

**DEGRADASI FOTOKATALITIK ZAT WARNA TEKSTIL RHODAMIN B
MENGUNAKAN ZEOLIT TERIMPREGNASI TiO₂**

SKRIPSI



DYAH AYU PUSPITA CHANDRA

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2012**

**DEGRADASI FOTOKATALITIK ZAT WARNA TEKSTIL RHODAMIN B
MENGUNAKAN ZEOLIT TERIMPREGNASI TiO₂**

SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia
Pada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga

Disetujui oleh :

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Yusuf Syah, M.S

NIP 19490502 198403 1 001

Alfa Akustia Widati, S.Si, M.Si

NIK 139 080 770

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Judul : Degradasi Fotokatalitik Zat Warna Tekstil Rhodamin B
Menggunakan Zeolit Terimpregnasi TiO₂
Penyusun : Dyah Ayu Puspita Chandra
NIM : 080810097
Tanggal Ujian : 17 Juli 2012

Disetujui oleh:

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Yusuf Syah, M.S

Alfa Akustia Widati, S.Si, M.Si

NIP 19490502 198403 1 001

NIK 139 080 770

Mengetahui :

Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga

Dr. Alfinda Novi Kristianti, DEA

NIP 19671115 199102 2 001

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan seijin penulis dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah. Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.



KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“Degradasi Fotokatalitik Zat Warna Tekstil Rhodamin B Menggunakan Zeolit Terimpregnasi TiO₂”** dengan tepat waktu. Dalam kesempatan ini, penyusun menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Drs. Yusuf Syah, M.S selaku dosen pembimbing I dan Ibu Alfa Akustia Widati, S.Si, M.Si selaku pembimbing II yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, bimbingan serta arahnya dalam menyusun skripsi ini.
2. Bapak Drs. Handoko Darmokoesoemo, DEA selaku dosen wali yang selalu senantiasa membimbing dan memberikan masukan selama penyusun menempuh kuliah.
3. Ibu Dr. Alfinda Novi Kristianti, DEA selaku kepala Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
4. Kedua orang tua yaitu ibunda tercinta Erna Sosianti dan ayahanda Putut Prabowo yang selalu mendoakan dan mendukung selama penyusun menempuh pendidikan. Serta Eyang putri Soeliah yang senantiasa mengomeli penyusun agar penyusun menjadi lebih baik lagi.
5. Kakak Puspa Ayu Wulandari yang selalu memberikan dukungan baik moral

maupun material, dan kedua adik penyusun, Tari dan Tiwi.

6. Kucing tersayang Pablo yang selalu setia menemani penyusun mengerjakan naskah skripsi pada waktu subuh.
7. Teman-teman ‘Genk Pulsa’ yaitu Imroatul Mufidah, Aisyah Putri Azhar, Any Shofiyah, dan Nia Tussholiha yang selalu jadi sandaran dan teman curhat selama penyusun menepuh studi hingga selesai.
8. Teman-teman di laboratorium penelitian yaitu Ayu, Wewe, Inge, Ike, Anggi, Yp, dan masih banyak lagi yang telah banyak membantu penyusun selama masa penelitian.
9. Analis dan penjaga laboratorium Kimia Analitik, mas Rhohadi dan Pak Gimani, yang selalu memberikan bantuan kepada penyusun.
10. Semua pihak yang telah membantu dalam penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penyusun mengharapkan saran dan kritik demi kesempurnaan penulisan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi semua pihak. Amin.

