO_2 -zeolit alam	1564,72	488,49
0,3 Ti O_2 -zeolit alam	1467,32	389,91

Sumber : Rianto (2012)

Dari Tabel 2.2. dapat diketahui bahwa terdapat perbedaan antara zeolit alam dengan zeolit yang termodifikasi, intensitas puncak semakin menurun dengan bertambahnya jumlah TiO_2 . Adanya penurunan intensitas puncak pada sampel TiO_2 -zeolit alam menunjukkan bahwa TiO_2 telah berada pada permukaan zeolit alam.

2.6 Metylen Blue.

Metylen blue adalah senyawa berwarna hijau kehitaman yang memiliki absorpsi maksimum pada panjang gelombang 667,86093 nm. Nama lain dari *metylen blue* adalah 3,7-bis (dimetilamino)-phenothiazine klorida (Stecher, dkk., 1986). *Metylen blue* merupakan zat warna kationik yang memiliki rumus molekul $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{S}\text{Cl}$, dengan massa molar 319,85 g/mol. Struktur *metylen blue* dapat dilihat pada Gambar 2.6 :



Gambar 2.6 Struktur *metylen blue* (Alawiyah, 2012).

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

Methylen blue memiliki efek berbahaya untuk kesehatan manusia karena jika terkena paparan metilen biru dengan konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan iritasi pada kulit jika tersentuh, detak jantung cepat, muntah, penyakit kuning, sianosis jika terhirup, jaringan nekrosis pada manusia serta bersifat karsinogenik (Hamdaoui and chiha, 2006 dalam Alawiyah, 2012). Berdasarkan bahaya yang ditimbulkan maka *methylen blue* yang diperbolehkan di lingkungan relatif rendah. Menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup yaitu

Kep-51/MENLH/10/1995 tentang baku mutu limbah cair, konsentrasi maksimum *methylen blue* yang diperbolehkan yaitu 5-10 mg/L. Hal tersebut mendorong dilakukannya pengembangan metode untuk menurunkan konsentrasi zat warna *methylen blue* sehingga aman untuk dibuang ke perairan.

Berbagai metode untuk penanganan limbah zat warna telah dilakukan, antara lain biodegradasi, koagulasi-flokulasi, adsorpsi, dan fotodegradasi. Proses biodegradasi dilakukan dengan bantuan bakteri. Beberapa jenis bakteri yang telah digunakan untuk merombak zat warna adalah konsorsium bakteri dengan bantuan glukosa sebagai sumber karbon, bakteri fakultatif *Sphingomonas* sp. BN 6 dengan bantuan enzim flavin reduktase, *Bacillus cereus*, *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* (Sastrawidana, 2009). Hasil penelitian pada umumnya menyatakan bahwa metode biodegradasi memberikan efisiensi penurunan zat warna yang relatif tinggi yaitu mencapai 96,94 %. Manurung dkk., (2004) telah melakukan perombakan zat warna azo reaktif, secara aerob maupun anaerob. Dalam metode tersebut, proses aerob dapat memutuskan ikatan kromofor azo yang ditandai dengan hilangnya zat warna secara visual, untuk konsentrasi rendah yaitu sekitar 1,1-2,2 mg/L. Pada umumnya proses biodegradasi cukup efektif namun proses ini cukup rumit, membutuhkan jumlah bakteri yang banyak dan hasil peruraiannya kemungkinan masih bersifat toksik sehingga memerlukan pengolahan lebih lanjut. Selain itu beberapa limbah zat warna resisten untuk didegradasi secara biologis (Nandiyanto, 2008). Hendrasari (2001) juga telah melakukan proses koagulasi dan flokulasi untuk menurunkan konsentrasi zat warna pada limbah industri tekstil dengan menggunakan koagulan PAC

(polialuminium klorida). Dalam metode ini digunakan banyak bahan kimia sehingga memerlukan biaya yang mahal. Selain itu proses ini akan menghasilkan lumpur (sludge) dalam jumlah yang relatif besar. Sehingga lumpur yang dihasilkan pada akhirnya akan menimbulkan masalah baru dan harus dilakukan pengolahan lebih lanjut antara lain penghilangan zat warna *methylen blue* menggunakan SiO₂-Montmorillonit (Hanapi, 2006). Metode adsorpsi merupakan salah satu metode penghilangan limbah secara kimia fisika. Adsorpsi *methylen blue* tersebut dilaporkan berlangsung efektif dengan persentase penurunan sebesar 99,96 % pada waktu 24 jam. Luhurningtyas (2006) telah melakukan adsorpsi *methylen blue* dengan menggunakan Al₂O₃⁻ montmorillonit. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa Al₂O₃⁻ montmorillonit mempunyai kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan dengan montmorillonit. Metode adsorpsi ini relatif sederhana namun dapat memberikan hasil samping berupa limbah padat dari adsorben yang telah jenuh oleh polutan sehingga harus dilakukan regenerasi.

Salah satu alternatif untuk mengatasi hal tersebut adalah dengan metode fotodegradasi menggunakan semikonduktor berupa titanium dioksida. Metode tersebut efisien dalam mendegradasi senyawa organik dalam fase cair dan gas untuk menjadi senyawa sederhana, misalkan limbah tekstil yang mengandung karbon, hydrogen, nitrogen, sulfur dan halogen akan terdegradasi menjadi CO₂, H₂O, anion NO₃⁻, SO₄⁻ dan halida.

2.7 Fotodegradasi Limbah Zat Pewarna Tekstil

Limbah cair yang berasal dari industri tekstil merupakan salah satu bentuk limbah yang sangat berbahaya karena zat warna tekstil umumnya dibuat dari

senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus benzena. Diketahui bahwa gugus benzena sangat sulit didegradasi, walaupun dimungkinkan dibutuhkan waktu yang lama. Senyawa azo bila terlalu lama berada di lingkungan, akan menjadi sumber penyakit karena sifatnya karsinogen dan mutagenik (Christina, 2007). Menjadi perhatian bersama bagi kita untuk kembali mengingat firman Allah surat ar ruum ayat 41:

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

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

Ath Thobari (2010) menjelaskan bahwa Allah SWT mengingatkan manusia bahwa, Sudah nampak kemaksiatan di daratan bumi dan lautnya dan itu semua akibat dari perbuatan manusia padahal Allah sudah melarangnya. Ayat di atas juga mengingatkan kepada seluruh umat manusia, bahwa segala bentuk kerusakan yang ada di bumi ini merupakan akibat kesalahan manusia itu sendiri, dan diharapkan dengan adanya kerusakan atau musibah, manusia bisa sadar akan perbuatan yang mereka lakukan sehingga mereka bisa kembali kepada tuntunan agama.

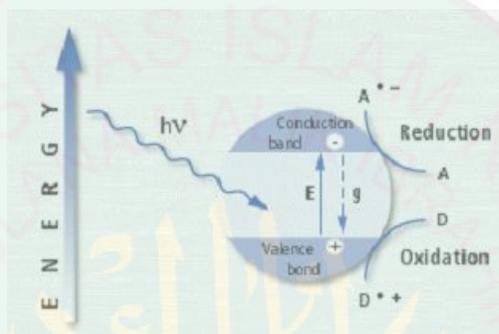
Hikmah yang terkandung dalam ayat di atas menganjurkan kita untuk mencari bentuk penanggulangan atas kerusakan-kerusakan, yang dalam hal ini ialah pencemaran limbah tekstil berupa zat pewarna. Salah satu alternatif untuk mengatasi hal tersebut adalah dengan metode fotodegradasi menggunakan semikonduktor berupa titanium dioksida. Metode tersebut efisien dalam

mendegradasi senyawa organik dalam fase cair dan gas untuk menjadi senyawa sederhana, misalkan limbah tekstil yang mengandung karbon, hydrogen, nitrogen, sulfur dan halogen akan terdegradasi menjadi CO_2 , H_2O , anion NO_3^- , SO_4^- dan halida.

Gunlazuardi (2001) mengatakan bahwa fotodegradasi adalah suatu proses kombinasi reaksi fotokimia yang memerlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat terjadinya transformasi kimia, dengan pencahayaan sinar UV ($\lambda < 405 \text{ nm}$). Transformasi tersebut terjadi pada permukaan katalis yang katalisnya disebut sebagai fotodegradasi. Fotodegradasi merupakan salah satu metode AOPs (Advanced Oxidation Processes). Karakteristik AOPs adalah pembentukan radikal bebas yang sangat aktif, terutama radikal hidroksil (OH^\cdot) (Litter, 1999; Malato, 2003). Bahan yang dapat dijadikan fotodegradasi merupakan semikonduktor yang mampu mengadsorp foton.

Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang (*band gap energy*). Berdasarkan pengertian tersebut, semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki *band gap* yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi. Proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat dipahami seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.7. Jika suatu semikonduktor tipe-n dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai atau yang lebih besar, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*, disingkat sebagai h^+) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan atau di

dalam partikel *bulk*. Sementara itu sebagian pasangan e^- dan h^+ yang lain dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor. Dimana h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor (Gunlazuardi, 2001). Skema fotoeksitasi dapat diamati pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor (Licciulli, 2002)

Salah satu fotokatalis yang sering digunakan adalah TiO_2 , karena memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis lain seperti ZnO , CdS , WO_3 dan SnO_2 dan memiliki kestabilan kimia yang besar, toksisitas rendah serta relatif murah (Rahman, 2008). Katalis semikonduktor untuk proses fotodegradasi terdiri dari jenis oksida dan sulfida. Katalis semikonduktor termasuk jenis oksida contohnya TiO_2 , Fe_2O_3 , ZnO , SnO_2 , dan WO_3 , sedangkan yang termasuk jenis sulfida contohnya CdS , CuS , dan ZnS (Hermann, 1999; Toyoda, 2000). Berikut ini adalah kelebihan TiO_2 dibandingkan bahan semikonduktor yang lainnya (Othmer,1995):

- a. Secara umum memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dari pada fotokatalis lain seperti ZnO , CdS , WNO_3 dan SnO_2 .

- b. Bersifat inert dalam reaksi.
- c. Mempunyai sifat stabil dalam cahaya (fotostabil).
- d. Mampu menyerap cahaya ultraviolet dengan baik.
- e. Memiliki kemampuan oksida yang tinggi, termasuk zat organik yang sulit terurai sekalipun seperti haloaromatik, polimer, herbisida dan pestisida.
- f. Relatif murah jika digunakan dalam jumlah besar.

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

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

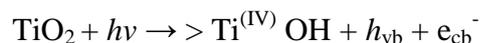
Menurut Hoffman, dkk., 1995 dalam Mukaromah (2004) bahwa sebagai fotodegradasi, spesies aktif dari TiO_2 dalam larutan berair adalah $>\text{TiOH}$. Keberadaan $>\text{TiOH}$ dapat dilihat dari persamaan reaksi berikut :



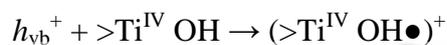
Dari persamaan reaksi diatas menunjukkan bahwa $>\text{TiOH}$ stabil pada pH 4,5 sampai pH 8.

Fotodegradasi yang berupa oksida logam seperti TiO_2 mampu menyerap radiasi antara fotodegradasi dengan air. OH^\bullet ini merupakan oksidator yang kuat sehingga dapat merugikan fenol dan turunannya secara cepat. Fotodegradasi terjadi saat berlangsung transfer muatan radikal OH^\bullet ke dalam zat organik (Hofman, dkk., 1997), yang dapat dituliskan sebagai berikut :

- a. Pembentukan pembawa muatan oleh foton (cahaya)



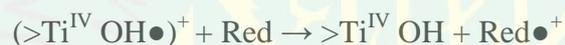
- b. Trapping pembawa muatan



- c. Rekombinasi pembawa muatan.



- d. Transfer muatan antar muka



Keterangan :

> TiOH = bentuk terhidrat dari TiO_2

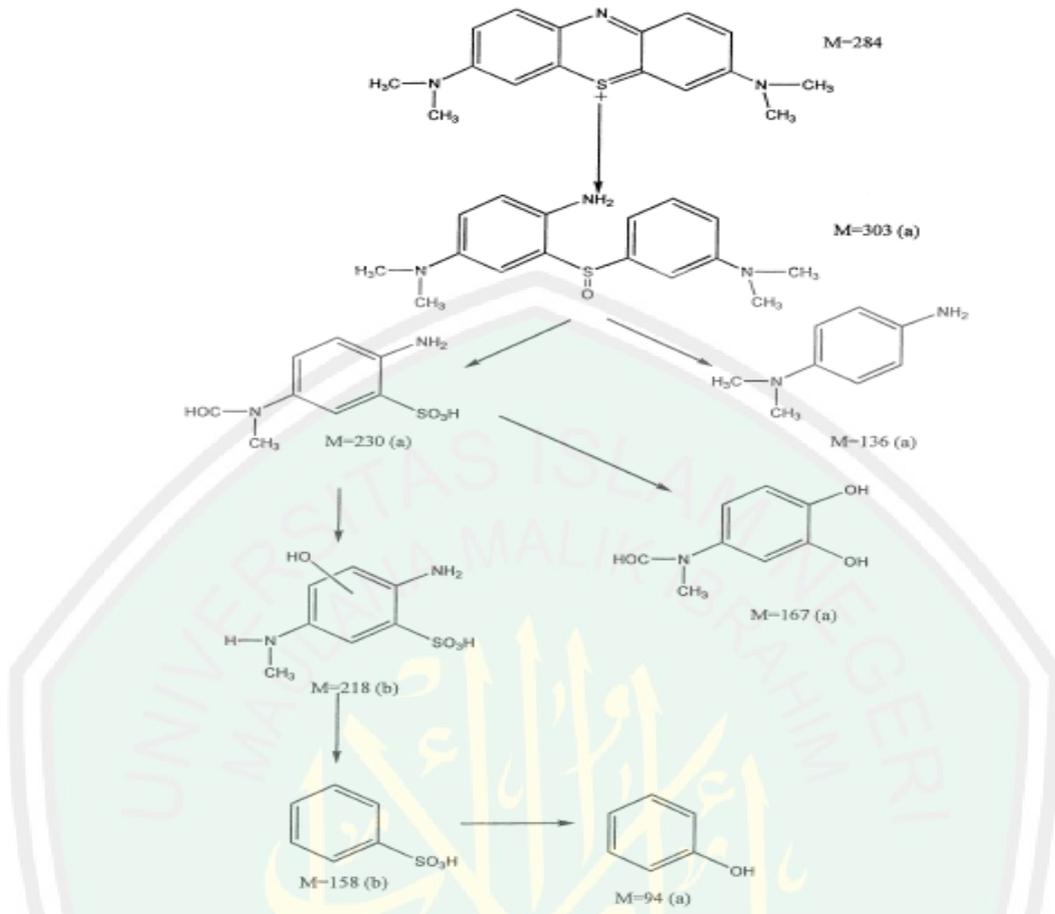
Red (reduktant) = pendonor electron

Oks (oksidant) = akseptor electron

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

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

Houas (2000), melakukan penelitian dalam mendegradasi methylen blue dengan fotokatalis TiO_2 dengan hasil akhir fotodegradasi berupa senyawa atau kation dan anion yang ramah lingkungan. Berikut skema fotodegradasi pada *methylen blue* dapat dilihat pada Gambar 2.8.



