



LAPORAN PENELITIAN
DIPA UNIVERISTAS AIRLANGGA
TAHUN 2005

**PENGARUH ION LOGAM KROMINIUM (VI) DAN
ION LOGAM TIMBAL (II) TERHADAP DEGRADASI
FOTOKATALITIK LIMBAH PENTAKLOROFENOL
DENGAN SUSPENSI TiO_2**

Oleh:

**Drs. Hamami, M.Si.
Drs. Yusuf Syah, MS.**

**LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

Dibiayai oleh Dana DIPA Universitas Airlangga Tahun 2005,
Surat Keputusan Rektor Universitas Airlangga
Nomor 5633/J03/PP/2005
Tanggal 28 Juli 2005
Nomor Urut : 38

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

November, 2005



DEPARTEMEN PENDIDIKAN NASIONAL
 UNIVERSITAS AIRLANGGA
 LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT
 Kampus C Unair Jl. Mulyorejo Surabaya 60115 Telp (031) 5995246 5995248 5995247 Fax
 (031) 5962066
 E-mail: ppm@unair.ac.id - <http://ppm.unair.ac.id>

IDENTITAS DAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN

1. Judul penelitian	: Pengaruh ion logam Cr (VI) dan ion Pb (II) terhadap degradasi Fotokatalitik limbah pentaklorofenol dengan susoensi TiO ₂
a. Macam Penelitian	<input type="checkbox"/> Fundamental <input type="checkbox"/> Terapan <input type="checkbox"/> Pengembangan
b. Kategori Penelitian	<input type="checkbox"/> I <input type="checkbox"/> II <input type="checkbox"/> III
2. Kepala Proyek Penelitian	
a. Nama lengkap dan gelar	: Drs. Hamami MSi
b. Jenis Kelamin	: Laki-laki
c. Pangkat/Golongan/NIP	: Penata / IIIc / 131932686
d. Jabatan	: Lektor
e. Fakultas / Jurusan	: MIPA / Kimia
f. Univ/Ins/Akademi	: Universitas Airlangga
g. Bidang ilmu yang diteliti	:
3. Jumlah Tim Penelitian	: 1
4. Lokasi Penelitian	: Lab. Kimia Jurusan Kimia – FMIPA Unair
5. Kerjasama dengan instansi lain	
a. Nama Instansi	: -
b. Alamat	: -
6. Jangka Waktu Penelitian	: 4 (empat) bulan
7. Biaya yang diperlukan	: Rp. 3.000.000,- (tiga juta rupiah)
8. Seminar Hasil Penelitian	
a. Dilaksanakan Tanggal	: <input type="checkbox"/> Baik Sekali <input checked="" type="checkbox"/> Baik
b. Hasil Penelitian	: <input type="checkbox"/> Sedang <input type="checkbox"/> Kurang

Surabaya, Desember 2005



Mengetahui /mengesahkan
 a.n. Rektor
 Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat
 Universitas Airlangga

Prof. Dr. H. Sarmanu, M.S.
 NIP. 130 701 125

RINGKASAN

Pengaruh Ion logam Cr (VI) dan ion Pb (II) terhadap degradasi fotokatalitik limbah pentaklorofenol dengan suspensi TiO₂

HAMAMI

**Jurusan Kimia FMIPA Universitas Airlangga , 2005.. halaman
Kampus C Jl. Mulyorejo Surabaya 60115, Telp 031 – 5936501**

Perkembangan industri yang semakin pesat membawa dampak positif dan negatif bagi manusia dan lingkungannya. Salah satu dampak negatif tersebut adalah pencemaran lingkungan oleh limbah industri, baik padat, cair maupun gas. Salah satu limbah cair yang berbahaya bagi lingkungan adalah fenol, yang banyak digunakan dalam industri dan rumah tangga. Berbagai usaha telah dilakukan untuk menanggulangnya antara lain dengan adsorpsi dengan karbon aktif, oksidasi kimiawi, dan melalui proses bioteknologi yang kesemuanya memiliki kekurangan dan keterbatasan. Degradasi fotokatalitik menggunakan suspensi TiO₂ merupakan teknologi alternatif untuk pengolahan limbah cair organik. Penelitian ini melakukan degradasi fotokatalitik dengan menggunakan suspensi TiO₂. Percobaan dilakukan untuk mengetahui pengaruh ion logam kromium (VI) dan timbal (II) terhadap proses degradasi fotokatalitik fenol.

Proses degradasi fenol dilakukan dalam reaktor dengan bejana berukuran 1 liter, dengan konsentrasi katalis 2 g/L dan konsentrasi fenol 20 mg/L. suspensi ini diirradiasi selama 8 jam menggunakan sinar UV dengan daya 20 watt. Proses degradasi terjadi ketika semikonduktor mengadopsi cahaya yang sesuai dengan energi celah pitanya sehingga terjadi pemisahan muatan. Elektron (e⁻) dari pita valensi akan mengalami eksitasi ke pita konduksi meninggalkan lubang positif (h⁺) di pita valensi. Lubang positif (h⁺) dapat bereaksi dengan H₂O yang teradsorpsi secara fisika maupun dengan OH⁻ yang teradsorpsi secara kimia untuk membentuk •OH. •OH merupakan spesies netral yang sangat reaktif menyerang molekul organik dan mendegradasinya menjadi CO₂ dan H₂O.

Hasil pengamatan menunjukkan bahwa ion logam kromium (VI) memberikan pengaruh proses degradasi fotokatalitik sedangkan untuk ion Timbal (II) menampakkan pengaruh terhadap proses degradasi fotokatalitik fenol.

Tanpa adanya kedua ion logam tersebut, degradasi berlangsung lebih baik, selama periode waktu 8 jam penurunan konsentrasi fenol mencapai 79% sedangkan degradasi dengan adanya kedua ion logam tersebut, penurunan konsentrasi fenol sebesar 77%.

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah kami panjatkan ke hadirat Allah Subhanahu wa ta'ala yang telah melimpahkan rahmat dan hidayahNya, sehingga penelitian dan penyusunan laporan ini dapat selesai.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kesempatan fasilitas dan semua bantuan yang diberikan kepada kami, terutama kepada :

1. Pimpinan Universitas Airlangga
2. Pimpinan Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Airlangga.
3. Pimpinan fakultas matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Unair.
4. Pimpinan Jurusan Kimia FMIPA Unair.
5. Kepala Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Unair
6. Rekan-rekan sejawat, laboran dan Analisis di Lab. Kimia serta semua pihak yang tidak dapat disebut satu persatu.