Surabaya, Juli 2012

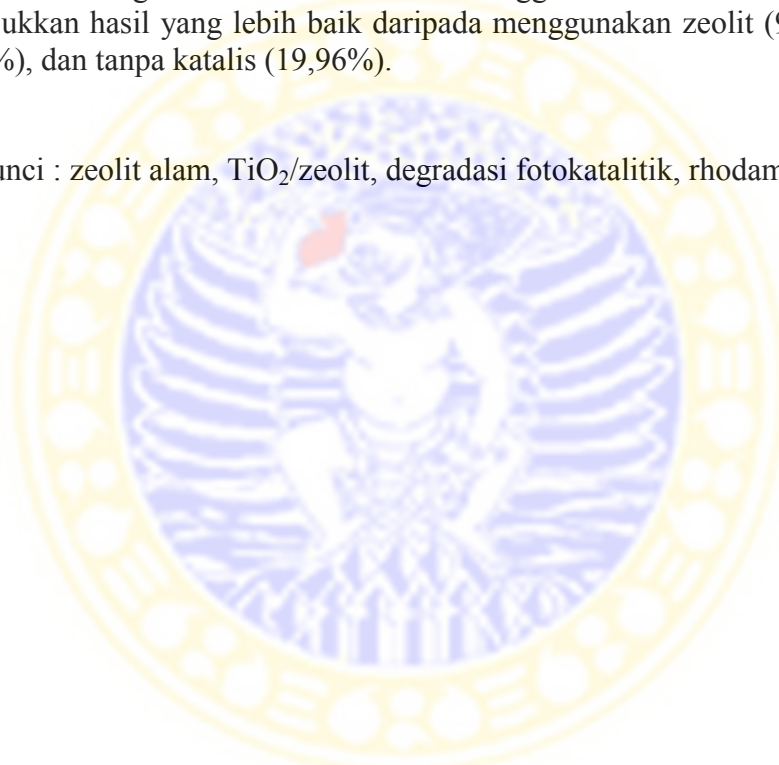
Penyusun

Dyah Ayu Puspita C.

ABSTRAK

Penelitian tentang degradasi fotokatalitik zat warna rhodamin B menggunakan katalis TiO_2 terimpregnasi zeolit alam ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) telah dilakukan. Katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dibuat dari campuran zeolit asal Turen Malang dan TiO_2 . Karakterisasi hasil pembuatan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dilakukan menggunakan difraksi sinar-X dan spektrofotometer IR untuk menentukan struktur kristal dan gugus-gugus fungsi yang menyusun senyawa tersebut. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ berhasil terbentuk. Kondisi optimum degradasi zat warna rhodamin B secara fotokatalitik adalah pada pH 4 dan waktu degradasi selama 120 menit. Degradasi rhodamin B menggunakan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ (95,55%) menunjukkan hasil yang lebih baik daripada menggunakan zeolit (90,69%), TiO_2 (45,10%), dan tanpa katalis (19,96%).

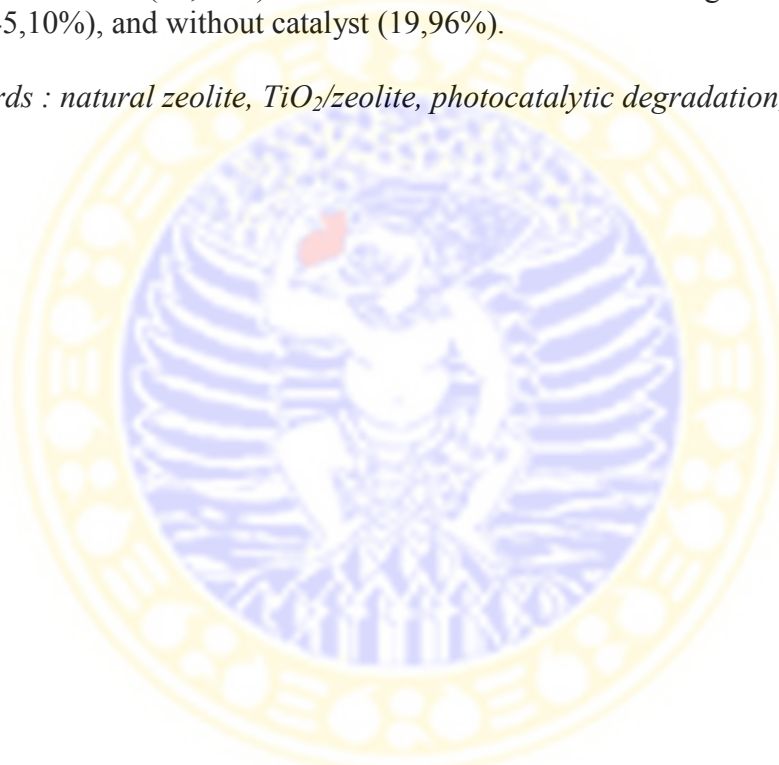
Kata kunci : zeolit alam, $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$, degradasi fotokatalitik, rhodamin B



ABSTRACT

Research on photocatalytic degradation of rhodamine B dyes using natural zeolite impregnated TiO_2 catalyst ($\text{TiO}_2/\text{zeolite}$) has been performed. $\text{TiO}_2/\text{zeolite}$ catalyst was made from the mixed of zeolite which comes from Turen Malang and TiO_2 . Characterization of the manufacture of $\text{TiO}_2/\text{zeolite}$ performed using X-ray diffraction and IR spectrophotometer. The characterization results showed that the catalyst $\text{TiO}_2/\text{zeolite}$ been formed succesfully. The optimum condition for degradation of dyes rhodamine B photocatalytically are at pH 4 and the degradation time during 120 minutes. Rhodamine B degradation using $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ (95,55%) showed better results than using zeolite (90,69%), TiO_2 (45,10%), and without catalyst (19,96%).