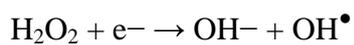
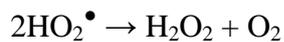
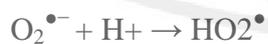
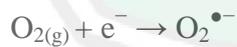
Gambar 2.8 Fotodegradasi Senyawa *Methylen Blue* dengan TiO_2 (Houas,2000)

Berikut mekanisme reaksi fotodegradasi terhadap *methylen blue* (Houas,2000):

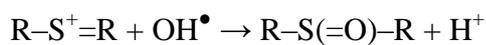
1. Oksidasi air oleh hole



2. Pembentukan hydroperoxide radikal



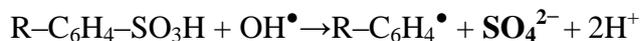
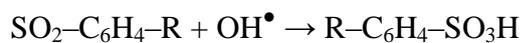
3. Pemecahan ikatan $\text{C}-\text{S}^+=\text{C}$ oleh OH^\bullet menjadi



OH^\bullet menyerang *Methylen blue*



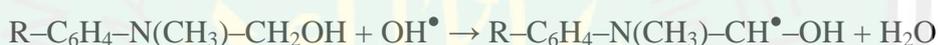
Terbentuknya SO_4^{2-} dari $\text{SO}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-R}$



Terbentuknya NH_4^+ dari $\text{NH}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-R}$



Dekarboksilasi oleh reaksi photo Kolbe menjadi CO_2

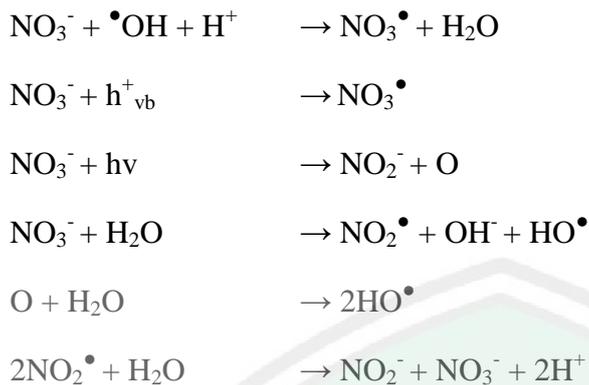


Proses fotodegradasi banyak diaplikasikan untuk penghilangan atau pendegradasian polutan cair menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan, misalnya untuk pengolahan fenol. Suatu teknologi yang didasarkan pada iradiasi fotodegradasi semikonduktor seperti titanium dioksida (TiO_2), seng oksida (ZnO) atau cadmium sulfide (CdS) yang tergolong sebagai fotodegradasi heterogen (Hermann, 1999; Toyoda, 2000)

2.8 Penambahan Anion Anorganik Dalam Proses Fotodegradasi

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

Wardhani (2013) juga menggunakan penambahan anion berupa ion persulfat pada TiO₂-zeolit dalam mendegradasi zat warna *methyl orange*. Pada penelitian tersebut dilakukan penambahan ion nitrat secara bervariasi. Penambahan nitrat dengan konsentrasi rendah menyebabkan penurunan konstanta laju degradasi *methyl orange*. Hal ini dikarenakan NO₃⁻ banyak teradsorpsi pada permukaan TiO₂-zeolit dan bereaksi dengan h_ν⁺ menghasilkan NO₃[•] sehingga menghalangi pembentukan [•]OH pada permukaan fotokatalis (reaksi 3). NO₃ dalam larutan juga bereaksi dengan [•]OH membentuk NO₃[•] (reaksi 5) namun kereaktifannya rendah dibandingkan [•]OH. NO₃⁻ dapat menghambat degradasi zat warna. Sedangkan konsentrasi NO₃⁻ sebanyak 1,5 M dan 2 M meningkatkan laju degradasi *methyl orange*. NO₃⁻ dengan jumlah berlebih menyebabkan sebagian nitrat tidak teradsorpsi membentuk NO₂[•] dan [•]OH sehingga dapat mempercepat degradasi zat warna. NO₃⁻ dengan konsentrasi tinggi dapat meningkatkan degradasi zat warna. berikut reaksinya :

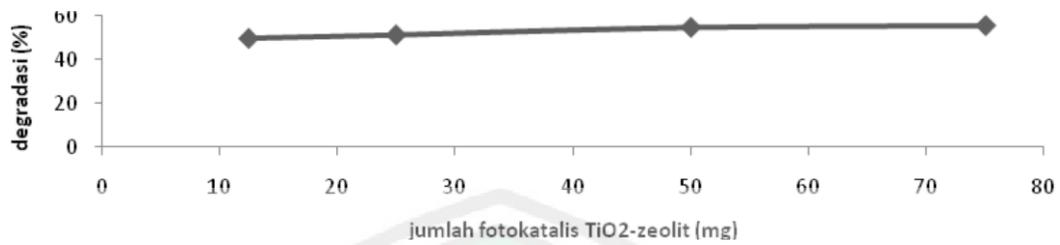


Pengaruh variasi konsentrasi NO_3^- yaitu 0; 0,5; 1; 1,5; dan M terhadap konstanta laju degradasi serta lama penyinaran terhadap degradasi methyl orange yaitu 0; 20; 40; 60; 80 dan 100 menit. Dan diperoleh kurva hubungan antara lama penyinaran terhadap degradasi methyl orange pada berbagai konsentrasi NO_3^- .



Gambar 2.9 Kurva hubungan variasi konsentrasi penambahan nitrat dengan lama waktu penyinaran dalam fotodegradasi *metyl orange* (Wardhani, 2013)

Gambar 2.9 menunjukkan lamanya penyinaran pada berbagai konsentrasi NO_3^- dapat meningkatkan degradasi methyl orange. Semakin lama waktu penyinaran meningkatkan waktu kontak antara sinar UV dengan NO_3^- dan TiO_2 sehingga akan dihasilkan $\bullet\text{OH}$ dan $\text{NO}_2\bullet$ yang lebih banyak sebagai sumber radikal (Wardhani, 2013).



Gambar 2.10 Kurva hubungan jumlah fotokatalis dengan degradasi zat warna (Wardhani, 2013)

Gambar 2.10 menunjukkan bahwa degradasi meningkat seiring dengan penambahan jumlah fotokatalis, namun peningkatan tidak signifikan. Karena terjadinya persaingan antara TiO₂-zeolit dengan NO₃⁻. NO₃⁻ yang teradsorpsi bereaksi dengan h⁺ vb. NO₃⁻ tidak teradsorpsi akan membentuk •OH yang membantu proses degradasi. Sedangkan penambahan 75 mg, menyebabkan NO₃⁻ cenderung mengalami adsorpsi dan bereaksi dengan •OH pada permukaan (Wardhani, 2013).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: seperangkat alat gelas, neraca analitik, pengaduk magnet, desikator, cawan porselin, oven, spatula, pemanas listrik, tanur, pH meter, spektrofotometer UV-Vis, lampu UV (sankyo, 10 watt, 352 nm), hidrotermal tipe teflon, reaktor fotokatalis (40 cm x 40 cm x 40 cm) dan X-Ray Diffractometer (XRD)-6000 3 kW Shimadzu.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: zeolit alam Malang, titanium dioksida (TiO₂) anatase, *methylen blue*, NaNO₃ (p.a), etanol, pH indikator universal, kertas saring *whatman* 42, dan alumunium foil.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi
2. Aktivasi zeolit alam
3. Modifikasi TiO₂-zeolit alam dengan metode hidrotermal tertutup
4. Karakterisasi TiO₂-zeolit alam menggunakan XRD (X-Ray Diffraction)

5. Proses fotodegradasi
6. Analisa data.

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel (Trisunaryanti, dkk., 2005)

Zeolit alam Malang halus sebanyak 250 gram direndam dalam 500 mL air bebas ion (Akuades) sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama sehari semalam (24 jam) pada suhu kamar ($\pm 25^{\circ}\text{C}$), disaring dengan ukuran 200 mesh dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam.

3.4.2 Aktivasi Zeolit (Suharto, dkk., 2007)

Padatan zeolit kering ini dicampur dengan larutan NH_4NO_3 2 M dengan perbandingan berat zeolit : volume larutan NH_4NO_3 adalah 1 : 2. Campuran diaduk secara kontinyu selama 2 jam sampai dengan 4 jam tanpa pemanasan. Campuran disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral ($\text{pH} \pm 7$). Padatan yang diperoleh dipanaskan pada suhu 110°C dalam oven selama 12 jam.

3.4.3 Modifikasi Zeolit Alam Malang Dengan Dipersi TiO_2 (Rianto, 2012)

Serbuk H-Zeolit yang sudah dikalsinasi diambil sebanyak 10 g H-zeolit dicampur dengan TiO_2 sebanyak 0,32 gram. Campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dipanaskan pada suhu 90°C dalam oven selama 12 jam, setelah dingin dilakukan penyaringan. Selanjutnya semua sampel zeolit terdispersi diaktivasi dengan cara kalsinasi pada suhu 500°C selama 4 jam.

3.4.4 Karakterisasi

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

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap sampel zeolit alam dan zeolit alam hasil dispersi TiO₂-zeolit Alam. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X pada sudut 2θ sebesar 5–60° dan kecepatan scan 0,02 °/detik dan $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$.

3.4.5 Proses Fotodegradasi

3.4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methylen Blue* (MB)

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

3.4.5.2 Penentuan Waktu Operasional

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

3.4.5.3 Penentuan Kurva Baku

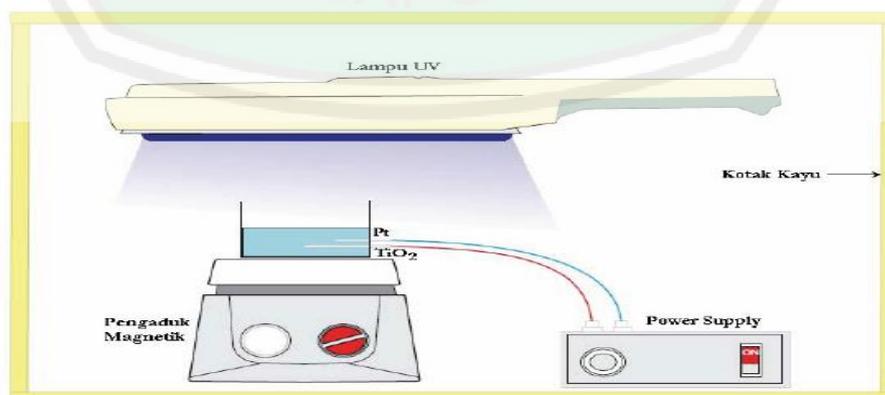
Dibuat seri larutan baku *metylen blue* dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm, kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi.

3.4.5.4 Pengaruh Variasi Jumlah Penambahan TiO₂-Zeolit Terhadap Persen Degradasi (Wardhani, dkk.,2013)

12,5 mg TiO₂-zeolit dimasukkan kedalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan larutan *methylen blue* 15 ppm dan larutan NO₃⁻ 2 M sebanyak 5 mL. Selanjutnya larutan disinari lampu UV (sankyo, 10 watt, 352 nm) selama 100 menit. Untuk variasi penambahan TiO₂-zeolit dengan berat 25; 50 dan 75 mg dilakukan dengan prosedur yang sama dengan penambahan TiO₂-zeolit 12,5 mg.

3.4.5.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi NO₃⁻ Dan Lama Penyinaran Terhadap Degradasi *Methylen Blue*.

Dari prosedur pada point 3.4.6.4 diperoleh data penambahan TiO₂-zeolit dengan konsentrasi terbaik. Selanjutnya pada jumlah TiO₂-zeolit terbaik dilakukan variasi penambahan ion nitrat (NO₃⁻) dengan konsentrasi 0,5; 1; 1,5 dan 2 M. Dari konsentrasi ion nitrat tersebut diambil 5 mL, kemudian ditambahkan 25 mL larutan *methylen blue* 15 ppm dengan pH konstan 11. Selanjutnya larutan disinari dengan lampu UV (sankyo, 10 watt, 352 nm) dengan variasi lama penyinaran 20; 40; 60; 80 dan 100 menit.



Gambar 3.1 Reaktor fotodegradasi (Sutrisno, 2006)

3.5 Teknik Analisis Data

1. Kurva standar ditentukan dengan persamaan regresi $y = ax + b$.
2. Presentase degradasi (% D) *methylen blue* menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Presentase Degradasi (\%D)} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100 \% \dots\dots\dots \text{pers 3.4}$$



BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Zeolit Alam Malang

Tujuan preparasi sampel zeolit alam Malang adalah menghilangkan kandungan pengotor fisik berupa pasir dan debu, hal tersebut dilakukan dengan perendaman zeolit alam sebanyak 250 gram dalam 500 mL aquades selama 24 jam. Adanya kandungan air dari proses perendaman, dihilangkan dengan pemanasan pada suhu 100 °C selama 24 jam sehingga kandungan air yang terdapat pada zeolit teruapkan.

Proses preparasi lebih spesifik lagi bertujuan memperoleh ukuran partikel yang luas permukaannya lebih besar dan merata. Hal ini dilakukan pengayakan dengan ukuran partikel zeolit alam sebesar 250 mesh. Hasil penelitian Banon (2008), menjelaskan bahwa ukuran partikel yang maksimum dalam proses adsorpsi adalah sebesar 250 mesh. Serbuk zeolit yang halus memiliki luas permukaan yang lebih besar daripada yang kasar, akan tetapi pada ukuran 180 mesh zeolit lebih banyak tercampur dengan tanah atau lempung yang ikut tertumbuk dibandingkan dengan zeolit yang berukuran 250 mesh.

4.2 Aktivasi Sampel Zeolit Alam Malang

Aktivasi merupakan proses untuk meningkatkan mutu zeolit alam dengan cara mengurangi pengotor-pengotor yang menutupi permukaan eksternal dan pori-pori zeolit. Hal tersebut dapat memperbesar kemampuan zeolit baik dari segi daya katalisis, adsorben maupun pertukaran ion (Fatimah, 2000). Selain itu, aktivasi zeolit alam juga akan meningkatkan daya kerja zeolit melalui mekanisme

pertukaran jenis kation tertentu, molekul air pada rongga, dan memperbesar volume pori zeolit.

Dalam proses aktivasi ini digunakan metode aktivasi secara kimia, yaitu adanya penambahan NH_4NO_3 2 M ke dalam zeolit alam hasil preparasi. Berdasarkan penelitian Banon dan Suharto (2008), aktivasi dengan NH_4NO_3 menyebabkan terjadinya penurunan kadar logam Na dan K. Selain itu, Rosdiana (2006) menambahkan bahwa NH_4NO_3 mampu sebagai penukar kation, sehingga ion pengganggu yang terdapat didalam zeolit digantikan oleh NH_4^+ yang terdapat pada permukaan zeolit.

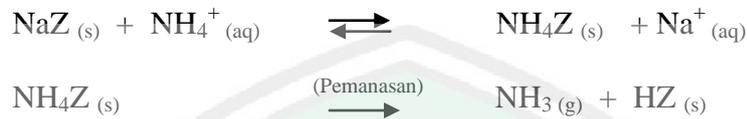
Zeolit alam yang telah ditambahkan NH_4NO_3 disaring dan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan NO_3^- yang terlepas dari NH_4NO_3 sampai pH filtrat netral. Selanjutnya endapan dipanaskan pada suhu 110°C dalam oven selama 12 jam untuk melepaskan gas amoniak (NH_3) sehingga yang tertinggal pada permukaan zeolit adalah ion-ion hidrogen (H^+). Hal tersebut terjadi karena ikatan yang terjadi antara gugus amonium dan sisi aktif permukaan zeolit rentan terhadap pemanasan. Menurut Sudjianto (2012), pertukaran ion dapat terjadi dengan adanya perbedaan kekuatan muatan antar kation yang satu dengan yang lain sehingga dapat mendesak kation yang lainnya untuk keluar. Kekuatan muatan kation diurutkan sebagai berikut ini:



Sehingga kapasitas pertukaran kation pada zeolit meningkat sesuai dengan urutan perbedaan kekuatan muatan kation diatas.

Mekanisme pembentukan asam Brønsted melalui pertukaran dengan amonium adalah sebagai berikut :

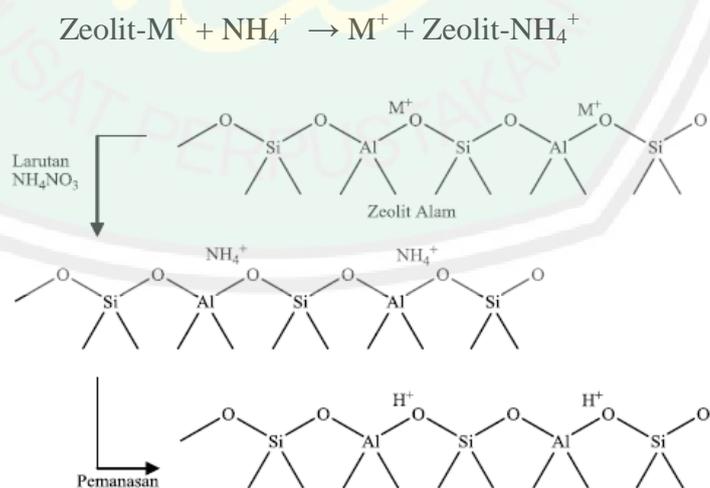
➤ Pertukaran dengan ion amonium :



Proses pemanasan dapat menghilangkan NH_3 yang masih terdapat dalam zeolit, sehingga akan menyebabkan pori dari zeolit terbuka. Terbukanya pori zeolit akan mengakibatkan adsorpsi dari amonia meningkat.

Pertukaran ini berlangsung secara bertahap dan sebanding dengan banyaknya kation yang tersedia, sehingga semakin besar konsentrasi larutan amonium nitrat yang digunakan dalam aktivasi, maka semakin banyak pula kation-kation logam alkali pada zeolit yang diganti oleh ion amonium.

Adapun mekanisme pertukaran ion amonium dengan zeolit sebagai berikut:



Gambar 4.1 Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit (Banon dan Suharto, 2008)

4.3 Modifikasi Zeolit Alam dengan Dispersi TiO₂

Modifikasi digunakan untuk meningkatkan karakter zeolit terutama aktivitas katalitiknya. Salah satu usaha peningkatan aktivitas katalitik dilakukan dengan cara diaktivasi maupun dengan menambahkan logam atau oksida logam tertentu.

Dispersi dilakukan dengan cara, mencampur zeolit teraktivasi dan TiO₂ dengan perbandingan (97:3) %, yakni zeolit sebanyak 10 gram dan TiO₂ sebanyak 0,32 gram kemudian dilakukan pengadukan selama 2 jam untuk memaksimalkan proses distribusi logam dalam permukaan pori zeolit. Selanjutnya campuran dimasukkan ke dalam botol hidrotermal dan dilakukan pemanasan dengan suhu 90 °C selama 12 jam. Menurut Fernandez (2010), penggunaan metode hidrotermal dapat meningkatkan daya larut dari padatan dan kecepatan reaksi antar padatan, sehingga difusi TiO₂ pada pori zeolit menjadi lebih cepat.