Kami menyadari bahwa laporan ini belum sempurna. Meskipun demikian kami berharap semoga penelitian ini berguna dan bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Surabaya, April 2006

Tim Peneliti

DAFTAR ISI

Lembar identitas dan pengesahan.....	i
Ringkasan dan Abstrak.....	ii
Kata Pengantar.....	iii
Daftar Isi	iv
Daftar Gambar	v
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang Permasalahan	1
1.2. Perumusan Masalah	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Semikonduktor TiO_2	3
2.2. Fotokatalisis	4
2.4. Mekanisme Fotokatalisis	5
2.5. Pentaklorofenol	8
2.6. Kromium	9
2.7. Timbal	9
BAB III TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	
3.1. Tujuan Penelitian.....	11
3.2. Manfaat Penelitian	11
BAB IV METODE PENELITIAN	
4.1. Metode Penelitian.....	12
4.1.1. Tempat dan Waktu Penelitian	12
4.1.2. Bahan dan Alat Penelitian	12
4.1.3. Prosedur Kerja	12
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	
5.1. Karakterisasi Kristal TiO_2	16
5.2. Analisis Degradasi larutan Pentaklorofenol	17
5.3. Degradasi pentaklorofenol yang mengandung Ion Cr (VI)	18
5.4. Degradasi pentaklorofenol yang mengandung Ion Pb (II)	19
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	
6.1. Kesimpulan.....	22
6.2. Saran	22
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Struktur kristal titanium dioksida	3
Gambar 2 Proses Fotoeksitasi di dalam padatan	6
Gambar 3 Struktur kimia pentaklorofenol.....	8
Gambar 4 Hasil Pengukuran difraksi sinar-x.....	16
Gambar 5 Degradasi Pentaklorofenol dengan waktu	17
Gambar 6 Penurunan pH selama degradasi pentaklorofenol	18
Gambar 7 Degradasi Pentaklorofenol adanya ion logam Cr (VI)	18
Gambar 8 Degradasi Pentaklorofenol adanya ion Pb (II).....	19

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Permasalahan

Perkembangan industri selain memberikan dampak positif juga memberi dampak negatif bagi manusia dan lingkungan. Dampak negatif ini disebabkan oleh banyaknya limbah yang terbuang ke lingkungan, terutama limbah yang sulit terdegradasi di dalam seperti senyawa fenolik dan turunannya yaitu pentaklorofenol. Senyawa ini stabil di lingkungan dan sering terakumulasi dalam jaringan tubuh makhluk hidup sehingga menyebabkan kerusakan pada paru-paru, lever dan ginjal. Pada konsentrasi pada kulit dan pada konsentrasi yang tinggi dapat mengakibatkan penyakit akut misalnya penurunannya tekanan darah, demam dan bahkan berakibat pada kematian (D.M. Balton et.al., 1968).

Pentaklorofenol merupakan senyawa fenol terklorinasi terutama digunakan secara luas dalam industri kayu, pengawetan kayu, industri pestisida dan herbisida untuk mengontrol pertumbuhan alga (Gaffman et.al., 1994). Pentaklorofenol kelarutannya dalam air relatif kecil dan sulit terdegradasi.

Berbagai usaha sebenarnya sudah dilakukan untuk mengatasi pencemaran terutama dalam air, seperti : adsorbsi dengan karbon aktif, oksidasi kimiawi dan biodegradasi. Namun cara-cara tersebut dirasa belum memuaskan karena keterbatasan masing-masing metode. Seperti karbon aktif sifatnya hanya menyerap tetapi tidak mendegradasi polutan (Chan dan Ray, 1993). Oksidasi kimiawi tidak dapat memecah semua senyawa organik dan hanya cocok untuk polutan dengan konsentrasi tinggi (Sulaiman, 2001). Sedangkan biodegradasi mikroba harus menggunakan mikroba yang selektif. Metode baru yang sekarang banyak digunakan dalam

penanggulangan pencemaran baik udara maupun air adalah pemanfaatan semikonduktor TiO_2 untuk proses foto katalitik.

Proses ini melibatkan suatu spesi radikal bebas yang reaktif untuk mendegradasi senyawa organik yang ramah lingkungan (Al. Ekabi, et.al., 1993). Proses fotokatalitik memiliki keuntungan yaitu : 1. proses oksidasi polutan hanya dalam beberapa jam; 2. Tidak ada produk polisiklik; 3. Keaktifan katalis tinggi; 4. Oksidasi polutan dalam tingkat ppb.

Senyawa TiO_2 telah banyak digunakan dalam proses degradasi limbah misalnya limbah fenol (Hamami, et.al. 2005), degradasi limbah 2,4 dikloroenol (Gunlazuardi, 2001), degradasi senyawa turunan estrogen (Mitamura, 2004). Namun penelitian-penelitian ini belum mempertimbangkan kondisi riil atau sebenarnya di lapangan. Karena selain limbah organik biasanya juga terkandung juga limbah-limbah lain seperti ion-ion logam berat. Keberadaan ion-ion logam dalam campuran limbah organik tentunya akan mempengaruhi degradasi limbah organiknya. Karena elektron yang dihasilkan proses fotokatalisis selain berinteraksi dengan O_2 dan menghasilkan $\bullet\text{OH}$, tentunya juga akan mereduksi ion-ion logam yang ada.

Berdasarkan uraian diatas masalah tersebut maka dalam penelitian yang diusulkan ini melihat pengaruh ion logam kromium (VI) dan timbal (II) menggunakan katalis suspensi TiO_2 .