Keywords : natural zeolite, $\text{TiO}_2/\text{zeolite}$, photocatalytic degradation, rhodamine B



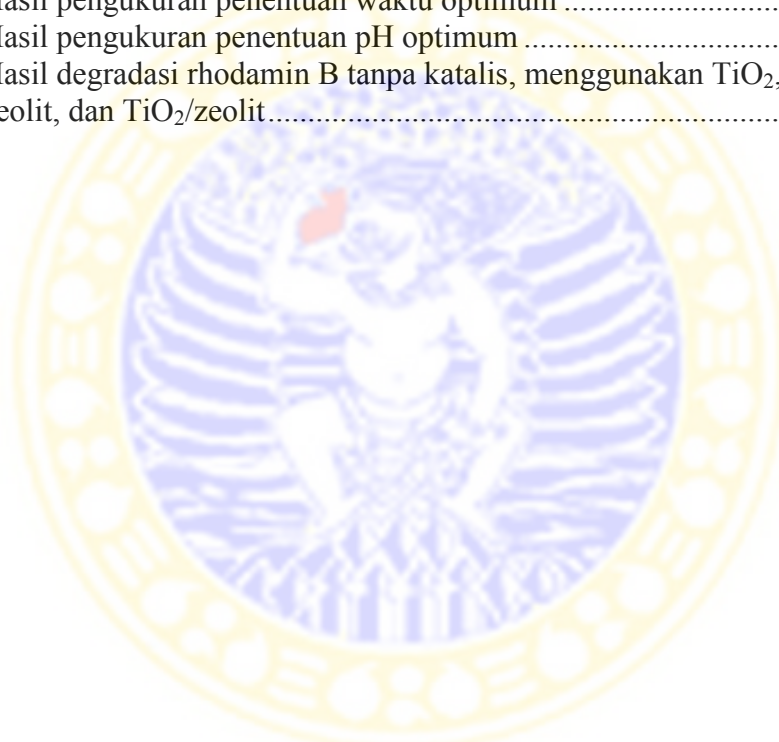
DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
LEMBAR PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Fotokatalisis	6
2.2 Semikonduktor	7
2.3 Semikonduktor TiO ₂	9
2.3.1 Sifat TiO ₂	9
2.3.2 Kegunaan TiO ₂	10
2.4 Zat Warna Rhodamin B	11
2.5 Zeolit	13
2.6 Difraksi Sinar-X	16
2.7 Spektrofotometri <i>Infra Red</i>	17
2.8 Spektrofotometri UV-Vis	18
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	21
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	
3.2.1 Bahan penelitian	21
3.2.2 Alat penelitian	21
3.3 Diagram Alir Penelitian	22
3.4 Prosedur Penelitian	
3.4.1 Pembuatan larutan	23
3.4.1.1 Pembuatan larutan HCl 0,1 M	23
3.4.1.2 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M	23
3.4.1.3 Pembuatan larutan H ₂ O ₂ 15%	23