Adanya proses hidrotermal menyebabkan terjadinya pembentukan inti kerangka zeolit, sehingga pada saat proses kalsinasi akan tumbuh menjadi kristal zeolit (Barer, 1982). Perlakuan hidrotermal juga berfungsi membantu menyeragamkan ukuran kristal atau menaikkan homogenitas katalis, sehingga meminimalkan terjadinya sintering. Sintering merupakan proses pepadatan serbuk (gumpal) pada suhu tinggi tetapi masih di bawah titik leburnya (Ristic, 1989 dalam Sijabat, 2007). Sintering dapat menutup situs aktif pada permukaan pori zeolit.

Hasil yang diperoleh dari proses hidrotermal didiamkan selama 24 jam untuk meningkatkan derajat kristalinitas katalis, kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 120 °C selama 2 jam. Selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam. Berdasarkan Yuliusman, dkk. (2010) proses kalsinasi bertujuan menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit, selain itu juga untuk menghilangkan zat organik yang masih terdapat dalam zeolit. Selain itu, kalsinasi juga dapat berfungsi sebagai *chemical transformation* yaitu seperti merubah bentuk awal amorf zeolit menjadi lebih kristalin, dan sebagai *chemical decomposition* yaitu dapat membuang senyawa-senyawa tidak stabil pada suhu tinggi (*carbonates, hydroxides, or organic compounds*) yang tidak diperlukan dalam zeolit, serta *chemical bonding support* yaitu menata kembali ikatan-ikatan dalam kerangka zeolit untuk pemantapan kerangka padatan (Deutschmann, dkk., 2009)

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

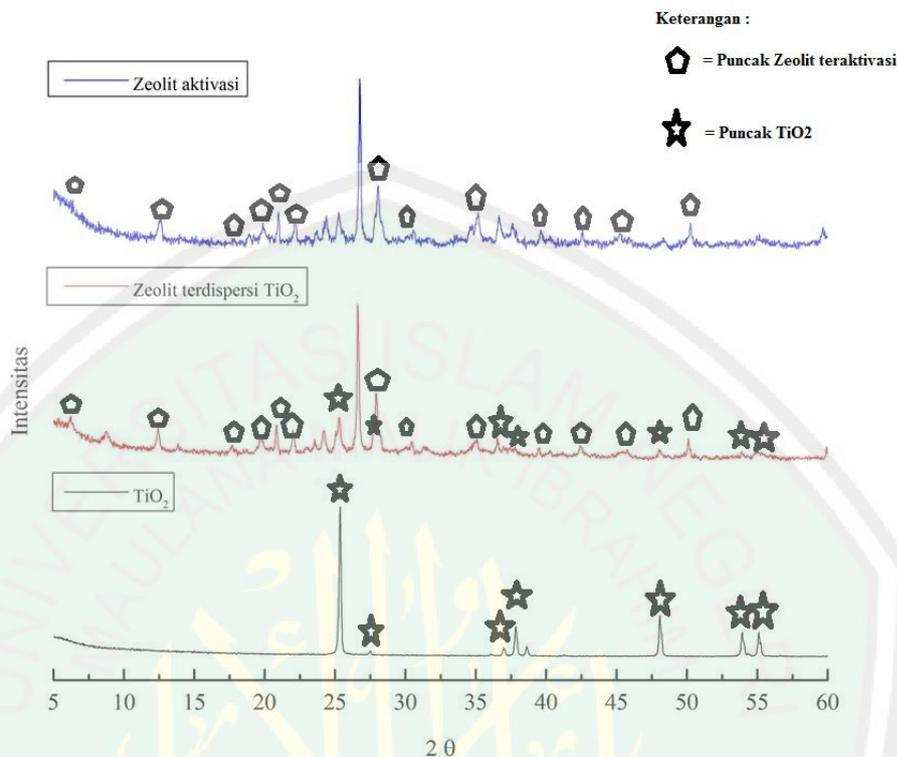
Karakterisasi XRD dilakukan pada zeolit teraktivasi, TiO₂/zeolit dengan perbandingan (97:3) % dan TiO₂. Hasil XRD dianalisis secara kualitatif untuk mengidentifikasi fase kristal, kristalinitas katalis, dan kemungkinan pembentukan fase baru zeolit sebelum dan setelah dimodifikasi.

Dari hasil penelitian pada komposit TiO₂/zeolit, puncak karakteristik dari zeolit masih dapat dipertahankan (Tabel 4.1) dan seperti pada pada Gambar 4.2. yang ditunjukkan dengan tanda segi lima (◓). Sedangkan puncak karakteristik dari TiO₂ anatas masih dapat dipertahankan (Tabel 4.1) seperti pada Gambar 4.2. yang ditunjukkan dengan tanda bintang (☆).

Tabel 4.1 Puncak difraktogram komposit TiO₂/zeolit

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

Pada pendispersian TiO₂ anatas ke dalam zeolit, tidak merubah struktur kristal zeolit maupun TiO₂ anatas itu sendiri. Hal ini mengindikasikan bahwa molekul TiO₂ dalam fasa anatas tidak terdispersi masuk jauh ke dalam pori-pori zeolit dan tetap bertahan pada struktur kristalitnya. Difaktogram pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa masih terdapat puncak khas dari TiO₂ anatas dan zeolit teraktivasi, sehingga dapat diketahui bahwa antara zeolit dan TiO₂ membentuk sistem komposit.



Gambar 4.2 Difraktogram komposit TiO₂/zeolit

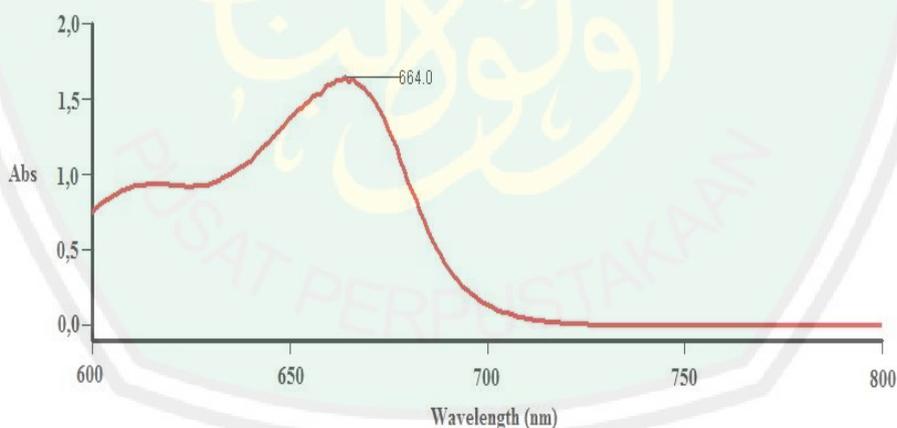
Zeolit terdispersi TiO₂ menunjukkan tidak adanya perubahan puncak yang berarti, akan tetapi ini terdapat sedikit pergeseran. Hal ini dikarenakan ada beberapa hal yang dapat mempengaruhi pergeseran puncak. Wijaya (2007) pergeseran puncak terjadi dapat dikarenakan saat pemanasan dengan tanur yang tidak menggunakan gas inert sebagai pensteril dari kandungan unsur-unsur lain, maka dimungkinkan dapat menyebabkan terjadinya ikatan kimia antara bahan dengan unsur-unsur lain yang ada dalam tanur.

4.5 Proses Fotodegradasi

4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methylen Blue*

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

Perlakuan diawali dengan penentuan panjang gelombang maksimum terhadap larutan *methylen blue* konsentrasi 5 ppm. Pengukuran absorbansi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil hubungan antara serapan dan panjang gelombang diperoleh kurva yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 sebagai berikut :



Gambar 4.3 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang *methylen blue*

Pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa *methylen blue* mempunyai panjang gelombang penyerapan maksimal pada $\lambda = 664.0$ nm. Penyerapan maksimum pada panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa *methylen blue* terletak

pada daerah sinar tampak dengan warna komplementer atau warna tampak oleh mata yaitu warna biru, sedangkan warna serapan yang dihasilkan adalah warna merah (Underwood, 2002).

4.5.2 Penentuan Waktu Operasional

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

Tabel 4.2 Hubungan waktu pengukuran dengan absorbansi

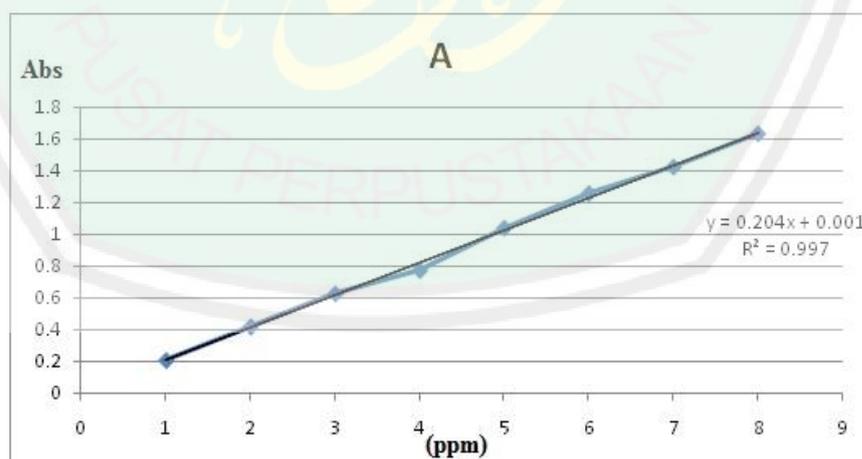
Waktu (menit)	Absorbansi
10	0,9853
20	0,9461
30	0,9135
40	0,8922
50	0,8871
60	0,8879
70	0,8891
80	0,8919
90	0,8793

Dari data yang diperoleh pada Tabel 4.2 diketahui bahwa absorbansi *methylen blue* terjadi pada awal reaksi, absorbansi senyawa *methylen blue* menit ke-20 mengalami penurunan jika dibandingkan dengan menit ke-10. Setelah itu pada menit ke-30 mengalami penurunan yang signifikan sampai menit ke-40.

Pada menit ke 50 sampai 70 diperoleh absorbansi *methylen blue* yang stabil. Selanjutnya pada menit ke-80 dan ke-90 sudah tidak stabil. Semakin lama waktu pengukuran, maka ada kemungkinan senyawa yang berwarna tersebut menjadi rusak atau terurai sehingga intensitas warnanya menurun akibatnya absorbansi juga rendah. Karena alasan inilah, maka perlu dilakukan pengukuran waktu operasional.

4.5.3 Pembuatan Kurva Baku

Penentuan kurva baku dilakukan dengan menggunakan berbagai konsentrasi larutan *methylen blue* 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm. Pembuatan kurva baku bertujuan untuk menentukan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi *methylen blue*. Berdasarkan hukum Lambert-beer, intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan konsentrasi larutan. Dari perlakuan tersebut didapatkan kurva baku seperti pada Gambar 4.4:



Gambar 4.4 Hubungan konsentrasi *methylen blue* 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm dengan absorbansinya

Berdasarkan Gambar 4.4 ditunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi yang digunakan berbanding lurus dengan absorbansinya. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer. Hasil dari kurva baku tersebut didapatkan persamaan $y = 0,204x + 0,001$, dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi *methylen blue*. Persamaan kurva baku ini dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan *methylen blue* hasil sisa fotodegradasi.

4.5.4 Pengaruh Variasi Jumlah Penambahan Komposit Terhadap Persen Degradasi (Wardhani, dkk.,2013)

Sebelum dilakukan penentuan pengaruh penambahan jumlah komposit, telah dilakukan perlakuan perbandingan pada *methylen blue* 16 ppm terlebih dahulu, hal tersebut sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Perlakuan sampel perbandingan yang disinari lampu UV selama 100 menit.

Perlakuan sampel	Konsentrasi <i>Methylen blue</i> (ppm)		Persen Degradasi
	Awal	Akhir	
<i>Methylen blue</i> (blangko)	10,1684	3,1343	69,17 %

Dari data Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa *methylen blue* yang disinari lampu UV tanpa ada penambahan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dan NO_3^- , diperoleh persen degradasi sebesar 69,17 %. Hal tersebut menunjukkan bahwa *methylen blue* yang hanya disinari lampu UV telah terjadi proses degradasi. Sehingga pada variasi penambahan komposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dan variasi konsentrasi penambahan NO_3^- akan dikurangi dengan persen degradasi blangko (*methylen blue* yang hanya disinari lampu UV selama 100 menit) sebesar 69,17 % untuk memperoleh efektifitas degradasi.

Pada variasi penambahan komposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ yaitu 12,5; 25; 50; dan 75 mg. Setiap variasi komposit tersebut, diberikan penambahan larutan NO_3^- 2 M

sebanyak 5 mL dan disinari lampu UV selama 100 menit. Pengaruh variasi penambahan komposit terhadap *methylen blue* 16 ppm ditunjukkan pada Tabel 4.4 sebagai berikut:

Tabel 4.4 Pengaruh variasi penambahan komposit terhadap persen degradasi *methylen blue* dengan penambahan NO_3^- 2 M dan penyinaran lampu UV selama 100 menit.

Variasi penambahan jumlah komposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ (3:97) %	Konsentrasi <i>methylen blue</i>		Persen degradasi	Efektifitas Degradasi
	Awal	Akhir		
0 mg + NO_3^- 2 M	10,1684 ppm	3,8990 ppm	61,65 %	-7,52 %
12,5 mg + NO_3^- 2 M	10,1684 ppm	3,8413 ppm	62,22 %	-6,95 %
25 mg + NO_3^- 2 M	10,1684 ppm	1,3365 ppm	86,85 %	17,68 %
50 mg + NO_3^- 2 M	10,1684 ppm	0,1938 ppm	98,09 %	28,92 %
75 mg + NO_3^- 2 M	10,1684 ppm	0,0897 ppm	99,11 %	29,94 %

Ket: Efektifitas degradasi = persen degradasi sampel – persen degradasi blangko *methylen blue*.

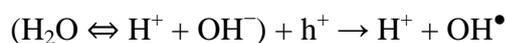
Berdasarkan Tabel 4.4 diperoleh absorbansi *methylen blue* sisa setelah diberi perlakuan berupa variasi penambahan komposit sebesar 12,5; 25; 50; dan 75 mg. Hasil fotodegradasi tanpa penambahan komposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ diperoleh efektifitas degradasi -7,52 %. Hal ini disebabkan oleh penambahan NO_3^- 2 M menghambat proses degradasi terhadap *methylen blue*.

Pada penambahan komposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ 12,5 mg diperoleh efektifitas degradasi -6,95 %. Hasil persen degradasi yang diperoleh masih lebih kecil dibandingkan dengan persen degradasi pada blangko yaitu *methylen blue* yang hanya disinari lampu UV selama 100 menit (lihat Tabel 4.3). Hal tersebut menunjukkan penambahan komposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ 12,5 mg masih terlalu sedikit, sehingga peran NO_3^- 2 M masih lebih dominan dalam menghambat terjadinya proses degradasi.

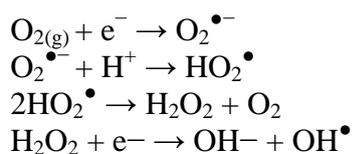
Semakin banyak penambahan komposit TiO₂/zeolit dapat meningkatkan efektifitas degradasi *methylen blue*. Hal ini dapat ditunjukkan dengan penambahan komposit terbanyak pada perlakuan ini, yaitu 75 mg. Pada penambahan komposit 75 mg diperoleh absorbansi sisa *methylen blue* efektifitas degradasi sebesar 29,94%. Adanya penambahan komposit TiO₂/zeolit meningkatkan persen degradasi terhadap *methylen blue*, hal ini dikarenakan komposit memiliki 2 fungsi (bifungsional) yaitu zeolit dapat berperan sebagai katalis dan TiO₂ berperan juga sebagai katalis. TiO₂ akan menjadi katalis apabila terkena paparan foton, sehingga disebut fotokatalis yang dapat menguraikan *methylen blue*. TiO₂ dapat bekerja sendiri menjadi fotokatalis, akan tetapi mudah mengalami sintering. Zeolit yang juga berperan sebagai adsorben dapat menjadi penyangga logam TiO₂, sehingga TiO₂ tidak mudah mengalami sintering.