1.2 Rumusan Masalah

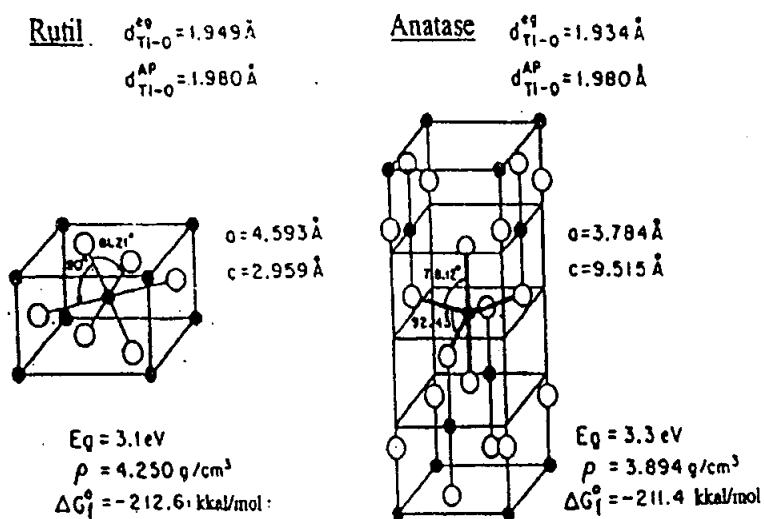
Berdasarkan latar belakang diatas, maka masalah yang dapat dikemukakan adalah apakah ion-ion logam kromium (VI) dan timbal (II) dapat mempengaruhi degradasi limbah pentaklorofenol.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Semikonduktor TiO₂

Struktur kristal TiO₂ rutil dan anatase dapat digambarkan dalam rantai oktahedron TiO₆ (Gb. 1) (Linsebbigler, et. al., 1995). Tiap-tiap ion Ti⁴⁺ dikelilingi oleh 6 ion O²⁻ membentuk struktur oktahedron.



Gambar 1. Struktur kristal titanium dioksida.

Struktur oktahedron pada tipe rutil tidak teratur dan memperlihatkan sedikit distorsi ortorombik. Jarak Ti-Ti pada struktur anatase (3,79 Å dan 3,04 Å) lebih besar dibandingkan dengan struktur rutil (3,57 Å dan 7,96 Å), sedangkan jarak Ti-O pada struktur anatase (1,934 Å dan 1,980 Å) lebih pendek dibandingkan dengan struktur rutil (1,949 Å dan 1,980 Å). Pada struktur rutil, tiap oktahedron berinteraksi dengan 10 oktahedron, sedangkan struktur anatase masing-masing oktahedron berinteraksi dengan 8 oktahedron. Perbedaan karakteristik di atas mengakibatkan densitas

massa dan struktur pita elektron antara struktur rutil dan anatase berbeda ($3,9 \text{ g/cm}^3$ untuk anatase dan $4,2 \text{ g/cm}^3$ untuk rutil).

Perbedaan lain yang ditimbulkan oleh perbedaan struktur ini adalah perbedaan tingkat energi struktur pita elektroniknya. Tingkat energi hasil hibridisasi dari kulit 3p atom Ti merupakan pita konduksi, sedangkan tingkat energi hasil hibridisasi dari kulit 2p atom O bertindak sebagai pita valensi, dan besarnya energi celah antara kedua struktur tersebut (E_g) untuk rutil = 3,0 eV dan anatase = 3,2 eV. Iluminasi TiO_2 dalam air dengan sinar UV menghasilkan elektron pada pita konduksi dan lubang positif pada pita valensi.

2.3. Fotokatalisis

Pengertian fotokatalisis terdiri dari fotokimia dan katalisis dimana dalam penerapannya memerlukan cahaya dan katalis untuk melangsungkan transformasi kimia. Transformasi atau reaksi yang diinduksi oleh sinar tersebut terjadi dipermukaan suatu katalis (Sopyan, 1998).

Katalisis diartikan sebagai proses yang dapat meningkatkan laju reaksi secara kinetika dan katalis ini dapat digunakan kembali pada akhir tiap siklus katalisis. Suatu reaksi yang melibatkan cahaya (foton) dan katalis secara bersama-sama disebut reaksi fotokatalisis. Katalis dapat mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan tereksitasi dan atau dengan fotoproduk utamanya, tergantung dengan mekanisme fotoreaksi tersebut (Otmer dan Kirk, 1994).

Menurut Childs dan Ollis (dalam Sulaeman, 2001), fotokatalisis dikelompokkan menjadi dua, berdasarkan tempat terjadinya eksitasi, yaitu.

1. Fotoreaksi yang terkatalisis, fotoeksitasi mula-mula terjadi dalam molekul yang teradsorpsi kemudian berinteraksi dengan keadaan dasar (*ground state*) yang

berasal dari bahan katalis. Peristiwa ini disebut sebagai fotoreaksi yang terkatalisis (*catalized photoreaction*).

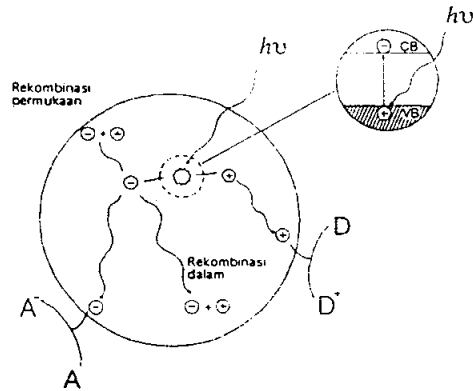
2. Fotoreaksi yang tersensitisasi,

Fotoeksitasi mula-mula terjadi dalam bahan katalis yang terfotoeksitasi, sehingga terjadi transfer elektron atau energi ke keadaan dasar molekul. Peristiwa ini disebut sebagai fotoreaksi yang tersensitisasi (*sensitized photoreaction*).

Berdasarkan fasenya fotokatalisis digolongkan menjadi dua, yaitu fotokatalisis homogen dan fotokatalisis heterogen. Fotokatalisis homogen adalah proses fotokatalisis atau fase antara substrat dengan katalis. Umumnya katalis berupa suatu oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida. Sedangkan fotokatalisis dua fase yang dilakukan dengan bantuan semikonduktor sebagai katalisis disebut fotokatalisis heterogen. Dalam proses ini digunakan semikonduktor, contohnya titanium dioksida (TiO_2), seng oksida (ZnO), dan kadmuim sulfida (CdS) (Otmer, 1994).