3.4.1.4	Pembuatan larutan induk rhodamin B 1000 ppm.	23
3.4.1.5	Pembuatan larutan standar rhodamin B.....	23
3.4.1.6	Pembuatan larutan sampel rhodamin B.....	24
3.4.2	Penentuan panjang gelombang maksimum rhodamin B.....	24
3.4.3	Pembuatan kurva standar rhodamin B.....	24
3.4.4	Pembuatan katalis zeolit terimpregnasi TiO ₂ (TiO ₂ /zeolit).....	24
3.4.4.1	Preparasi zeolit alam.....	25
3.4.4.2	Karakterisasi zeolit alam.....	25
3.4.4.3	Impregnasi TiO ₂ terhadap zeolit.....	25
3.4.4.4	Karakterisasi katalis TiO ₂ /zeolit.....	25
3.4.5	Penentuan waktu degradasi dan pH optimum.....	26
3.4.5.1	Penentuan waktu degradasi optimum.....	26
3.4.5.2	Penentuan pH optimum.....	26
3.4.6	Degradasi rhodamin B tanpa katalis.....	27
3.4.7	Degradasi rhodamin B dengan TiO ₂	27
3.4.8	Degradasi rhodamin B dengan zeolit.....	28
3.4.9	Degradasi rhodamin B dengan TiO ₂ /zeolit.....	28
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Impregnasi TiO ₂ Terhadap Zeolit (TiO ₂ /Zeolit).....	29
4.2	Karakterisasi Zeolit dan Katalis TiO ₂ /Zeolit.....	30
4.2.1	Karakterisasi dengan X-ray diffraction.....	30
4.2.2	Karakterisasi dengan spektrofotometer IR.....	33
4.3	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B.....	35
4.4	Penentuan Kurva Standar Rhodamin B.....	36
4.5	Optimasi Waktu Degradasi dan pH Rhodamin B.....	37
4.5.1	Optimasi waktu degradasi rhodamin B.....	37
4.5.2	Optimasi pH degradasi rhodamin B.....	38
4.6	Degradasi Rhodamin B dengan TiO ₂ /Zeolit pada Kondisi Optimum.....	40
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan.....	45
5.2	Saran.....	45
DAFTAR PUSTAKA.....		47
LAMPIRAN		

DAFTAR TABEL

No	Judul Tabel	Halaman
2.1	Perbedaan sifat TiO ₂ <i>rutile</i> , <i>anatase</i> , dan <i>brookite</i>	9
2.2	Kandungan dalam zeolit alam Turen Malang.....	15
2.3	Beberapa contoh jenis mineral zeolit alam beserta rumus kimia	15
2.4	Spektra elektromagnetik	18
4.1	Hasil pengukuran larutan standar rhodamin B	36
4.2	Hasil pengukuran penentuan waktu optimum	37
4.3	Hasil pengukuran penentuan pH optimum	39
4.4	Hasil degradasi rhodamin B tanpa katalis, menggunakan TiO ₂ , zeolit, dan TiO ₂ /zeolit.....	43



DAFTAR GAMBAR

No	Judul Gambar	Halaman
2.1	Perbandingan celah pita antara konduktor, semikonduktor, dan isolator	8
2.2	Struktur <i>rutile</i> , <i>anatase</i> , dan <i>brookite</i>	9
2.3	Struktur kimia senyawa rhodamin B	12
2.4	Difraksi sinar-X	16
3.1	Reaktor fotokatalitik	22
3.3	Diagram alir penelitian	22
4.1	Perbandingan difraktogram TiO ₂ , zeolit, dan TiO ₂ /zeolit	31
4.2	Perbandingan spektra IR TiO ₂ /zeolit dan zeolit	34
4.3	Panjang gelombang maksimum rhodamin B	35
4.4	Kurva standar rhodamin B	36
4.5	Kurva optimasi waktu degradasi rhodamin B	38
4.6	Kurva optimasi pH degradasi rhodamin B	39
4.7	Skema proses degradasi fotokatalitik dan adsorpsi pada rhodamin B	42
4.8	Diagram batang perbandingan degradasi rhodamin B	44

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Keberadaan industri dan produk tekstil di suatu negara telah banyak memberikan suatu keuntungan bagi negara itu sendiri, antara lain berkurangnya angka pengangguran yang ada di masyarakat, meningkatnya pendapatan, dan hasil output dari industri itu sendiri. Di Indonesia, baik industri tekstil maupun produk tekstil telah menjadi industri yang penting dan terbukti mampu meningkatkan nilai perekonomian Indonesia (Maryadi, 2007).

Dengan berkembangnya industri tekstil yang ada di Indonesia, produksi limbah zat warna tekstil pun semakin meningkat. Limbah ini memiliki peran yang besar dalam masalah pencemaran air jika limbah tidak diolah terlebih dahulu sebelum dibuang (Suwarsa, 1998). Limbah tekstil tersebut berasal dari proses pencelupan industri tekstil. Pada saat proses tersebut berlangsung, setidaknya zat warna menghasilkan sekitar 10-15% limbah. Pengolahan limbah industri tekstil sebelum sampai ke saluran pembuangan akhir sangat penting karena akan berpengaruh dari segi estetika maupun perlindungan lingkungan.