Adanya komposit berupa TiO₂ yang disinari UV dengan $h\nu \geq E_G = 3,2 \text{ eV}$, menyebabkan elektron (e⁻) tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi, meninggalkan hole (h⁺) pita valensi yang berinteraksi dengan air membentuk [•]OH, sedangkan elektron akan mengadsorpsi O₂ dan H₂O menghasilkan O₂^{•-} dan [•]OH. [•]OH menguraikan senyawa organik, berikut mekanisme reaksi fotodegradasi terhadap *methylen blue* (Houas, 2000):

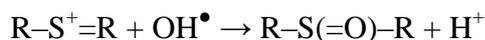
1. Oksidasi air oleh hole



2. Pembentukan *hydroperoxide* radikal



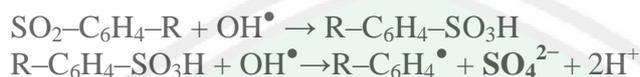
3. Pemecahan ikatan $C-S^+=C$ oleh OH^\bullet menjadi



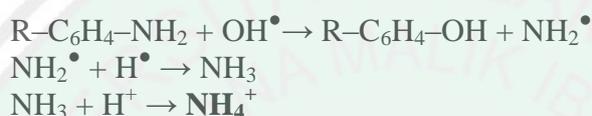
- OH^\bullet menyerang *methylen blue*



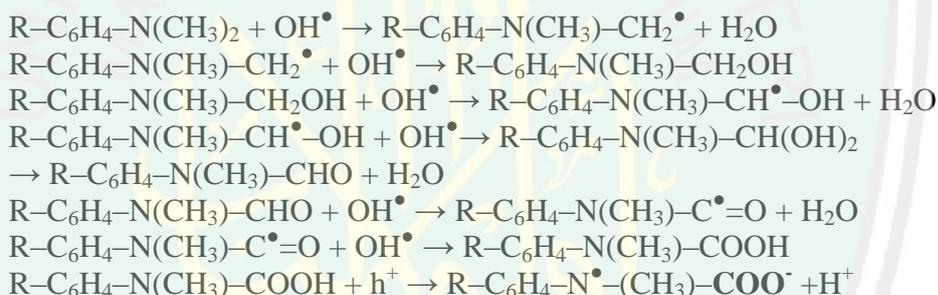
- Terbentuknya SO_4^{2-} dari $SO_2-C_6H_4-R$



- Terbentuknya NH_4^+ dari $NH_2-C_6H_4-R$



- Dekarboksilasi oleh reaksi photo Kolbe menjadi CO_2



Proses fotodegradasi didasarkan pada iradiasi fotodegradasi semikonduktor TiO_2 yang tergolong sebagai fotodegradasi heterogen. Fotodegradasi terjadi pada permukaan semikonduktor TiO_2 , dimana semikonduktor TiO_2 merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai komposit karena memiliki *band gap* yang terletak di antara batas pita konduksi dan pita valensi.

4.5.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi NO_3^- Serta Lama Penyinaran Terhadap Persen Degradasi Zat Warna *Methylen Blue*.

Penambahan anion anorganik berupa NO_3^- dalam proses fotodegradasi *methylen blue*, dapat menghambat dan meningkatkan persen degradasi. Maka

dilakukan variasi penambahan konsentrasi NO_3^- yaitu 0,5; 1,0; 1,5 dan 2,0 M dengan masing-masing konsentrasi diberi lama penyinaran yang bervariasi yaitu 25; 50; 75 dan 100 menit. Hasil persen degradasi dari pengaruh variasi konsentrasi NO_3^- serta lama penyinaran terhadap *methylen blue*, akan dikurangi dengan persen degradasi blangko (*methylen blue* yang hanya disinari lampu UV selama 100 menit) sebesar 69,17 % untuk memperoleh efektifitas degradasi. Hal tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.5 sebagai berikut.

Tabel 4.5 Pengaruh variasi konsentrasi NO_3^- dan lama penyinaran terhadap degradasi *methylen blue* dengan penambahan komposit TiO_2 /zeolit 75 mg.

Variasi Konsentrasi penambahan NO_3^-	Menit ke-	Konsentrasi <i>Methylen blue</i> (ppm)		Persen degradasi	Efektifitas Degradasi
		Awal	Akhir		
75 mg komposit + Tanpa NO_3^-	100	10,1684	2,8383	72,08 %	2,91 %
75 mg komposit + 0,5 M	25	10,1684	0,0941	99,07 %	29,90 %
	50	10,1684	0,098	99,03%	29,86 %
	75	10,1684	0,169	98,33 %	29,16 %
	100	10,1684	0,002	99,98 %	30,81 %
75 mg komposit + 1,0 M	25	10,1684	0,064	99,37 %	30,20 %
	50	10,1684	0,0511	99,49 %	30,32 %
	75	10,1684	0,1835	98,19 %	29,02 %
	100	10,1684	0,0829	99,18 %	30,01 %
75 mg komposit + 1,5 M	25	10,1684	0,1186	98,83 %	29,96 %
	50	10,1684	2,3141	77,24 %	8,07 %
	75	10,1684	1,3761	98,57 %	29,40 %
	100	10,1684	0,0829	99,18 %	30,01 %
75 mg komposit + 2,0 M	25	10,1684	0,3672	96,38 %	27,21 %
	50	10,1684	0,0560	99,44 %	30,27 %
	75	10,1684	0,1489	98,53 %	29,36 %
	100	10,1684	0,1181	98,83 %	29,66 %

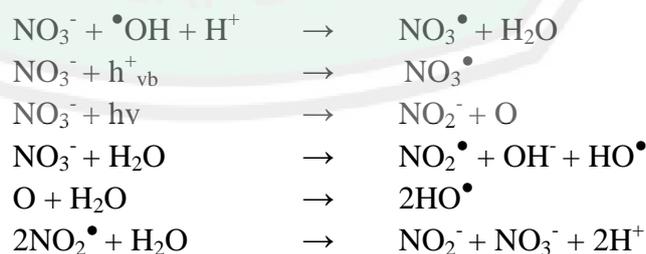
Ket: Efektifitas degradasi = persen degradasi sampel– persen degradasi blangko *methylen blue*.

Dari Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa dari masing-masing konsentrasi memiliki persen degradasi yang maksimum pada lama penyinaran yang berbeda.

Pada perlakuan tanpa pemberian NO_3^- diperoleh efektifitas degradasi sebesar 2,91%. Hal ini menunjukkan bahwa adanya penambahan komposit 75 mg tanpa penambahan nitrat diperoleh efektifitas degradasi yang lebih baik dibandingkan dengan blangko (*methylen blue* yang hanya disinari lampu UV selama 100 menit).

Sedangkan pada penambahan NO_3^- 0,5 M diperoleh efektifitas degradasi sebesar 30,81 % pada lama penyinaran 100 menit. Hal tersebut mengindikasikan bahwa penambahan NO_3^- berperan meningkatkan efektifitas degradasi terhadap *methylen blue*. Pada penambahan NO_3^- yang semakin banyak dapat menyebabkan peran NO_3^- menjadi penghambat degradasi *methylene blue*.

Hal ini dikarenakan NO_3^- banyak teradsorpsi pada permukaan TiO_2 /zeolit dan bereaksi dengan $h\nu^+$ menghasilkan NO_3^\bullet , sehingga menghalangi pembentukan $\bullet\text{OH}$ pada permukaan komposit. NO_3^- dalam larutan juga bereaksi dengan $\bullet\text{OH}$ membentuk NO_3^\bullet namun kereaktifannya rendah dibandingkan $\bullet\text{OH}$. NO_3^- dengan jumlah berlebih menyebabkan sebagian nitrat tidak teradsorpsi membentuk NO_2^\bullet dan $\bullet\text{OH}$, sehingga dapat mempercepat degradasi zat warna. NO_3^- dengan konsentrasi tinggi dapat meningkatkan degradasi zat warna, berikut reaksinya (Wardhani, 2012):



Tidak adanya penambahan komposit menyebabkan tidak terbentuknya OH radikal sedangkan tidak adanya penambahan NO_3^- menyebabkan tidak

terbentuknya NO_2 radikal dan OH radikal yang keduanya dapat mengoptimalkan proses fotodegradasi, karena OH radikal dan NO_2 radikal berperan dalam menguraikan senyawa *methylen blue*.

Dalam proses fotodegradasi selain adanya komposit adanya penambahan anion berupa nitrat (NO_3^-) dapat mempengaruhi persen degradasi. Pada hasil penelitian ini adanya konsentrasi nitrat (NO_3^-) yang berlebih menyebabkan sebagian anion nitrat (NO_3^-) tidak teradsorpsi dan dapat membentuk senyawa radikal yang dapat mempercepat degradasi pada *methylen blue*.

4.5.6 Pemanfaatan TiO_2 /Zeolit Alam Malang Sebagai Fotodegradasi Pewarna *Methylen Blue*

Dalam usaha untuk mendegradasi zat pewarna *methylen blue* menggunakan komposit berupa TiO_2 /zeolit dan adanya penambahan (NO_3^-), keduanya memiliki kemampuan yang berbeda dalam menguraikan *methylen blue*. Hal ini diilhami dalam surat al-Hijr ayat 21 sebagaimana berikut:

وَإِن مِّن شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِنُهُ وَمَا نُنزِّلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَّعْلُومٍ ﴿٢١﴾

Artinya :

“Dan tidak ada sesuatupun melainkan pada sisi Kami lah khazanahnya; dan Kami tidak menurunkannya melainkan dengan ukuran yang tertentu.”

Shihab (2003) menafsirkan bahwa Allah yang memiliki segala sesuatu dan Dia-lah yang memiliki pebendaraan sesuatu yang terdiri atas berbagai macam jenis dan ragamnya. Maka jelaslah bahwa Allah SWT telah menentukan segala ciptaan-Nya berdasarkan ukuran yang telah ditetapkan. Setiap ciptaan pasti memiliki perbedaan antara satu dengan yang lain. Hal tersebut apabila

dihubungkan dengan hasil penelitian tentang manfaat penggunaan komposit yang ditambahkan NO_3^- , bahwa keduanya memiliki ukuran kemampuan tersendiri dalam menguraikan zat pewarna *methylen blue*. Penambahan komposit ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) berbanding lurus dengan persen degradasi *methylen blue*, sehingga dari jumlah penambahan komposit 12,5; 25; 50 dan 75 mg diperoleh persen degradasi terbesar pada penambahan 75 mg komposit. Akan tetapi berbeda untuk penambahan anion NO_3^- , semakin besar konsentrasi NO_3^- tidak menyebabkan persen degradasinya semakin optimal. Karena NO_3^- dengan konsentrasi rendah dapat membantu mengoptimalkan persen degradasi dan pada konsentrasi yang lebih tinggi bisa menjadi penggalang untuk penguraian zat pewarna *methylen blue*.

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

Batas ukuran yang telah ditetapkan oleh Allah apabila tidak disyukuri oleh umat manusia, maka manusia tersebut, akan memperoleh kerugian di akhirat kelak. Oleh karena itu, manusia yang bertaqwa akan selalu menuju ridho-Nya

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

dengan menjadikan *ulul albab* sebagai citra dirinya dalam menjalani kehidupan ini. Sebagaimana firman Allah dalam Surah ali Imran ayat 190-191:

Artinya:

“*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka"* (QS. ali Imran/3:190-191).

Ar-Riffa'i (1999) menjelaskan bahwa sesungguhnya dalam “penciptaan langit dan bumi” yakni dalam hal ketinggian, keluasan langit, kerendahan, ketebalan bumi, serta tanda-tanda kekuasaan yang besar yang terdapat pada keduanya, baik bintang-bintang yang bergerak maupun yang diam, lautan, hutan, pepohonan, barang tambang, serta manfaat berbagai jenis makanan, warna, dan bau-bauan yang khusus, serta “pergantian malam dan siang”, semua itu merupakan ketetapan dari Allah. Ayat 191 mendefinisikan orang-orang yang mendalam pemahamannya dan berpikir tajam (*ulul albab*), yaitu orang yang

berakal, orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil faedah, hidayah, dan menggambarkan keagungan Allah. Ia selalu mengingat Allah (berdzikir) di setiap waktu dan keadaan, baik di waktu ia berdiri, duduk atau berbaring.

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



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Karakter zeolit alam terdispersi TiO_2 terbentuk puncak pada $2\theta = 25.2737$; 37.6855 ; dan 48.0278° . TiO_2 yang tersidpersi tidak merusak struktur zeolit dan TiO_2 .
2. Berdasarkan hasil penambahan variasi jumlah komposit (TiO_2 -zeolit) diperoleh persen efektifitas degradasi maksimum sebesar 29,94 % pada penambahan komposit zeolit- TiO_2 sebanyak 75 mg.
3. Berdasarkan hasil penambahan variasi konsentrasi NO_3^- diperoleh persen efektifitas degradasi maksimum sebesar 30,81 % pada penambahan NO_3^- 0,5 M dengan lama penyinaran 100 menit.

5.2 Saran

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

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, A. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir*. Jakarta: Pustaka Imam As-Syafi'i.
- Abdullah, M. dan Khairurijal. 2008. *Karakterisasi Nanomaterial*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi: (2) 28-2008.
- Afrozi, A. S.. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbagai Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air. Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan*. Jakarta: Fakultas Teknik, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Indonesia.
- Aji, S.B dan Anjar. 2009. *The Role Of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Addive in Building Ceramic*. Journal of the European Ceramic Society 26 (2006) 3783-3787.
- Alawiyah, Tuti.2012. *Pengembangan TiO₂ Pada Abu Dasar Batubara (Bottom Ash) dan Uji Aktivasnya Sebagai Fotokatalis dalam Degradasi Zat Warna Metilen Biru*. Tesis. FMIPA. UGM. Yogyakarta.
- Al Qarni, A. 2007. *Tafsir Muyassar*. Jakarta: Qisthi Press
- Anderson, J.R. 1981. *Catalys Scielnce and Technology First Edition*. Berlin: Spinger Verlag.
- Ar-Rifa'i, M.N. 1999. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid. I*. Jakarta: Gema Insani.
- Augustine, R.L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Baerlocher, Ch. 2001. *Atlas of Zeolite Framework of Types*. USA: Fifth revised edition.
- Banon, C. dan Suharto E.2008. *Adsorbsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat*. Jurnal Gradien. Vol.4 No. 2 Juli 2008 : 354-360.
- Barrer, R.M. (1982). *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. Academic Press.
- Beiser, A. 1995. *Concepts of Modern Physics*. 5th ed. New York: McGraw-Hill.
- Bonneviot, L and Che, M. 1988. *Role of Oxide Surface In Coordination Chemistry of Transition Metal Ions In Catalytic Systems*. *Pure Appl. Chem*. Vol. 60, No. 8, pp. 1369-1378.
- Bukkem, H., Flanigen, E.M., and Jansen, J.C. 1991. *Introduction to Zeolite Science And Practice*, 58 : 241-284.

- Christina, Mu'nisatun, Saptaji R, dan Marjanto D. 2007. *Studi pendahuluan mengenai degradasi zat warna azo (metil orange) dalam pelarut air menggunakan mesin berkas elektron 359 KeV/10 mA*. JFN 1: 31-44.
- Cheetam, D., A., 1992, *Solid State Compound*, Oxford university press, 234-237
- Clark. 1979. *Industrial Mineral: Zeolit The Hydrothermal Deposit*. New York: Pergamon.
- Colton, F. A., Wilkinson, G., and Gaus, P. L., 1999, *Basic Inorganic Chemistry*, John Wiley and Sons, Inc., New York.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. New York: Willey and Sons
- Fatimah, I. 2006. *Pengaruh Metode Preparasi Terhadap Karakter Fisikokimiawi Montmorillonit Termodifikasi ZrO₂*. Akta Kimindo, Vol. 1 No. 2: 87-92.
- Fessenden dan Fessenden. 1986. *Kimia Organik. Jilid 2. Edisi Ketiga*. Jakarta. Erlangga.
- Fox, M. A. and Dulay, M. T., 1993, *Heterogenous Photocatalysis*, Chem. Rev., 93 : 341-357.
- Goltardi G and Galli E. 1985. *Natural Zeolites*. New York: Springer Verlag.
- Gunlazuardi, J., 2001. *Fotokatalisis Pada Permukaan TiO : Aspek Fundamental dan Aplikasinya*, Seminar Nasional Kimia Fisika II, Jakarta, 14-15 Juni, 2001.
- Hagedus, L.L. 1987. *Catalysts Design Progress and Perspectives*. New York: John Wiley and Sons.
- Hapsari, D.S. 2006. *Penggunaan Zeolit Alam Yang Telah Diaktivasi dengan Larutan HCl Untuk Menyerap Logam-Logam Penyebab Kesadahan Air. Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Hastuti S., dan Suryanti V., 2003, *Pengaruh ion Nitrat dan Ion Nitrit Terhadap Fotodegradasi Zat Warna Terkatalis ZnO*, *Alchemy*, vol.2, No.2, 59-62.
- Hawley, 1981, *Condensed Chemical Dictionary*, Eleventh ed. Van Nortrand Reinhold, New York.
- Hayati, E. K. 2007. *Dasar-Dasar Analisis Spektroskopi*. Malang: Universitas Islam Negeri (UIN) Malang.
- Hoffman, M.R., Scot T. Martin, Wonyong Choi, and Detlef W. Bahneman., 1995., *Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis.*, *Chem. Rev.* 95, 69-96