2.4. Mekanisme Fotokatalisis Semikonduktor TiO_2

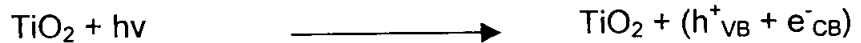
Jika semikonduktor TiO_2 disinari dengan sinar UV maka akan terbentuk lubang positif pada pita valensi dan elektron pada pita konduksi. Kedua pembawa muatan tersebut pergi dengan cepat menuju permukaan katalis (beberapa pikosekon untuk e^-_{CB} dan beberapa nanosekon untuk h^+_{VB}), berdasarkan pengukuran fotolisis sinar laser (Martin, et. Al., 1994). Penyerapan energi cahaya yang lebih besar atau sama dengan energi celah dari suatu semikonduktor dapat menyebabkan eksitasi elektron dari pita valensi (vb) ke pita konduksi (cb) meninggalkan lubang positif (*hole*) di pita valensi.



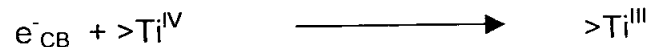
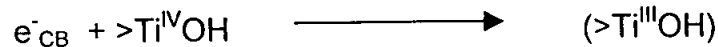
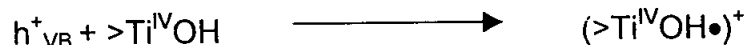
Gambar 2. Proses Fotoksisitasi dan deeksitasi di dalam padatan

Karakteristik waktu pada langkah mekanisme fotokatalisis adalah sebagai berikut.

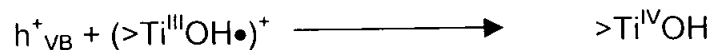
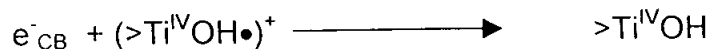
1. Pembentukan pasangan pembawa muatan (e^- dan h^+) oleh foton



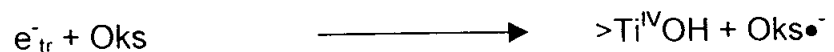
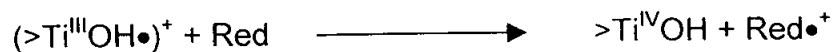
2. Penangkapan pembawa muatan.



3. Rekombinasi pembawa muatan.



4. Inisiasi reaksi oksidasi oleh lubang positif pada pita valensi dan inisiasi reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi.

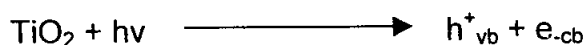


5. Reaksi fotokatalisis lebih lanjut yang menghasilkan produk mineral

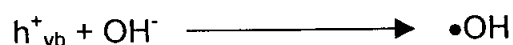
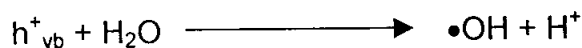
Keterangan :

$>\text{TiOH}$	= permukaan terhidrasi pada TiO_2
e^-_{CB}	= elektron pada pita konduksi
e^-_{tr}	= elektron pada pita konduksi yang terperangkap.
h^+_{VB}	= lubang positif pada pita valensi
$(>\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH}\bullet)^+$	= lubang positif pada pita valensi yang terperangkap di permukaan.
$(>\text{Ti}^{\text{III}}\text{OH}\bullet)^+$	= elektron pita konduksi yang terperangkap di permukaan
Red	= donor elektron (reduktan)
Oks	= ekseptor elektron oksidan

Aktivitas efek fotkatalis terjadi ketika TiO_2 dalam air menyerap foton dengan energi yang sesuai atau dengan panjang gelombang dalam kisaran panjang gelombang ultra violet. Foton dengan panjang gelombang kurang dari 400 nm tersebut menyebabkan terjadinya proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dengan meninggalkan lubang positif (Al Ekabi, et, al., 1993).



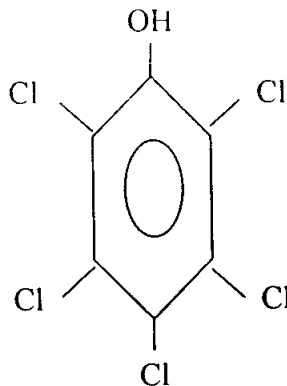
Dipermukaan, lubang positif (h^+) dapat bereaksi baik dengan H_2O yang teradsorpsi secara fisika maupun gugus OH^- yang teradsorpsi secara kimia membentuk $\bullet\text{OH}$.



Setelah tereksitasi ke pita konduksi e^- bereaksi dengan O_2 membentuk $\text{O}_2\bullet$ dan terdisproporsionasi menjadi $\bullet\text{OH}$. $\bullet\text{OH}$ aktif menyerang molekul organik dan mendegradasi menjadi CO_2 dan H_2O .

2.5. Pentaklorofenol

penataklorofenol adalah senyawa aromatik dengan rumus molekul C_6HCl_5O dengan 5 klorida terikat pada cincin benzena di samping hidroksil. Senyawa ini berbentuk kristal jarum, mempunyai titik leleh $190-191^\circ C$, titik didih $309-310^\circ C$ dan berbau tajam saat dipanaskan (D.M. Bolton et.Al., 1986).



Gambar 3. Struktur kimia pentaklorofenol

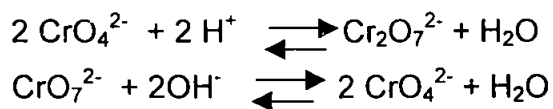
Pentaklorofenol bersifat racun pada pernapasan dan mengakibatkan dermatitis pada kulit senyawa ini lebih toksik dibandingkan pelarut anorganik. Pentaklorofenol hampir tidak larut dalam air (8 mg dalam 100 ml air) tetapi larut dalam pelarut organik seperti benzena, alkohol, dan sedikit larut dalam petroleum eter dingin (D.M. Bolton et.al, 1986).

Limbah pentaklorofenol dihasilkan dari berbagai industri antara lain industri kayu, pengawetan kayu, industri lem, pestisida dan sebagainya. Dalam larutan homogen, fotokatalisis pentaklorofenol menghasilkan produk beracun seperti tetraklorodioxin. Tetapi dengan adanya suspensi TiO_2 yang telah disinari oleh UV maka bentuk intermediet dioxin dapat dihilangkan (Mills, et.al., 1993).