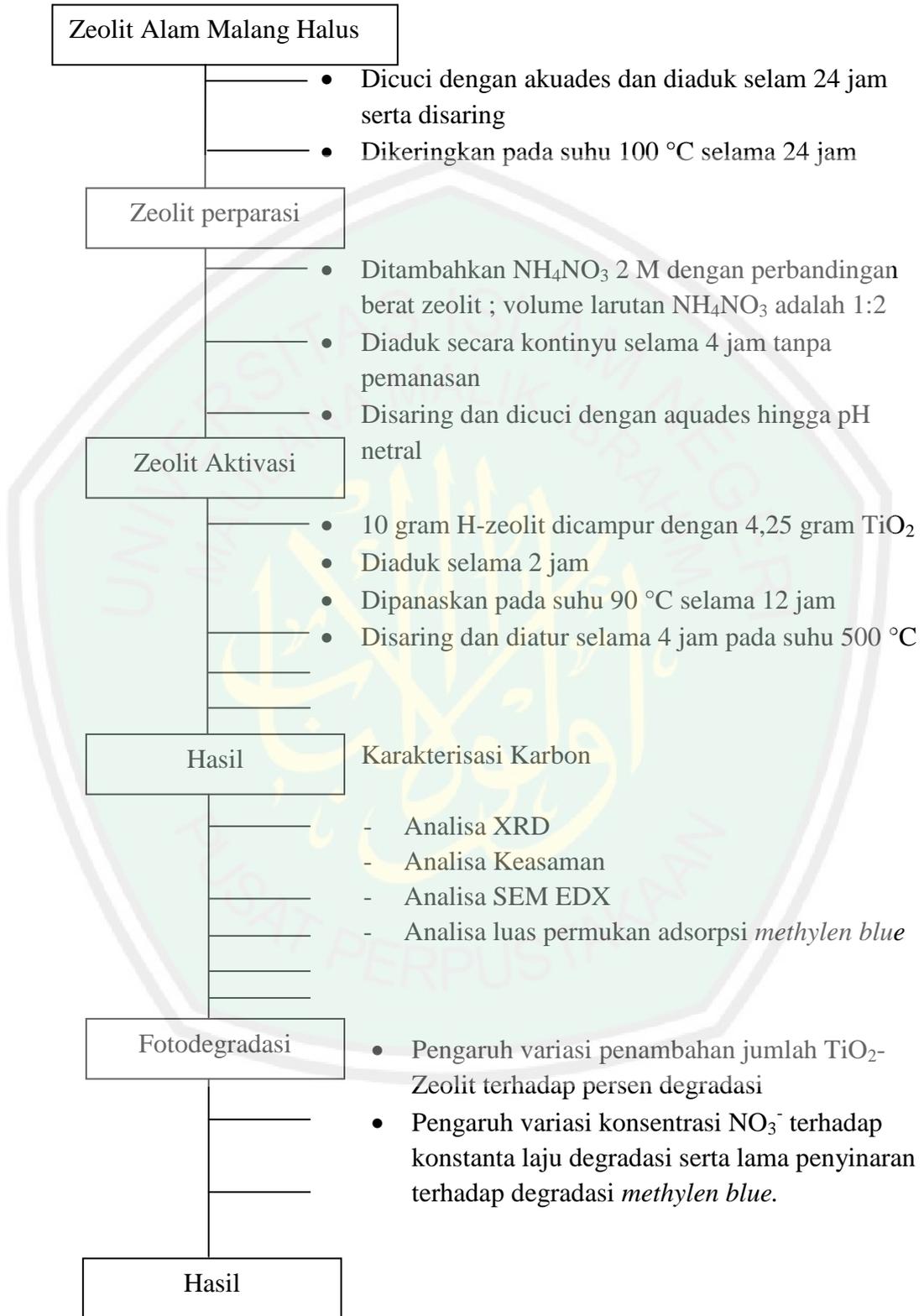
- Houas, A., Lachheb H, Ksibi M, Elimame E, Guillard C, and Hermann J.M. 2000. *Photocatalytic Degradation Pathway of Methylene Blue in Water. Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès (ENIG), Gabès, Tunisia.*
- Huuhtanen, M. 2006. *Zeolite Catalysts in the Reduction of NO_x in Lean Automotive Exhaust Gas Conditions. Thesis.* Oulu: Faculty of Technology Department of Process and Environmental Engineering University of Oulu.
- Indrawati, L. 2009. *Aktivasi Abu Layang Batubara dan Aplikasinya pada Proses Adsorpsi Ion Logam Cr dalam Limbah Elektroplating.* Tugas Akhir II. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang.
- Iskandar, A. 2008. *Modifikasi Zeolit.* Jakarta: FMIPA UI.
- Kung, H., H. 1989. *Transition Metal Oxides: Surface Chemistry and Catalysis, Study Surface Science and Catalyst.* New York: Elsevier, Vol: 45.
- Kalangit, H. 1995. *Pembuatan dan Karakteristik Nikel-Prosiding Seminar Nasional Kimia V Zeolit Sebagai Katalis Dalam Proses Oksidasi Langsung n-Pentana.* Tesis. FMIPA. UGM. Yogyakarta.
- Laniwati, M. 1999. *Isomerasi 1-buten Menggunakan Zeolit Alam Malang, Jawa Timur, Sebagai Katalis.* Proc ITB, Vol: 31 No: 02.
- Maryani. 2005. *Perbandingan Efektivitas Metode Koimpregnasi Dengan Metode Impregnasi Terpisah Pada Pembuatan Katalis.* Surakarta. FMIPA UNS.
- Maygasari, D. A., Satriadi, H., Widayat, dan Jestyssa, A. H. 2010. *Optimasi Proses Aktivasi Katalis Zeolit Alam dengan Uji Proses Dehidrasi Etanol. Seminar Rekayasa Kimia dan Proses,* ISSN: 1411-4216.
- Miftahudin. 2011. *Potensi Aspergillus dan Penicillium Asal Serasah Dipterocarp Sebagai Endosimbion Akar Pelarut Fosfat.* Thesis. IPB. Bogor.
- Mortimer M, Taylor P. 2002. *Chemical kinetics and mechanism.* Cambridge RSC.
- Othmmer dan Kirk. 1995. *Encyclopedia of Chemical Technology Editions 4.* New York: J. Wiley
- Platon, A. and Thomson. W. J. 2003. *Quantitative Lewis/ Brønsted Ratios using DRIFTS. Applied Catalysis Industrial Engineering Chemistry Research,* 42: 5988-5992.
- Polat, E., M. Karaca, H. Demir, and N. Onus. 2004. *Use of Natural Zeolit (Clinoptilolite) in Agriculture. Journal of Fruit and Ornamental Plant Research,* 12: 183-189.
- Rakhmatullah, D.K.A., Wiradani, G., dan Ariyanto, N.P. 2007. *Pembuatan Adsorben diskandarari Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorption*

Properties untuk Memurnikan Bioetanol. Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri. Bandung: ITB.

- Rianto, L. B. 2012. *Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang dengan Penambahan Logam Titanium Menggunakan Metode Impregnasi. Skripsi.* Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Riesthandie. 2010. *Pemanfaatan Cu-NaA dan NaA dengan Prekursor SiO dari Sekam Padi untuk Adsorpsi Gas NO.* Tugas Akhir. Surabaya: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rodiansono, Irawan, C., dan Mujiyanti, D.R. 2009. *Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni, Co yang Diembankan Pada Zeolit-ZCP-50 Menggunakan Metode Matrik Polimer.* Jurnal Sains dan Terapan Kimia Vol 2 (1) 1-13.
- Satterfield, C. N. 1980. *Heterogenous Catalyst In Practice.* New York: Mc Graw Hill Book Company
- Setiadi dan A. Pertiwi. 2007. *Preparasi dan Karakteristik Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa ABE menjadi Hidrokarbon. Prosiding Kongres dan Simposium Nasional Kedua MKICS, ISSN: 0216 – 4183.* hal. 5-6.
- Setyaningsih, H. 2007. *Pengolahan limbah batik dengan proses kimia dan adsorpsi karbon aktif.* Tesis Program Pasca Sarjana UI. Jakarta.
- Setyawan D., 2002. *Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium Pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis.* Jurnal Ilmu Dasar Vol. 3 No.2. FMIPA UNEJ. Jember.
- Skoog, D. A., and West, D. M., 1980. *Principles of Instrumental Analysis, 2nd Edition.* New York: John Willey-VCH.
- Slamet, Syakur R, dan Danumulyo W. 2003. *Pengolahan limbah logam berat chromium (vi) dengan fotokatalis TiO₂.* Makara Teknol 7: 1.
- Smart. 1993. *Determination of Integrated Molar Extinction Coefficients for Infrared Absorption of Pyridine Adsorbed on Solid Acid Catalysts.* Journal of Catalysis. Vol. 141. hal. 347-354.
- Suharto, T. E., Irfan G., dan Sundaryono, A. 2007. *Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Bifungsional dari Zeolit Alam.* Jurnal Gradien, Vol.3 No.2 267-272.
- Sutarti, M, dan M Rachmawati. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur.* Jakarta: Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.

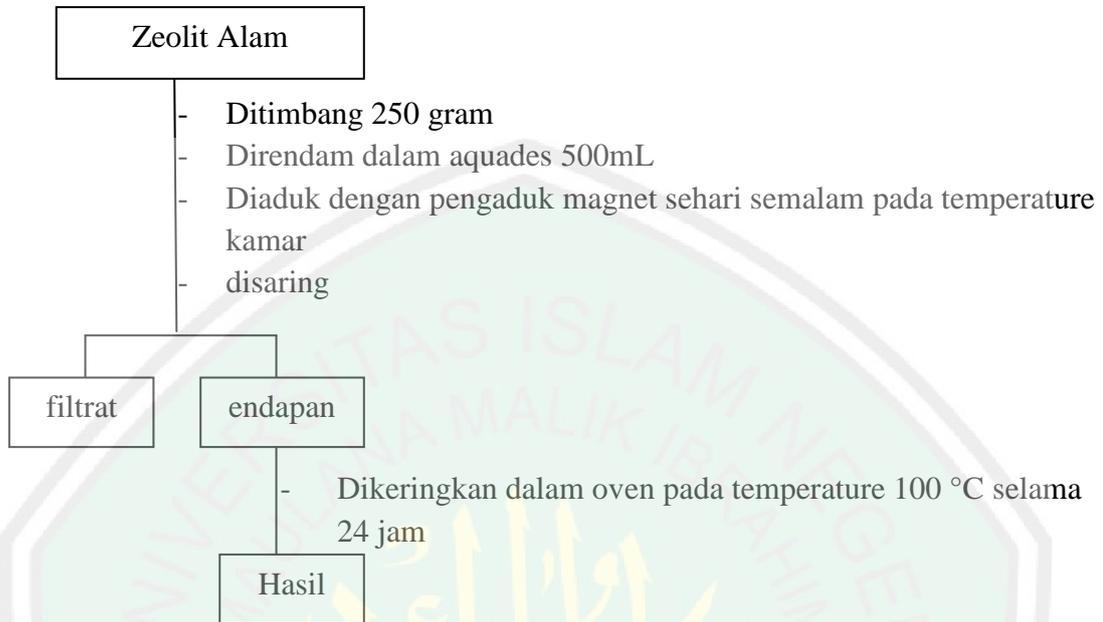
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi, J.. 2001. *Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis*. *Makara, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, Vol 5, No 2: 81-91.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. *Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam*. *Jurnal Teknoin*, Vol. 10 No. 4: 269 -282.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono., dan Sugiharto, E., 2006. *Preparasi dan Karakterisasi TiO₂-Zeolit serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik*. *Jurnal Indo. J. Chem*, Vol. 6, No. 3. 231-237.
- Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Veronica dan Savitri. 2005. *Proses Produksi DiEtil Eter dengan Dehidrasi Etanol pada Fase Cair*. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro. Semarang.
- Wardhani, Sri., Ramadhana, K., dan Purwanugroho. 2013. *Fotodegradasi zat warna jingga metil menggunakan TiO₂-zeolit dengan penambahan anion anorganik NO₃⁻*. Vol. 1, pp. 98-104.
- Yudi, A. 2011. *Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif Dari Ban Bekas Dengan NaCl Sebagai Bahan Pengaktif Pada Temperatur Aktivasi Fisika 600 °C dan 650 °C*. Skripsi. Jurusan Kimia. UIN Malang.
- Yusnani, A. 2008. *Konsentrasi Prekursor Logam dan Metode Impregnasi pada Preparasi NiMo/Zeolit Y Terhadap Karakter Katalis*. Skripsi Tidak Diterbitkan. Surakarta: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Zhang W., An T., Cui M., Sheng G., and Fu J., 2005, *Effect of Anions On The Photocatalytic and Photoelectrocatalytic Degradation of Reactive Dye in a Packed-bed Reactor*, *J Chem Technol Biotechnol*, Vol.80, 223-229.
- Zhang, Y., Hidajat, K., dan A.K. Ray. 2004. *Optimal Design and Operation of SMB Bioreactor: Production of High Fructose Syrup by Isomerization of Glucose*. *Biochemical Engineering Journal*, Vol: 21 No: 111–121.

Lampiran 1. Diagram Alir

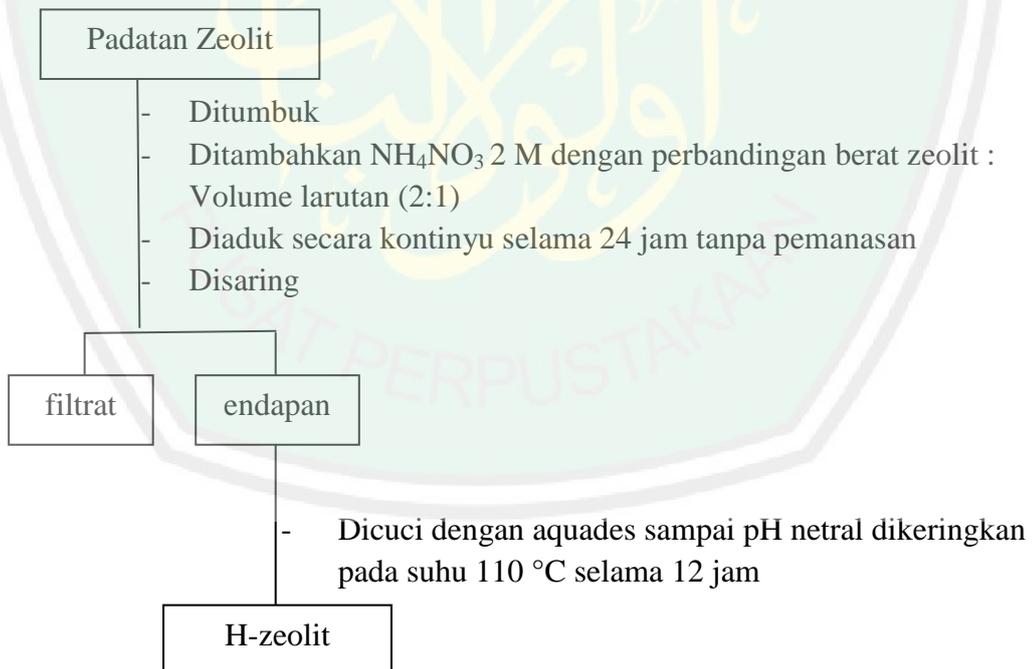


Lampiran 2. Skema Kerja

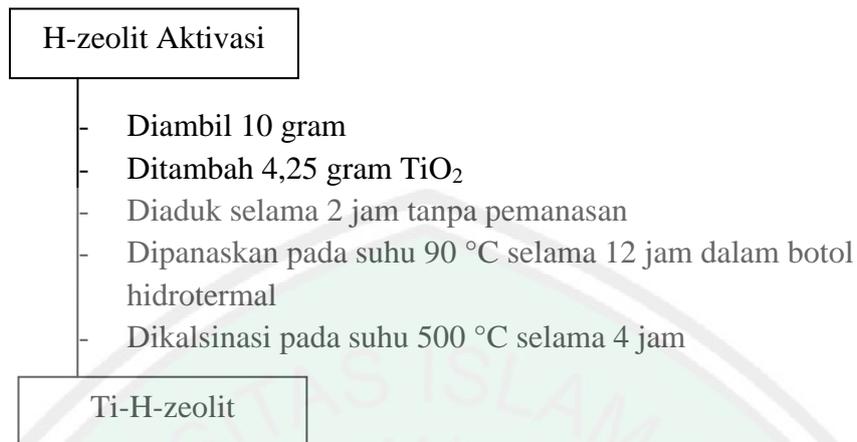
1. Preparasi sampel



2. Aktivasi zeolit

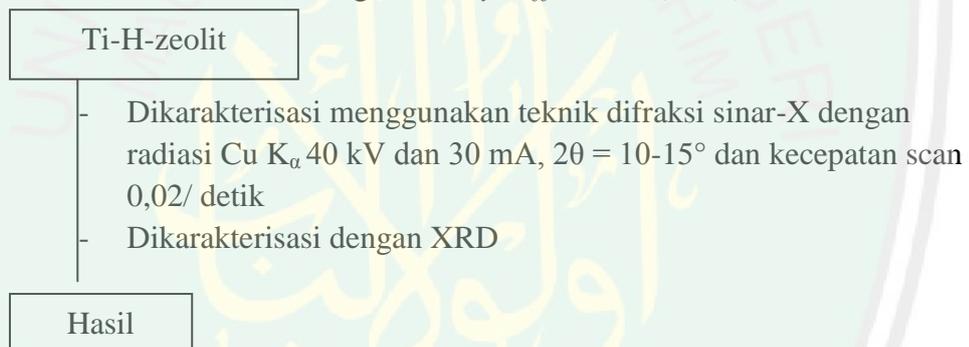


3. Modifikasi Ti-H-Zeolit Alam Malang dengan Metode Impregnasi



4. Karakterisasi Katalis Ti-H-Zeolit

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



5. Proses fotokatalis

a. Variasi pengaruh penambahan jumlah fotokatalis (TiO_2 -zeolit alam) terhadap persen degradasi.