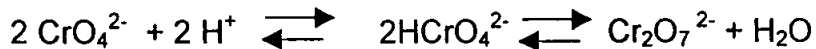
2.6 Kromium (Cr)

Kromium sebagai ion bervalensi enam bersifat karsinogenik pada saluran pernafasan. Konsentrasi unsur ini dalam air minum yang melebihi kadar maksimal yang ditetapkan, dapat menyebabkan kanker kulit dan alat-alat pernafasan (Suciastuti E dan Sutrisno, 1987).

Dalam larutan air, kromium membentuk tiga jenis ion yaitu : kation kromium (II). Kation kromium (III) dan anion kromat dan dikromat dengan kromium bervalensi + 6 (Vogel, 1985). Senyawa kromat merupakan zat padat berwarna, yang menghasilkan larutan kuning bila terdapat dalam air. Pada penambahan asam, kromat berubah menjadi dikromat ditandai dengan terbentuknya warna jingga. Bila dikromat berada pada kondisi basa akan diubah kembali menjadi kromat yang berwarna kuning. Reaksi yang terjadi.



Reaksi tersebut dapat dituliskan sebagai berikut :



Salah satu analisis kuantitatif ion kromium adalah dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Pengolahan kromium (VI) berbeda dengan logam-logam lainnya, dimana kromium (VI) diubah menjadi bentuk kromium (III) diperoleh dalam bentuk larutan. Sedangkan pH. 5, kromium (III) mengalami dan presipitasi sebagai oksida kromium berbentuk bubuk (*sludge*)

3. Timbal (Pb)

Timbal atau dalam keseharian lebih dikenal dengan nama timah hitam, dalam bahasa ilmiahnya dinamakan plumbum, dan logam ini disimbolkan dengan Pb. Merupakan logam lunak berwarna abu-abu kebiruan. Pada tabel periodik unsur kimia terdapat pada golongan IV-A dengan nomor atom 82 dan nomor massa 207,2. timbal mempunyai

titik lebur $327,5^{\circ}$ C titik didik 1725° C dan kerapatan 11,48, gram/ml (pada suhu kamar). Timbal terdistribusi luas di dalam kerak bumi, atmosfer dan hidrosfer. (Vogel, 1979).

Logam Pb sangat populer dan banyak dikenal oleh orang awam. Hal tersebut disebabkan oleh banyaknya timah hitam yang digunakan pabrik dan paling banyak menimbulkan keracunan pada makhluk hidup.

Toksisitas Pb terhadap organisme akuatik telah diketahui. Menurut teori "*Coagulation Film Anuxia*", toksisitas terhadap organisme dapat diketahui sebagai berikut, bila ikan ditempatkan di dalam air yang terkontaminasi Pb, maka akan terbentuk suatu film pada lendir yang terkoagulasi di dalam organ tubuh ikan sebelah dalam, terutama pada bagian dalam insang. Terbentuknya materi Pb tidak larut yang berbatasan dengan fungsi insang, akan menyebabkan terjadinya kerusakan respirasi yang fatal bahkan kematian. (Darmono, 1995).

BAB III

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

Mengetahui pengaruh ion-ion logam krom (VI) dan Timbal (II) terhadap degradasi fotokatalitik pentaklorofenol dengan katalis suspensi TiO₂.

3.2. Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh ion-ion logam krom (VI) dan kobalt (II) pada proses degradasi fotokatalitik pentaklorofenol dengan katalis suspensi TiO₂.

BAB IV METODE PENELITIAN

4.1. Metode Penelitian

4.1.1 Tempat dan waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium kimia anorganik FMIPA Unair selama 6 bulan.

4.1.2. Bahan dan alat penelitian

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pentaklorofenol, kristal TiO_2 , NH_4Cl , NaOH , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ HNO_3 dan Aquadem. Semua bahan berkualitas proanalisis.

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas di laboratorium, neraca analisis, UV – Vis, XRD.

4.1.3. Prosedur Kerja

4.1.3.1. Pembuatan Larutan Standar Pentaklorofenol

Diambil larutan induk 1000 ppm sebanyak 0,50; 1,00; 2,00 dan 2,50 ml kemudian diencerkan dengan akuadem hingga volume 100 ml sehingga diperoleh larutan standar pentaklorofenol dengan konsentrasi 5,10, 15, 20 dan 25 ppm.

4.1.3.2 Pembuatan Larutan Kontrol Pentaklorofenol

Diambil 10,0 ml larutan induk pentaklorofenol 1000 ppm kemudian diencerkan hingga volume 500 ml dengan akuades, sehingga diperoleh larutan sampel pentaklorofenol dengan konsentrasi 20 ppm.

4.1.3.3 Pembuatan Suspensi Induk TiO_2

Suspensi TiO_2 dibuat dengan konsentrasi 2 g/L dengan cara melarutkan serbuk TiO_2 sebanyak 1 gram ke dalam 500 ml akuadem.

4.1.3.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar pentaklorofenol dengan kadar tertentu yang telah dibuat pada bagian 4.1.3.1 diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum.

4.1.3.5. Pembuatan Kurva Baku

Larutan standar pentaklorofenol yang dibuat pada bagian 4.1.3.1. diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum, lalu dibuat persamaan kurva standar larutan pentaklorofenol.

4.1. 3.6 Degradasi Larutan Kontrol Pentaklorofenol

Diambil 10 ml larutan induk pentaklorofenol 1.000 ppm kemudian diencerkan hingga volume 500 ml dengan akuadem, sehingga diperoleh larutan kontrol pentaklorofenol dengan konsentrasi 20 ppm. Larutan kontrol ditambah dengan TiO_2 sebanyak 2 gram kemudian didegradasikan selama 8 jam. Sebelum dilakukan irradiasi, larutan kontrol yang telah diberi TiO_2 ditimbang terlebih dahulu selama 15 menit. setelah itu dilakukan irradiasi.

4.1.3.7 Pengukuran Absorbansi Kontrol Pentaklorofenol

Larutan kontrol pentaklorofenol yang telah irradiasi, $\frac{1}{2}$ jam diambil 5,0 ml. Konsentrasi fenol yang tersisa pada setiap $\frac{1}{2}$ jam irradiasi ditentukan dengan mengukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Absorbansi yang terukur kemudian dimasukkan ke dalam persamaan kurva standar larutan pentaklorofenol untuk mengetahui pentaklorofenol yang tersisa.

4.13.8 Degradasi Pentaklorofenol Yang Mengandung Ion Logam Kromium (VI)

Degradasi pentaklorofenol pada konsentrasi 20 ppm dan Ion logam kromium (VI) dibuat dengan konsentrasi ion logam 0,025, 0,050, dan 0,100 mmol/L dan perbandingan volume 1:1 larutan ion logam kromium (VI) dicampurkan dengan larutan pentaklorofenol kemudian diiradiasi menggunakan sinar UV selama 8 jam. Kadar suspensi TiO_2 yang digunakan adalah 2 g/L. sebelum dilakukan irradiasi, campuran pentaklorofenol dan ion logam kromium (VI) ditimbangkan terlebih dahulu selama 15 menit, setelah itu dilakukan irradiasi pada kondisi pH 2 dengan penambahan HNO_3 .

4.1.3.9 Pengukuran Absorbansi Campuran Pentaklorofenol Dan Kromium (VI)

Campuran pentaklorofenol dan kromium (VI) yang telah diiradasi, setiap $\frac{1}{2}$ jam diambil 5,0 ml, konsentrasi campuran pentaklorofenol dan kromium (VI) yang tersisa pada setiap jam irradiasi ditentukan dengan mengukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Absorbansi yang terukur kemudian dimasukkan dalam kurva baku standar larutan pentaklorofenol untuk mengetahui konsentrasi pentaklorofenol yang tersisa.

4.1.3.10. Degradasi Pentaklorofenol Yang Mengandung Ion Logam Berat Timbal (II)

Degradasi pentaklorofenol pada konsentrasi 20 ppm dan ion kobalt (II) dibuat dengan konsentrasi ion logam 0,025, 0,05 dan 0,10 mmol/L dan perbandingan volume 1:1. Larutan ion logam kobalt (II) dicampurkan dengan larutan pentaklorofenol kemudian diiradiasi menggunakan sinar UV selama 8 jam.

Kadar suspensi TiO_2 yang digunakan adalah 2 g/L. sebelum dilakukan iradasi, campuran fenol dan ion logam kobalt (II) disetimbangkan terlebih dahulu selama 15 menit, setelah itu dilakukan irradasi.

4.1.3.11. Pengukuran Absorbansi Campuran Pentaklorofenol Dan Timbal (II)

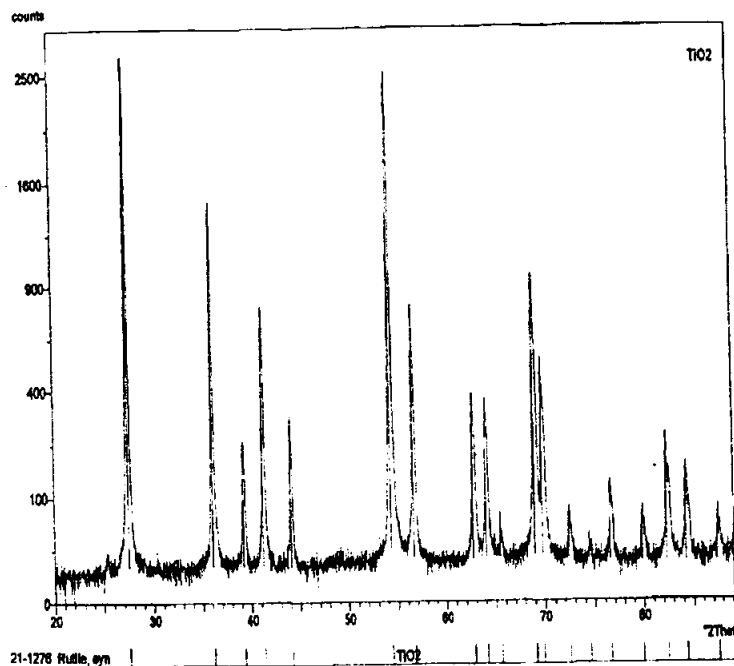
Campuran penaklorofenol dan timbal (II) yang telah diiradiasi, setiap $\frac{1}{2}$ jam diambil 5,0 ml. Konsentrasi campuran pentaklorofenol dan timbal (II) yang tersisa pada setiap $\frac{1}{2}$ jam irradasi ditentukan dengan mengukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1. Karakterisasi Kristal TiO₂

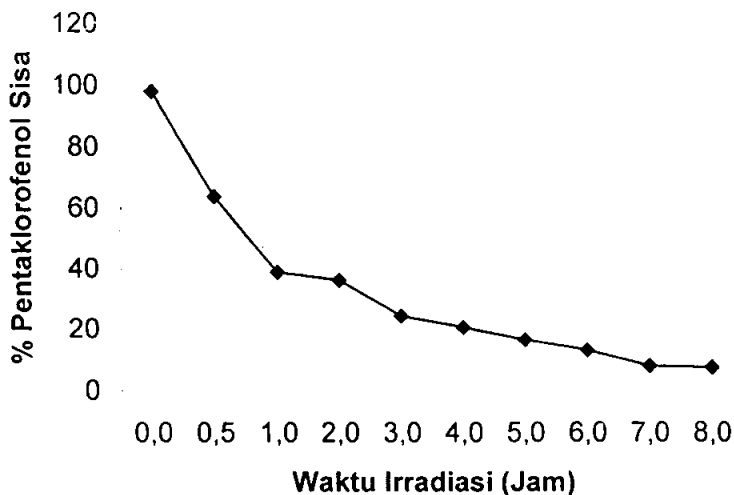
Untuk mengamati jenis kristal TiO₂ yang digunakan pada penelitian ini digunakan metode difraksi sinar-x. dari hasil pengamatan menunjukkan bahwa pada $2\theta = 27,49159$ menunjukkan puncak yang paling tajam dengan nilai $d = 3,24172$. Dengan membandingkan tabel interpretasi TiO₂ diketahui bahwa jenis TiO₂ yang digunakan adalah memiliki struktur rutil. TiO₂ dikenal dalam tiga bentuk kristal yaitu : rutil, anatase dan brookit. Bentuk rutil dan anatase selama ini dikenal aktifitasnya sebagai fotokatalitik.