- Fotokatalis 12,5 mg

TiO_2 -zeolit

- Diambil 12,5 mg
- Ditambah larutan *Methylen Blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah larutan nitrat (NO_3^-) konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu selama 100 menit

Hasil

- Fotokatalis 25 mg

TiO_2 -zeolit

- Diambil 12,5 mg
- Ditambah larutan *Methylen Blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah larutan nitrat (NO_3^-) konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu selama 100 menit

Hasil

- Fotokatalis 50 mg

TiO_2 -zeolit

- Diambil 50 mg
- Ditambah larutan *Methylen Blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah larutan nitrat (NO_3^-) konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu selama 100 menit

Hasil

- Fotokatalis 75 mg

TiO₂-zeolit

- Diambil 75 mg
- Ditambah larutan Metylen Blue 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah larutan nitrat (NO₃⁻) konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu selama 100 menit

Hasil

- b. Pengaruh variasi konsentrasi nitrat (NO₃⁻) terhadap konstanta laju degradasi serta lama penyinaran terhadap degradasi *metylen blue*.

- Nitrat (NO₃⁻) 0,5 M

Nitrat (NO₃⁻)

- Diambil konsentrasi 0,5 M sebanyak 5 mL
- Ditambah larutan *Metylen Blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah TiO₂-zeolit terbaik
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu 25, 50, 75 dan 100 menit.

Hasil

- Nitrat (NO₃⁻) 1 M

Nitrat (NO₃⁻)

- Diambil konsentrasi 1 M sebanyak 5 mL
- Ditambah larutan *Metylen Blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah TiO₂-zeolit terbaik
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu 25, 50, 75 dan 100 menit.

Hasil

- Nitrat (NO_3^-) 1,5 M

Nitrat (NO_3^-)

- Diambil konsentrasi 1,5 M sebanyak 5 mL
- Ditambah larutan *Methylen Blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah TiO_2 -zeolit terbaik
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu 25, 50, 75 dan 100 menit.

Hasil

- Nitrat (NO_3^-) 2 M

Nitrat (NO_3^-)

- Diambil konsentrasi 2 M sebanyak 5 mL
- Ditambah larutan *Methylen Blue* 15 mg/L pH 11 sebanyak 25 mL
- Ditambah TiO_2 -zeolit terbaik
- Larutan campuran tersebut disinari UV dengan variasi waktu 25, 50, 75 dan 100 menit.

Hasil

Lampiran 3 Pembuatan Larutan

1. Membuat larutan amonium nitrat 2 M (NH_4NO_3) 100 mL

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

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

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

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

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

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

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

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

Keterangan :

M : Konsentrasi NH_4NO_3 yang akan dibuat

N : mol larutan NH_4NO_3

V : volume NH_4NO_3 yang akan dibuat

M : berat NH_4NO_3 yang ditimbang

Mr : berat jenis NH_4NO_3

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

2. Pembuatan larutan Titanium Dioksida (TiO_2) 0,2 M 20 mL

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

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

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

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

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

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

$$m = 0,004 \text{ mol} \times 8 \text{ gr/mol}$$

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

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

3. Pembuatan Larutan Natrium Nitrat (NaNO_3)

- a. Larutan NO_3 0,5 M dalam 5 mL

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

$$0,5 \text{ M} = \frac{n}{5 \text{ mL}}$$

$$n = 0,5 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$n = 2,5 \text{ mmol} = 0,0025 \text{ mol}$$

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

$$0,0025 \text{ mol} = \frac{m}{85 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,0025 \text{ mol} \times 85 \text{ gr/mol}$$

$$m = 0,2125 \text{ gram}$$

b. Larutan NO_3 1,0 M dalam 5 mL

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

$$1,0 \text{ M} = \frac{n}{5 \text{ mL}}$$

$$n = 1,0 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$n = 5 \text{ mmol} = 0,005 \text{ mol}$$

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

$$0,005 \text{ mol} = \frac{m}{85 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,005 \text{ mol} \times 85 \text{ gr/mol}$$

$$m = 0,425 \text{ gram}$$

c. Larutan NO_3 1,5 M dalam 5 mL

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

$$1,5 \text{ M} = \frac{n}{5 \text{ mL}}$$

$$n = 1,5 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$n = 7,5 \text{ mmol} = 0,0075 \text{ mol}$$

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

$$0,0075 \text{ mol} = \frac{m}{85 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,0075 \text{ mol} \times 85 \text{ gr/mol}$$

$$m = 0,6375 \text{ gram}$$

d. Larutan NO_3 2,0 M dalam 5 mL

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

$$2,0 \text{ M} = \frac{n}{5 \text{ mL}}$$

$$n = 2,0 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

$$n = 10 \text{ mmol} = 0,01 \text{ mol}$$

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

$$0,01 \text{ mol} = \frac{m}{85 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,01 \text{ mol} \times 85 \text{ gr/mol}$$

$$m = 0,85 \text{ gram}$$

4. Pembuatan larutan *methylen blue*

Larutan stok *methylen blue* 100 ppm

$$M \text{ (ppm)} = \frac{m}{v}$$

$$m = \text{ppm} \times L$$

$$m = 100 \text{ ppm} \times 1L$$

$$m = 100 \text{ mg}$$

Keterangan :

ppm = konsentrasi *methylen blue*

mg = berat *methylen blue* yang diperlukan (mg)

L = volume yang digunakan untuk melarutkan *methylen blue* (L)

Ditimbang sebanyak 100 mg *methylene blue* dilarutkan dalam beaker glass yang berisi 200 mL aquades dan diaduk hingga larut. Dipindahkan larutan dalam labu ukur 1000 mL, dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Dikocok-kocok sampai larutan bercampur sempurna

- a. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 1 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

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

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

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

Diambil 1 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

- b. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 2 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

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

Diambil 2 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

- c. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 3 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

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

Diambil 3 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

- d. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 4 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

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

Diambil 4 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

- e. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 5 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

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

Diambil 5 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

- f. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 6 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

Diambil 6 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan

akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

g. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 7 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

$$V_1 = 7 \text{ mL}$$

Diambil 7 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

h. Membuat 100 mL larutan Metilen Blue 8 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

Diambil 8 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

- i. Membuat 100 mL larutan methylen blue 15 ppm dari larutan 100 ppm

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

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

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

$$V_1 = 15 \text{ mL}$$

Diambil 15 mL larutan stok metilen blue 100 ppm, diambil dengan pipet ukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

5. Pembuatan Rasio Zeolit-TiO₂ (97:3)%

$$\text{Zeolit} = 10 \text{ gram}$$

$$\text{TiO}_2 = 0,32 \text{ gram}$$

$$\text{Total campuran} = 10,32 \text{ gram}$$

$$\text{Rasio zeolit} = \frac{10 \text{ gram}}{10,32 \text{ gram}} \times 100 \% = 96,89\% = 97 \%$$

$$\text{Rasio TiO}_2 = \frac{0,32 \text{ gram}}{10,32 \text{ gram}} \times 100 \% = 3,10\% = 3 \%$$

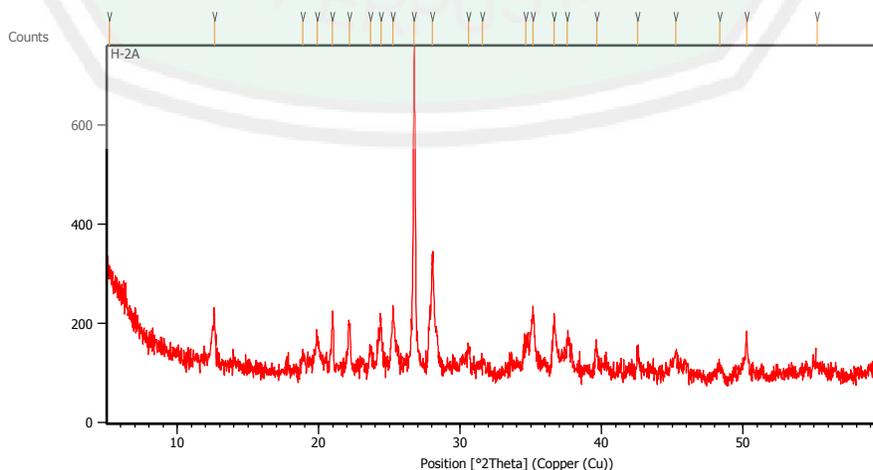
Lampiran 4 Karakterisasi XRD

a. Zeolit teraktivasi

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	H-ZA
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Januari\Mohammad
Yusuf\H-ZA\H-2A.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/23/2014 4:27:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}2\theta$.]	5.0084
End Position [$^{\circ}2\theta$.]	59.9864
Step Size [$^{\circ}2\theta$.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}2\theta$.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [$^{\circ}\text{C}$]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1.54060
K-Alpha2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.1777	72.04	0.4015	17.06789	11.11
12.6449	82.28	0.1673	7.00063	12.68
18.8799	35.59	0.2007	4.70044	5.49
19.8948	67.76	0.2007	4.46290	10.44
20.9708	125.29	0.1171	4.23627	19.31
22.1681	99.95	0.1673	4.01010	15.41
23.6713	48.21	0.1673	3.75874	7.43
24.3882	107.48	0.1338	3.64986	16.57
25.2609	126.89	0.2007	3.52571	19.56
26.7406	648.71	0.1171	3.33387	100.00
28.0096	224.97	0.1171	3.18565	34.68
30.6056	49.25	0.1338	2.92110	7.59
31.5651	20.78	0.5353	2.83446	3.20
34.6332	58.78	0.2007	2.59007	9.06
35.1651	116.99	0.2676	2.55210	18.03
36.6451	118.00	0.1004	2.45235	18.19
37.5791	65.55	0.1673	2.39352	10.10
39.6321	43.45	0.1171	2.27414	6.70
42.5534	45.67	0.1004	2.12454	7.04
45.2391	44.74	0.2007	2.00446	6.90
48.3690	24.35	0.3346	1.88182	3.75
50.2414	90.19	0.1004	1.81599	13.90
55.2294	19.06	0.8029	1.66321	2.94

b. Zeolit Termodifikasi TiO₂

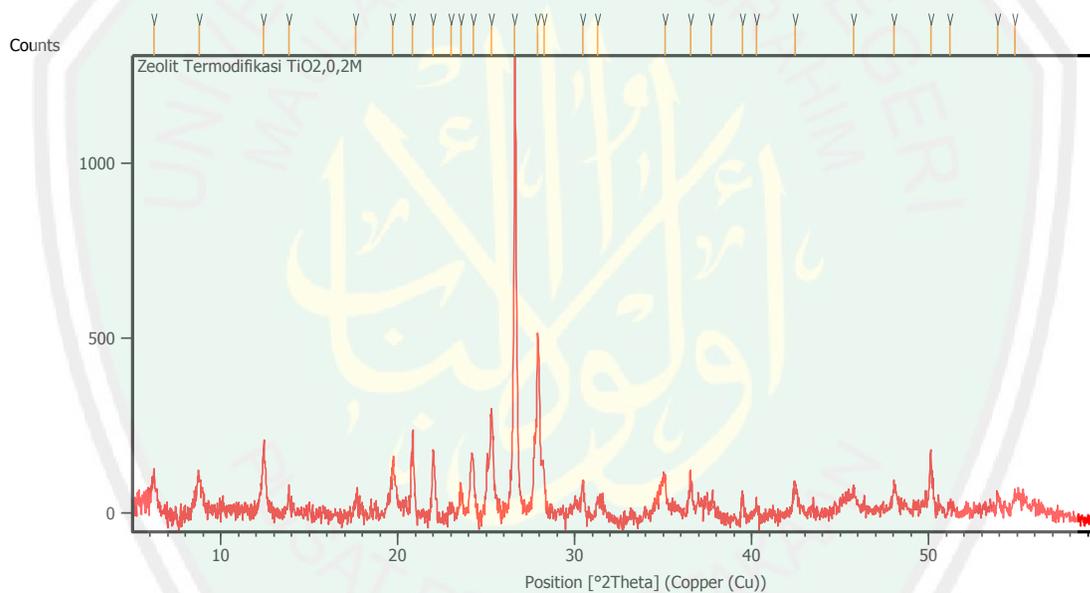
This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets. Modify it according to your own needs and standards.

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	Zeolit Termodifikasi TiO ₂ ,0,2M
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn
2014\Maret\Erwanto\Zeolit Termodifikasi TiO ₂ ,0,2M\Zeolit Termodifikasi TiO ₂ ,0,2M.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	3/21/2014 8:56:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}$ 2Th.]	5.0114
End Position [$^{\circ}$ 2Th.]	59.9894
Step Size [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	15.2500
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00

Receiving Slit Size [mm] 12.7500
 Measurement Temperature [°C] -273.15
 Anode Material Cu
 K-Alpha1 [Å] 1.54060
 K-Alpha2 [Å] 1.54443
 K-Beta [Å] 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000
 Generator Settings 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type XPert MPD
 Diffractometer Number 1
 Goniometer Radius [mm] 200.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00
 Incident Beam Monochromator No
 Spinning No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.2133	256.64	0.2676	14.22531	19.17
8.7729	136.71	0.3346	10.07984	10.21
12.4252	187.14	0.1673	7.12395	13.98
13.8396	59.06	0.1004	6.39886	4.41
17.6352	54.05	0.2676	5.02929	4.04
19.7179	155.46	0.1673	4.50253	11.61
20.8439	254.73	0.0669	4.26178	19.03
21.9987	208.88	0.0836	4.04059	15.60
23.0000	49.68	0.2007	3.86691	3.71

23.5552	108.22	0.1004	3.77701	8.08
24.2549	187.54	0.1840	3.66960	14.01
25.2737	307.10	0.1004	3.52395	22.94
26.6004	1338.69	0.1004	3.35113	100.00
27.8956	541.57	0.0669	3.19841	40.45
28.2443	157.30	0.1004	3.15971	11.75
30.4345	114.99	0.2007	2.93713	8.59
31.2876	65.05	0.3346	2.85896	4.86
35.0797	111.97	0.2342	2.55812	8.36
36.5571	110.75	0.1338	2.45806	8.27
37.6855	44.77	0.4015	2.38701	3.34
39.4606	59.71	0.1673	2.28363	4.46
40.2642	37.29	0.2007	2.23989	2.79
42.4643	90.71	0.1673	2.12879	6.78
45.7666	59.61	0.2007	1.98258	4.45
48.0278	76.99	0.1673	1.89439	5.75
50.1078	178.23	0.0669	1.82052	13.31
51.1799	22.49	0.2007	1.78488	1.68
53.8816	52.60	0.1004	1.70159	3.93
54.8581	43.21	0.2676	1.67359	3.23

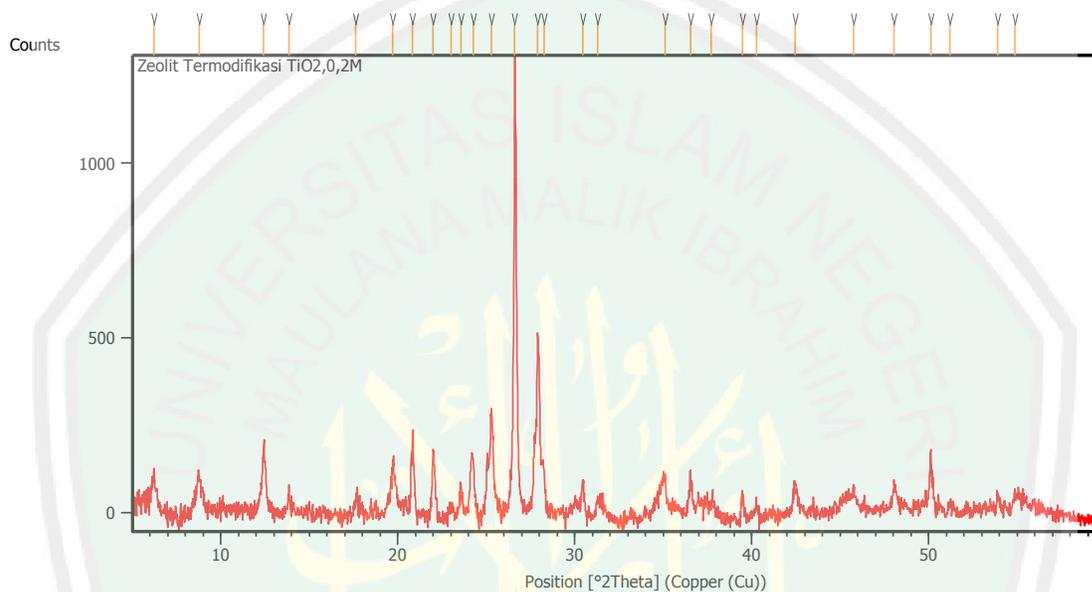
c. TiO₂

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	Zeolit Termodifikasi TiO ₂
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn
2014\Maret\Erwanto\Zeolit Termodifikasi TiO ₂ ,0,2M\Zeolit Termodifikasi TiO ₂ , rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	3/21/2014 8:56:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0114
End Position [°2Th.]	59.9894
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	15.2500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV

Diffractometer Type XPert MPD
 Diffractometer Number 1
 Goniometer Radius [mm] 200.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00
 Incident Beam Monochromator No
 Spinning No

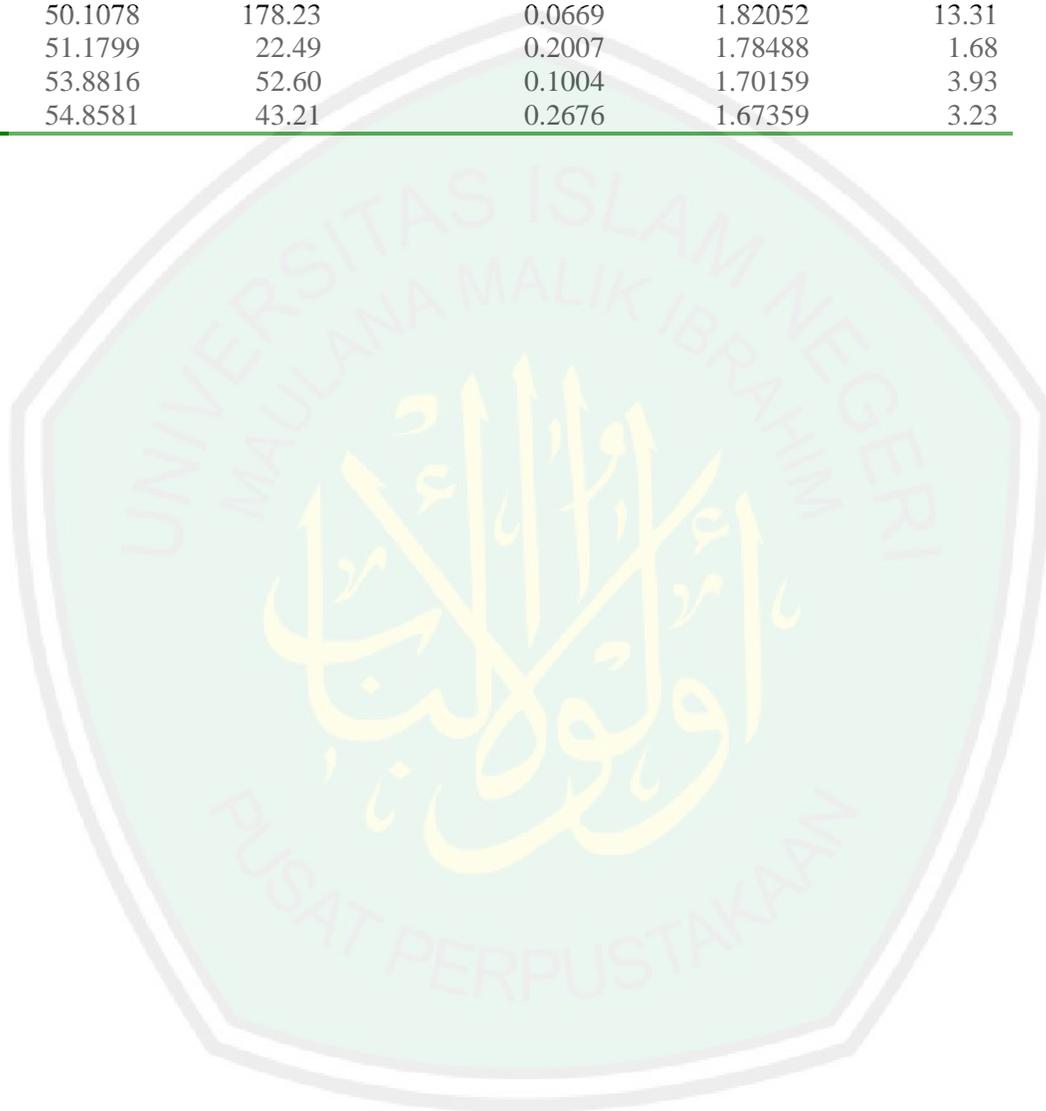
Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.2133	256.64	0.2676	14.22531	19.17
8.7729	136.71	0.3346	10.07984	10.21
12.4252	187.14	0.1673	7.12395	13.98
13.8396	59.06	0.1004	6.39886	4.41
17.6352	54.05	0.2676	5.02929	4.04
19.7179	155.46	0.1673	4.50253	11.61
20.8439	254.73	0.0669	4.26178	19.03
21.9987	208.88	0.0836	4.04059	15.60
23.0000	49.68	0.2007	3.86691	3.71
23.5552	108.22	0.1004	3.77701	8.08
24.2549	187.54	0.1840	3.66960	14.01
25.2737	307.10	0.1004	3.52395	22.94
26.6004	1338.69	0.1004	3.35113	100.00
27.8956	541.57	0.0669	3.19841	40.45
28.2443	157.30	0.1004	3.15971	11.75
30.4345	114.99	0.2007	2.93713	8.59
31.2876	65.05	0.3346	2.85896	4.86

35.0797	111.97	0.2342	2.55812	8.36
36.5571	110.75	0.1338	2.45806	8.27
37.6855	44.77	0.4015	2.38701	3.34
39.4606	59.71	0.1673	2.28363	4.46
40.2642	37.29	0.2007	2.23989	2.79
42.4643	90.71	0.1673	2.12879	6.78
45.7666	59.61	0.2007	1.98258	4.45
48.0278	76.99	0.1673	1.89439	5.75
50.1078	178.23	0.0669	1.82052	13.31
51.1799	22.49	0.2007	1.78488	1.68
53.8816	52.60	0.1004	1.70159	3.93
54.8581	43.21	0.2676	1.67359	3.23

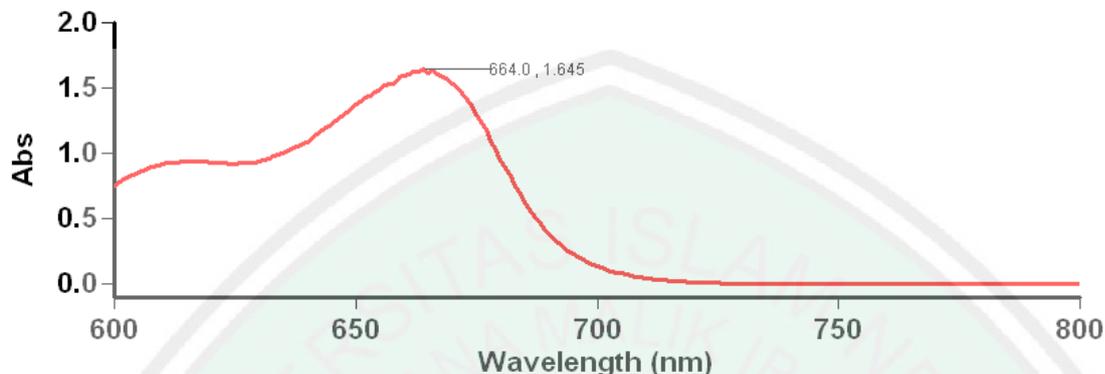


Lampiran 5.Karakterisasi Methylen blue dengan UV-Vis

a) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{\max})

Lamdha Maksimum Methylene Blue

Tanggal Analisa : 21 April 2014



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 21 Apr 01:43:39 AM 2014
 Batch: D:\Erwanto\Lamdha Maksimum Methylene Blue.DSW
 Software version: 3.00(339)
 Operator: Rika

Sample Name: Methylene Blue

Collection Time 4/21/2014 1:45:04 AM

Peak Table
 Peak Style Peaks
 Peak Threshold 0.0100
 Range 800.1nm to 200.1nm

Wavelength (nm)	Abs
664.0	1.032
292.0	0.613
246.0	0.340

b) Absorbansi Methylen Blue 16 ppm

Tanggal Analisa : 27 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/27/2014 10:39:06 PM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Absorbansi
 Methylene Blue 16 ppm (5-5-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1599)	664.0

Analysis

Collection time 5/27/2014 10:39:06 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
16 ppm					2.5767
					2.8725
		2.8027	0.2004	7.15	2.9588

Results Flags Legend

R = Repeat reading

c) Penentuan Waktu Kestabilan (Waktu Operasional)

Absorbansi Waktu Kestabilan Methylene Blue

Tanggal Analisa : 21 April 2014

Advanced Reads Report

Report time 4/21/2014 9:49:41 PM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Absorbansi Waktu Kestabilan Optimum
 Application Methylene Blue (21-4-2014).BAB
 Operator Rika
 Advanced Reads 3.00(339)

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0900)	664.0

Analysis

Collection time 4/21/2014 9:49:41 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.9904
					0.9828
		0.9853	0.0044	0.44	0.9829
20 menit					0.9443
					0.9443
		0.9461	0.0031	0.33	0.9497
30 menit					0.9181
					0.9101
		0.9135	0.0041	0.45	0.9123
40 menit					0.8934
					0.8887
		0.8922	0.0031	0.35	0.8946
50 menit					0.8894
					0.8857
		0.8871	0.0021	0.23	0.8860

60 menit				0.8896
				0.8853
	0.8879	0.0023	0.26	0.8887
70 menit				0.8867
				0.8911
	0.8891	0.0022	0.25	0.8894
80 menit				0.8940
				0.8881
	0.8919	0.0033	0.37	0.8936
90 menit				0.8810
				0.8774
	0.8793	0.0018	0.21	0.8796

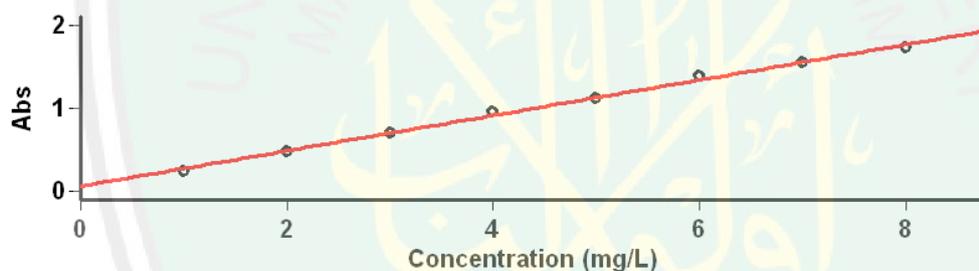
Results Flags Legend

R = Repeat reading

d) Penentuan Kurva Baku

Kurva Standar Methylene Blue

Tanggal Analisa : 28 April 2014



Concentration Analysis Report

Report time 5/28/2014 2:30:34 AM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Kurva Standar Methylene
 Blue (28-04-2014).BCN
 Application Concentration 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 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	(0.978)	664.0

Calibration

Collection time 1/29/2014 2:34:54 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						0.2052 0.2057 0.2049
	1.0		0.2053	0.0004	0.22	
Std 2						0.4196 0.4189 0.4200
	2.0		0.4195	0.0005	0.13	
Std 3						0.6272 0.6256 0.6237
	3.0		0.6255	0.0018	0.28	
Std 4						0.7719 0.7711 0.7737
	4.0		0.7722	0.0014	0.18	
Std 5						1.0421 1.0375 1.0401
	5.0		1.0399	0.0023	0.22	
Std 6						1.2634 1.2525 1.2585
	6.0		1.2581	0.0055	0.43	
Std 7						1.4233 1.4255 1.4277
	7.0		1.4245	0.0028	0.20	
Std 8						1.6405 1.6399 1.6226
	8.0		1.6343	0.0102	0.62	
Calibration eqn	Abs = 0.20469*Conc + 0.00132					
Correlation Coefficient	0.99794					
Calibration time	4/28/2014 2:36:22 AM					

Results Flags Legend

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

e) Absorbansi fotodegradasi Sisa Methylene Blue menggunakan penambahan variasi jumlah fotokatalis

Tanggal Analisa : 5 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/5/2014 3:58:26 AM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Absorbansi MB + Variasi jumlah fotokatalis (TiO₂
 zeolit)1 (5-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings
 Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF
 Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0856)	664.0

Analysis

Collection time 5/5/2014 3:58:26 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Zeolit 12,5 mg					0.7881
					0.7880
		0.7876	0.0008	0.10	0.7866
Zeolit 25 mg					0.2737
					0.2756
		0.2749	0.0010	0.38	0.2753
Zeolit 50 mg					0.0410
					0.0412
		0.0410	0.0002	0.56	0.0408
Zeolit 25 mg					0.0197
					0.0197
		0.0197	0.0001	0.50	0.0196

Results Flags Legend

R = Repeat reading

f) Absorbansi fotodegradasi Sisa Methylene Blue menggunakan penambahan Konsentrasi NO_3^- 0,5 M dengan variasi lama penyinaran

Tanggal analisis 7 mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/7/2014 2:31:36 AM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Absorbansi MB + NO_3^- 0,5 M dg Variasi Lama penyinaran (7-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1211)	664.0

Analysis

Collection time 5/5/2014 3:58:26 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
25 menit					0.0203
					0.0203
		0.0206	0.0005	2.45	0.0212
50 menit					0.0211
					0.0212
		0.0214	0.0005	2.42	0.0220
75 menit					0.0374
					0.0361
		0.0360	0.0014	4.02	0.0345
100 menit					0.0018
					0.0020
		0.0019	0.0002	9.37	0.0021

Results Flags Legend

R = Repeat reading

g) Absorbansi fotodegradasi Sisa Methylene Blue menggunakan penambahan Konsentrasi NO_3^- 1,0 M dengan variasi lama penyinaran

Tanggal analisis 7 mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/7/2014 3:55:31 AM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Absorbansi MB + NO_3^- 1,0 M dg Variasi Lama penyinaran (7-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0866)	664.0

Analysis

Collection time 5/7/2014 3:55:31 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
25 menit					0.0135
					0.0146
		0.0146	0.0011	7.74	0.0158
50 menit					0.0119
					0.0116
		0.0214	0.0005	2.42	0.0119

75 menit				0.0392
				0.0394
	0.0360	0.0014	4.02	0.0381
100 menit				0.0182
				0.0186
	0.0019	0.0002	9.37	0.0181

Results Flags Legend

R = Repeat reading

h) Absorbansi fotodegradasi Sisa Methylene Blue menggunakan penambahan Konsentrasi NO₃⁻ 1,5 M dengan variasi lama penyinaran

Tanggal analisis 7 mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/8/2014 1:23:51 AM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Absorbansi MB + NO₃⁻ 1,5 M dg Variasi Lama penyinaran (8-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF
 Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0885)	664.0

Analysis
 Collection time 5/8/2014 1:23:51 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
25 menit					0.0256 0.0258 0.0256 0.0001 0.43 0.0255
50 menit					0.4754 0.4751 0.4750 0.0005 0.11 0.4744
75 menit					0.0285 0.0282 0.0283 0.0002 0.68 0.0283
100 menit					0.0192 0.0179 0.0185 0.0006 3.43 0.0184

i) Absorbansi fotodegradasi Sisa Methylene Blue menggunakan penambahan Konsentrasi NO_3^- 2,0 M dengan variasi lama penyinaran

Tanggal analisis 7 mei 2014
Advanced Reads Report

Report time 5/9/2014 3:55:31 AM
Method
Batch name D:\Erwanto\Absorbansi MB + NO_3^- 2,0 M dg Variasi Lama penyinaran (9-05-2014).BAB
Application Advanced Reads 3.00(339)
Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
Instrument version no. 3.00
Wavelength (nm) 664.0
Ordinate Mode Abs
Ave Time (sec) 0.1000
Replicates 3
Sample averaging OFF
Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0882)	664.0

Analysis
Collection time 5/7/2014 3:55:31 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
25 menit					0.0764
					0.0761
		0.0765	0.0004	0.51	0.0769
50 menit					0.0128
					0.0129
		0.0128	0.0000	0.25	0.0128
75 menit					0.0315
					0.0321
		0.0318	0.0003	0.88	0.0320
100 menit					0.0255
					0.0254
		0.0255	0.0001	0.38	0.0256

Results Flags Legend

R = Repeat reading

j) Absorbansi fotodegradasi Sisa Methylene Blue Pemandangan

Tanggal analisis 7 mei 2014
Advanced Reads Report

Report time 5/18/2014 11:22:01 AM
Method
Batch name D:\Erwanto\Absorbansi pemandangan
(18-05-2014).BAB
Application Advanced Reads 3.00 (339)
Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
Instrument version no. 3.00
Wavelength (nm) 664.0
Ordinate Mode Abs
Ave Time (sec) 0.1000
Replicates 3
Sample averaging OFF
Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0899)	664.0

Analysis
Collection time 5/18/2014 11:22:01 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Tanpa Nitrat					0.5827
					0.5821
		0.5823	0.0004	0.06	0.5820
Tanpa fotokatalis					0.7998
					0.7922
		0.7996	0.0008	0.10	0.7995
Tanpa Nitrat & Foto					0.0315
					0.0321
		0.6429	0.0006	0.09	0.0320

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Lampiran 6. Perhitungan Hasil Fotodegradasi

Dari grafik hubungan konsentrasi *methylene blue* 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm dengan absorbansinya diperoleh persamaan $y = 0,20469x + 0,00132$, dimana x adalah konsentrasi (C) dan y adalah absorbansi (A). Persamaan tersebut dapat ditulis kembali dalam bentuk:

$$C = \frac{A + 0,00132}{0,20469}$$

Kemudian persamaan ini digunakan untuk menghitung nilai konsentrasi larutan *methylene blue* setelah diberi perlakuan.