Gambar 4. Hasil pengukuran difraksi sinar - X

5.2. Analisis Degradasi Larutan Pentaklorofenol

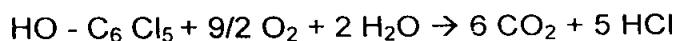
Degradasi fotokatalisis pentaklorofenol dilakukan dengan irradiasi menggunakan sinar UV (20 watt) selama 8 jam. Pentaklorofenol kontrol dari hasil degradasi dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis, pada panjang gelombang 220 nm, 250 nm, 270 nm dan 320 nm jika dilihat nilai absorbansinya pentaklorofenol pada 220 nm (gambar 5) terlihat penurunan kadar pentaklorofenol yang cukup cepat.



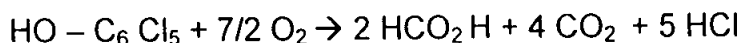
Gambar 5 Degradasi Pentaklorofenol Vs waktu

Pada jam pertama terlihat kemampuan degradasi pentaklorofenol cukup tinggi. Hal ini disebabkan kemampuan katalis memproduksi $\bullet\text{OH}$ cukup besar. Selanjutnya mulai jam ke-2 penurunan konsentrasi pentaklorofenol relatif tidak tajam.

Variasi PH tidak dilakukan, namun PH sebelum dan sesudah degradasi pentaklorofenol diikuti. Hal ini untuk melihat dan memprediksi hasil degradasi. Karena pentaklorofenol yang terdegradasi kemungkinan membentuk intermediet lain yang diduga sangat banyak. Galvez dan Rodriquez menuliskan persamaan reaksi degradasi pentaklorofenol.



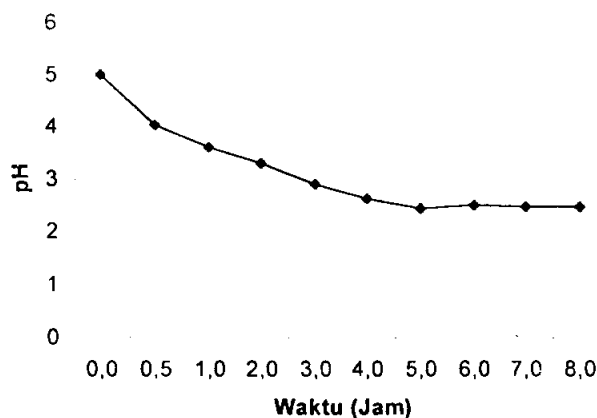
Sedang Hoffman menuliskan



Hoffman memprediksi adanya intermediet oksalat. Sedangkan Alexander menuliskan



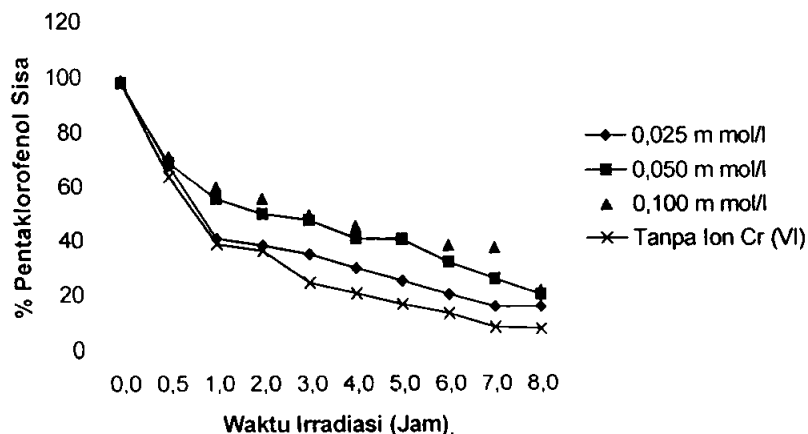
Alexander mengamati adanya oksalat pada intermedietnya. Namun dari ketiga reaksi diatas terlihat jelas adanya komponen asam yang meningkat pada degradasi pentaklorofenol. Dan hasil pengamatan pengukuran pH juga terlihat adanya penurunan PH selama proses degradasi.



Gambar 6 penurunan pH selama degradasi pentaklorofenol

5.3. Degradasi pentaklorofenol yang mengandung ion logam krom (VI)

Degradasi pentaklorofenol dilakukan pada PH \pm 2, karena pada kondisi tersebut ion krom (VI) stabil, sehingga proses reduksi yang terjadi karena elektron pada pita konduksi murni reduksi ion krom (VI) menjadi krom (III). Hasil yang diperoleh dapat dilihat dalam gambar.

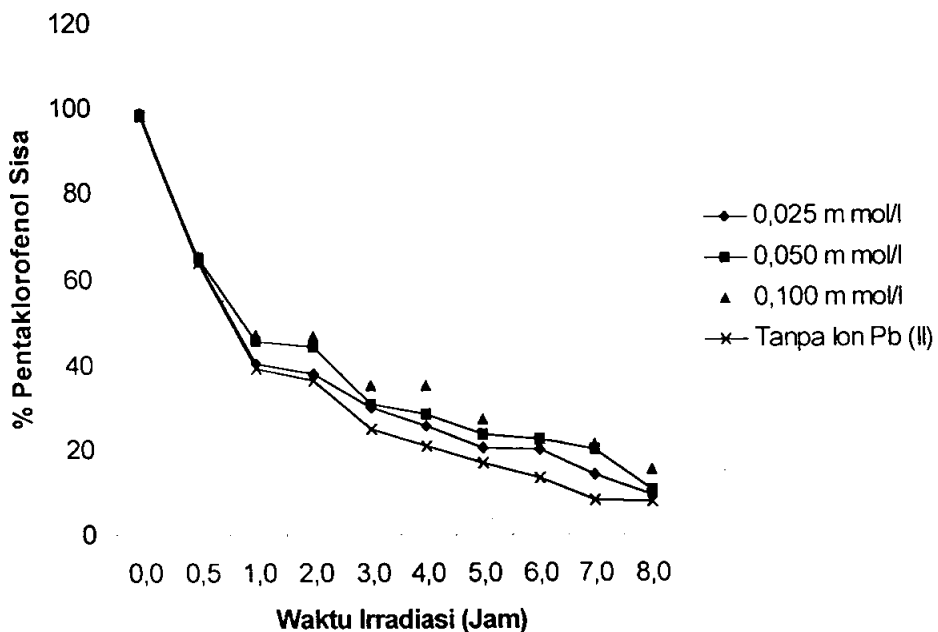


Gambar 7. Degradasi pentaklorofenol adanya ion logam Cr (VI)

Dari gambar terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi Cr (VI) dengan periode yang sama, jumlah pentaklorofenol yang terdegradasi semakin kecil, maka dapat dikatakan, dengan adanya ion Cr (VI) dapat menghambat proses fotokatalitik. Terjadinya penghambatan ini dimungkinkan karena adanya beberapa hal. Pertama adanya proses adsorpsi Cr (VI) pada permukaan katalis yang menyebabkan aktivitasnya menurun. Sedangkan kemungkinan kedua adanya proses reduksi pada Cr (VI) menjadi Cr (III) dengan adanya elektron pada pita konduksi. Sehingga proses degradasi pentaklorofenol menjadi tidak optimal. Dengan demikian keberadaan ion Cr (VI) menyebabkan radikal hidroksil yang terbentuk akan berkurang.