1. Pengaruh variasi jumlah penambahan TiO_2 -zeolit terhadap persen degradasi
 - a. 0 mg zeolit- $\text{TiO}_2 \rightarrow$ Absorbansi = 0,7996

$$C = \frac{0,7996 - 0,00132}{0,20469} = 3,899 \text{ ppm}$$
 - b. 12,5 mg zeolit- $\text{TiO}_2 \rightarrow$ Absorbansi = 0,7876

$$C = \frac{0,7876 - 0,00132}{0,20469} = 3,8413 \text{ ppm}$$
 - c. 25 mg zeolit- $\text{TiO}_2 \rightarrow$ Absorbansi = 0,2749

$$C = \frac{0,2749 - 0,00132}{0,20469} = 1,3365 \text{ ppm}$$
 - d. 50 mg zeolit- $\text{TiO}_2 \rightarrow$ Absorbansi = 0,0410

$$C = \frac{0,0410 - 0,00132}{0,20469} = 0,1938 \text{ ppm}$$
 - e. 75 mg zeolit- $\text{TiO}_2 \rightarrow$ Absorbansi = 0,0197

$$C = \frac{0,0197 - 0,00132}{0,20469} = 0,0897 \text{ ppm}$$
2. Pengaruh variasi konsentrasi NO_3^- terhadap konstanta laju degradasi serta lama penyinaran terhadap degradasi *methylene blue*.
 - a. Konsentrasi NO_3^- 0,5 M
 - 1) Lama penyinaran 25 menit \rightarrow Absorbansi = 0,0206

$$C = \frac{0,0206 - 0,00132}{0,20469} = 0,0941 \text{ ppm}$$
 - 2) Lama penyinaran 50 menit \rightarrow Absorbansi = 0,0214

$$C = \frac{0,0214 - 0,00132}{0,20469} = 0,098 \text{ ppm}$$
 - 3) Lama penyinaran 75 menit \rightarrow Absorbansi = 0,0360

$$C = \frac{0,0360 - 0,00132}{0,20469} = 0,169 \text{ ppm}$$
 - 4) Lama penyinaran 100 menit \rightarrow Absorbansi = 0,0019

$$C = \frac{0,0019 - 0,00132}{0,20469} = 0,002 \text{ ppm}$$
 - b. Konsentrasi NO_3^- 1,0 M
 - 1) Lama penyinaran 25 menit \rightarrow Absorbansi = 0,0146

$$C = \frac{0,0146 - 0,00132}{0,20469} = 0,064 \text{ ppm}$$
 - 2) Lama penyinaran 50 menit \rightarrow Absorbansi = 0,0118

$$C = \frac{0,0118 - 0,00132}{0,20469} = 0,0511 \text{ ppm}$$

- 3) Lama penyinaran 75 menit → Absorbansi = 0,0389

$$C = \frac{0,0389 - 0,00132}{0,20469} = 0,1835 \text{ ppm}$$
- 4) Lama penyinaran 100 menit → Absorbansi = 0,0183

$$C = \frac{0,0183 - 0,00132}{0,20469} = 0,0829 \text{ ppm}$$
- c. Konsentrasi NO_3^- 1,5 M
- 1) Lama penyinaran 25 menit → Absorbansi = 0,0256

$$C = \frac{0,0256 - 0,00132}{0,20469} = 0,1186 \text{ ppm}$$
- 2) Lama penyinaran 50 menit → Absorbansi = 0,4750

$$C = \frac{0,4750 - 0,00132}{0,20469} = 2,3141 \text{ ppm}$$
- 3) Lama penyinaran 75 menit → Absorbansi = 0,283

$$C = \frac{0,283 - 0,00132}{0,20469} = 1,3761 \text{ ppm}$$
- 4) Lama penyinaran 100 menit → Absorbansi = 0,0185

$$C = \frac{0,0183 - 0,00132}{0,20469} = 0,0829 \text{ ppm}$$
- d. Konsentrasi NO_3^- 2,0 M
- 1) Lama penyinaran 25 menit → Absorbansi = 0,0765

$$C = \frac{0,0765 - 0,00132}{0,20469} = 0,3672 \text{ ppm}$$
- 2) Lama penyinaran 50 menit → Absorbansi = 0,0128

$$C = \frac{0,0128 - 0,00132}{0,20469} = 0,0560 \text{ ppm}$$
- 3) Lama penyinaran 75 menit → Absorbansi = 0,0318

$$C = \frac{0,0318 - 0,00132}{0,20469} = 0,1489 \text{ ppm}$$
- 4) Lama penyinaran 100 menit → Absorbansi = 0,0255

$$C = \frac{0,0255 - 0,00132}{0,20469} = 0,1181 \text{ ppm}$$
- e. Konsentrasi C_o → Absorbansi = 2,0827

$$C = \frac{2,0827 + 0,00132}{0,20469} = 10,1684 \text{ ppm}$$
- f. Konsentrasi fotokatalis tanpa nitrat → Absorbansi = 0,5823

$$C = \frac{0,5823 + 0,00132}{0,20469} = 2,8383 \text{ ppm}$$
- g. Konsentrasi dengan penyinaran lampu uv → Absorbansi = 0,6429

$$C = \frac{0,6429 + 0,00132}{0,20469} = 3,1343 \text{ ppm}$$

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

$$\text{Presentase Degradasi (\% D)} = \frac{C_o - C_t}{C_o} \times 100 \% \dots\dots\dots \text{pers 3.4}$$

1. Pengaruh variasi jumlah penambahan TiO₂-zeolit terhadap persen degradasi

- a. 0 mg zeolit-TiO₂
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 3,899}{10,1684} \times 100 \% = 61,65 \%$
- b. 12,5 mg zeolit TiO₂
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 3,8413}{10,1684} \times 100 \% = 62,22 \%$
- c. 25 mg zeolit TiO₂
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 1,3365}{10,1684} \times 100 \% = 86,85 \%$
- d. 75 mg zeolit TiO₂
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,1938}{10,1684} \times 100 \% = 98,09 \%$
- e. 100 mg zeolit TiO₂
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,0897}{10,1684} \times 100 \% = 98,99 \%$

2. Pengaruh variasi konsentrasi NO₃⁻ terhadap konstanta laju degradasi serta lama penyinaran terhadap degradasi *methylen blue*.

- a. Konsentrasi NO₃⁻ 0,5 M
- 1) Lama penyinaran 25 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,0941}{10,1684} \times 100 \% = 98,94 \%$
 - 2) Lama penyinaran 50 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,098}{10,1684} \times 100 \% = 98,91 \%$
 - 3) Lama penyinaran 75 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,169}{10,1684} \times 100 \% = 98,33 \%$
 - 4) Lama penyinaran 100 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,002}{10,1684} \times 100 \% = 99,98 \%$
- b. Konsentrasi NO₃⁻ 1,0 M
- 1) Lama penyinaran 25 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,064}{10,1684} \times 100 \% = 99,37 \%$
 - 2) Lama penyinaran 50 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,0511}{10,1684} \times 100 \% = 99,49 \%$
 - 3) Lama penyinaran 75 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,0829}{10,1684} \times 100 \% = 98,18 \%$
 - 4) Lama penyinaran 100 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 3,899}{10,1684} \times 100 \% = 99,18 \%$
- c. Konsentrasi NO₃⁻ 1,5 M
- 1) Lama penyinaran 25 menit
 $(\% D) = \frac{10,1684 - 0,1186}{10,1684} \times 100 \% = 98,83 \%$
 - 2) Lama penyinaran 50 menit

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 2,3141}{10,1684} \times 100 \% = 77,24 \%$$

3) Lama penyinaran 75 menit

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 1,3761}{10,1684} \times 100 \% = 98,46 \%$$

4) Lama penyinaran 100 menit

$$(\% D) = \frac{10,1813 - 0,0829}{10,1813} \times 100 \% = 99,18 \%$$

d. Konsentrasi NO_3^- 2,0 M

1) Lama penyinaran 25 menit

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 0,3672}{10,1684} \times 100 \% = 96,38\%$$

2) Lama penyinaran 50 menit

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 0,0560}{10,1684} \times 100 \% = 99,44 \%$$

3) Lama penyinaran 75 menit

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 0,1489}{10,1684} \times 100 \% = 98,53 \%$$

4) Lama penyinaran 100 menit

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 0,1181}{10,1684} \times 100 \% = 98,83 \%$$

e. Konsentrasi fotokatalis tanpa nitrat

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 2,8383}{10,1684} \times 100 \% = 72,08 \%$$

f. Konsentrasi dengan penyinaran lampu uv

$$(\% D) = \frac{10,1684 - 3,1343}{10,1684} \times 100 \% = 69,17 \%$$

Lampiran 7. Dokumentasi



Batuan zeolit



pengayakan zeolit 200 mesh



Hasil ayakan



pembuatan NH_4NO_3



Netralisasi



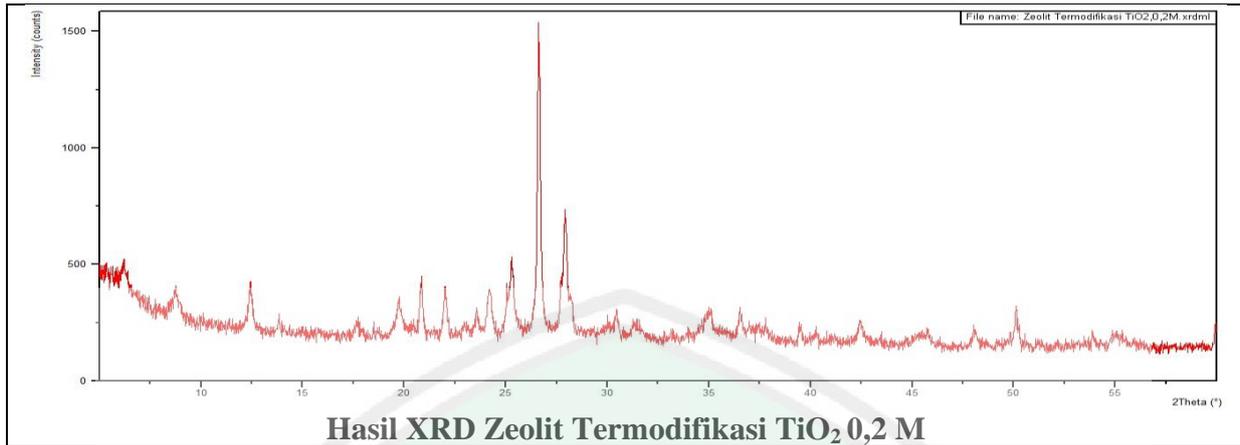
Hasil Aktivasi



Pembuatan TiO_2 0,2 M



Hasil Modifikasi



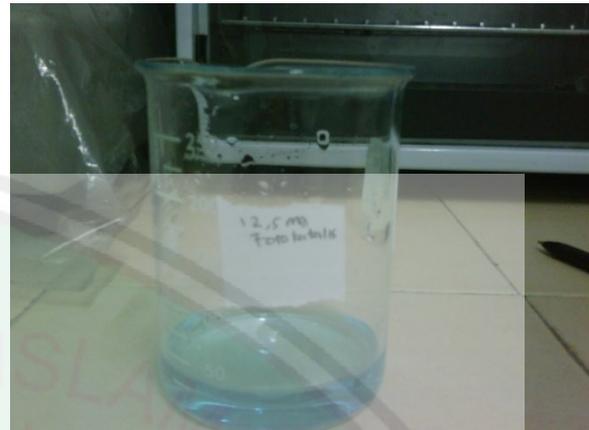
Methylen blue 16 ppm dalam 1000 mL



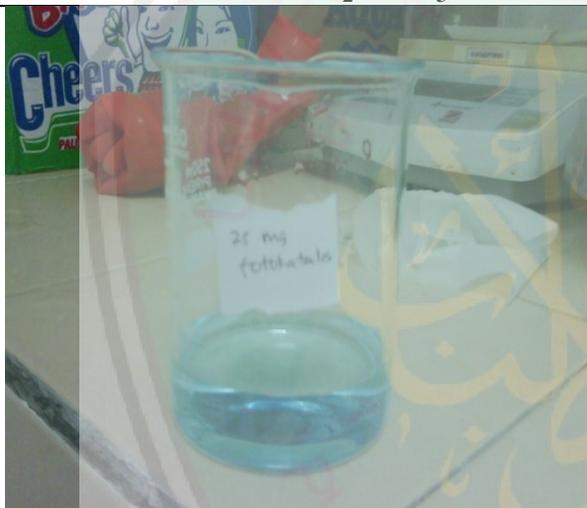
Methylen blue 1-8 ppm dalam 100 mL



Reaktor

ME + Zeo-TiO₂ + NO₃

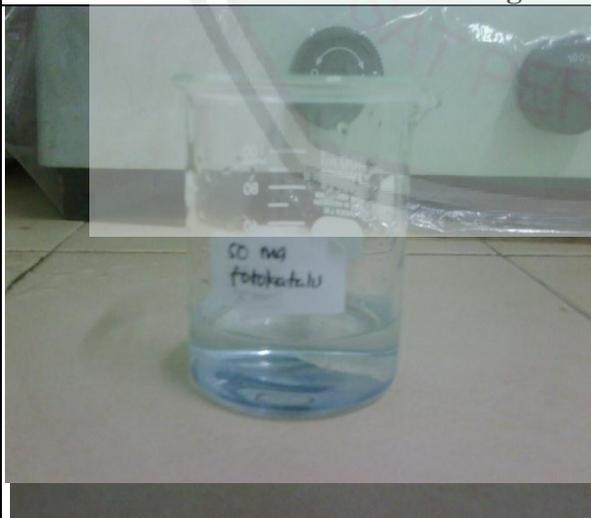
Hasil Penambahan Zeolit 12,5 mg



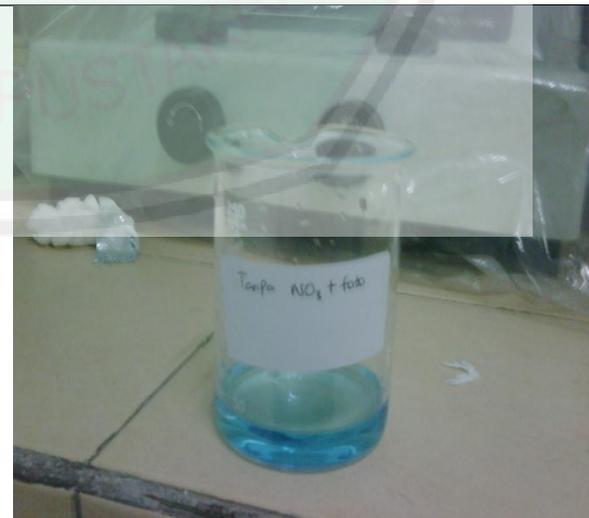
Hasil Penambahan Zeolit 25 mg



Hasil Penambahan Zeolit 50 mg



Hasil Penambahan Zeolit 75 mg

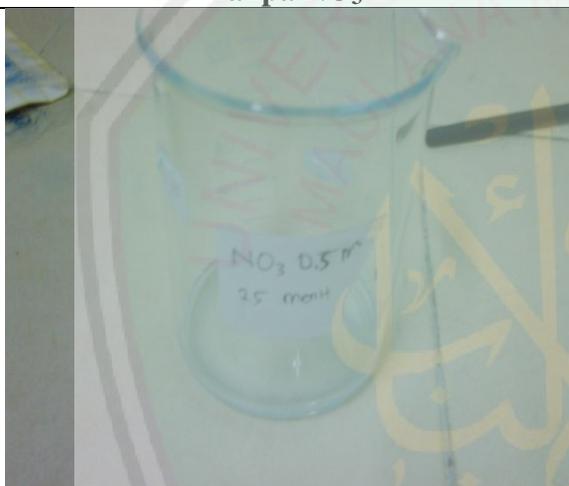
Tanpa Fotokatalis & NO₃⁻



Tanpa NO_3^-



Tanpa Fotokatalis



NO_3^- 0,5 M 25 menit



NO_3^- 0,5 M 50 menit



NO_3^- 0,5 M 75 menit



NO_3^- 0,5 M 100 menit