5.4. Degradasi pentaklorofenol yang mengandung ion logam timbal (II)

Pengaruh ion logam timbal (II) terhadap degradasi pentaklorofenol ditampilkan pada gambar.



Gambar 8. Degradasi Pentaklorofenol adanya ion Logam Pb (II)

Terlihat dari gambar tersebut bahwa semakin meningkat konsentrasi ion timbal (II) pada periode waktu yang sama, jumlah pentaklorofenol yang terdegradasi ternyata semakin kecil. Sama halnya dengan keberadaan ion Cr (VI), keberadaan ion timbal (II) juga ikut menghambat proses degradasi pentaklorofenol.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

Penelitian ini menghasilkan kesimpulan Keberadaan ion Cr (VI) dan Pb (II) menghambat degradasi pentaklorofenol dengan katalis suspensi TiO₂.

6.2. Saran

Mengamati lebih lanjut; variasi pH, konsentrasi pentaklorofenol, watt lampu untuk memaksimalkan kerja degradasi fotokatalitik suspensi TiO₂.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Elkabi, H., et., 1993, *TiO₂ advanced Photo-Oxidation Technology Effect of Electron Acceptor*, Photoacatalytic Purification and Treatment of water and air, p.321-335
- Bolton, D.M., 1968, *Encyclopedia of Chemical & Drugs*, 8th edition, Merck and Co, Inc, N.J. USA.
- Chen, D& Ray, A.K, 1999, *Photocatalytic Kinetic of Phenol its Derivates Over UV Irradiated TiO₂*, Applied Catalysis B :Enveiromental, Vol. 23, 143-157.
- Fujishima, A & Honda. K. 1972. *Electrochemical Photocatalysis of Water at Semiconductor Electrode*, Nature, Vol. 30, 37-38.
- Gunlazuardi, J.2001, *Fotokatalisis pada permukaan TiO₂, Aspek Fundamental dan Aplikasinya*, Seminar Nasional Kimia Fisika II, Jakarta.
- Hoffman, M.R., et. Al., *Enviromental Applictions of Semiconductor Photocatalysis*, Chemical Review, Vol. 95.
- Hamami, Yusuf Syah, Lusa Eriana, *Degradasi Fotocatalistik Fenol menggunakan Suspensi TiO₂* . *Prosiding Seminar Nasional, Lignosellulosa dan aplikasinya*, 2005.
- Mitamura. K, et. Al., 2004. *Degradation of Estrogen Conjugated Using Thin film TiO₂ asa Photocatalyst*, analytical sciences, Vol. 20.
- Mills, Davies, 1993. *Water Purification by Semi Conductor*, Chemical Society Review p.417-425.
- Ollis, D.F. et.al., 1989. *Photocatalysis : Fundamental and Aplication*, Wiley, New York p.604-637.
- Pelizetti, et.al. 1993 *Treatment of Industrial Waste Water by photcatalytic Oxidation in TiO₂*. Ollis D.F dan Al-Ekabi, Elsevier.
- Ternes T.A., M. Stumpf. J. mueller, K. Haberer, R.D. Wilken. *The Science of the Total Enviroment*. 225 (1999).

LAMPIRAN 1**Degradasi Pentaklorofenol Vs Waktu**

No	Waktu (Jam)	% Pentaklorofenol sisa
1	0	98,01
2	0,5	63,78
3	1,0	38,9
4	2,0	36,25
5	3,0	24,52
6	4,0	20,66
7	5,0	16,56
8	6,0	13,12
9	7,0	8,09
10	8,0	7,55

LAMPIRAN 2**Penurunan pH selama degradasi Pentaklorofenol**

No	Waktu (Jam)	PH
1	0	4,98
2	0,5	4,01
3	1	3,6
4	2	3,3
5	3	2,9
6	4	2,61
7	5	2,44
8	6	2,5
9	7	2,48
10	8	2,46

LAMPIRAN 3

Degradasi Pentaklorofenol Adanya Ion Cr (Vi)

Waktu (Jam)	Pentaklorofenol sisa (%)			
	0,025 m mol/l	0,050 mmol/l	0,100 mmol/l	Tanpa Ion Cr (VI)
0,0	98,50	98,00	99,05	98,01
0,5	68,00	69,07	71,25	63,78
1,0	40,77	55,65	60,02	38,90
2,0	38,27	50,00	55,71	36,25
3,0	35,15	47,75	49,60	24,52
4,0	30,02	40,99	45,45	20,66
5,0	25,26	40,56	40,99	16,56
6,0	20,21	32,11	38,25	13,12
7,0	15,59	25,78	37,36	8,09
8,0	15,50	20,01	21,65	7,55

LAMPIRAN 4

Degradasi Pentaklorofenol adanya Ion Pb (II)

Waktu (Jam)	Pentaklorofenol sisa (%)			
	0,025 m mol/l	0,050 mmol/l	0,100 mmol/l	Tanpa Ion Pb (II)
0,0	99,05	98,56	98,02	98,01
0,5	64,02	65,05	65,55	63,78
1,0	40,21	45,55	47,08	38,90
2,0	38,00	44,15	46,65	36,25
3,0	29,78	30,55	35,17	24,52
4,0	25,56	28,17	35,05	20,66
5,0	20,52	23,34	27,15	16,56
6,0	20,05	22,28	22,35	13,12
7,0	14,15	19,91	20,99	8,09
8,0	9,09	10,56	15,05	7,55