Rhodamin B merupakan salah satu zat warna tekstil yang digunakan secara luas baik di industri maupun di masyarakat umum. Dalam bidang industri, rhodamin B umum digunakan untuk keperluan pabrik tekstil dan kertas (Arief dkk, 2007). Rhodamin B dapat memberikan warna yang cerah, praktis digunakan dan harganya relatif murah.

Penggunaan rhodamin B dalam industri akan mengakibatkan senyawa tersebut banyak ditemukan dalam limbah cair hasil industri. Selain dapat menurunkan kualitas air, limbah buangan rhodamin B dalam tubuh dapat mengakibatkan timbulnya berbagai penyakit serius seperti kanker, gangguan fungsi hati dan kerusakan pada ginjal (*Departement of Labor Occupational Safety and Health Administration, US*). Mengingat tingginya tingkat toksisitas rhodamin B, maka perlu dilakukan penelitian untuk mendegradasi senyawa tersebut.

Metode alternatif untuk mereduksi zat warna dalam limbah cair industri tekstil secara fisika, kimia, dan biologi telah banyak dilakukan (Manurung dkk, 2004). Salah satu metode untuk mereduksi zat warna dalam limbah cair industri tekstil secara fisika adalah dengan menggunakan ozon yang diproduksi dengan menggunakan plasma. Namun, metode ini kurang efisien karena menggunakan sumber energi yang sangat besar, yaitu dalam jumlah kilovolt (Supriyanti, 2007). Penghilangan zat warna secara kimia menggunakan metode koagulasi dapat menghasilkan lumpur (*sludge*) dalam jumlah yang relatif besar. Lumpur yang dihasilkan akan menimbulkan masalah baru bagi unit pengolahan limbah (Wahyuni, 2005). Pengolahan limbah cair dengan menggunakan proses biologi juga banyak diterapkan untuk mereduksi senyawa organik limbah cair industri. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa proses biologi kurang efektif dalam mereduksi zat warna. Hal tersebut karena zat warna cenderung mempunyai sifat tahan terhadap degradasi biologi (*recalcitrance*) (Manurung dkk, 2004).

Terdapat juga beberapa metode yang telah dilakukan untuk menguraikan zat warna tekstil rhodamin B. Namun, metode tersebut hanya sebatas pada

penghilangan warna tapi tidak dapat menguraikan racun yang terkandung di dalamnya (Andayani dan Sumartono, 2007). Sama halnya dengan metode pengendapan dan penyerapan dengan karbon aktif, metode ini juga masih kurang efektif karena karbon aktif hanya dapat menyerap polutan senyawa dengan berat molekul yang kecil dan bersifat non polar.

Pada tahun 1972, Fujishima dan Honda mempublikasikan penggunaan aplikasi fotokatalisis dengan TiO_2 sebagai katalis. Teknik fotokatalisis ini dapat digunakan untuk menguraikan zat warna karena adanya radikal hidroksil yang dapat berperan sebagai oksidator (Andayani dan Sumartono, 2007). Teknologi fotokatalisis merupakan kombinasi dari proses fotokimia dan katalis yang terintegrasi untuk dapat melangsungkan suatu reaksi transformasi kimia (Sopyan, 1998). Secara komersial, serbuk TiO_2 juga mudah didapat dan diproduksi dalam jumlah besar. Namun, daya adsorpsi yang lemah merupakan kendala bagi proses fotokatalisis. Untuk mengatasi hal tersebut, fotokatalis perlu dikombinasi dengan suatu material adsorben (Arbianti dkk, 2007). Zeolit merupakan material adsorben yang dapat digunakan untuk meningkatkan kinerja TiO_2 dalam proses fotokatalisis karena memiliki permukaan yang berpori, kemampuan menyerap, dan luas permukaan besar (Yan, 2005). Dalam zeolit, kandungan air kristalnya dapat dilepaskan secara reversibel artinya bila zeolit dipanaskan maka molekul airnya akan terlepas dan pada waktu yang sama zeolit akan menyerap air di lingkungan sekelilingnya (MacKay dkk, 2002). Hilangnya air dengan mudah yang berlangsung secara reversibel ini merupakan struktur yang terbuka dan mirip

pon. Struktur ini menjelaskan fungsi zeolit sebagai penukar ion, adsorben, dan katalis (MacKay dkk, 2002).

Pada penelitian ini akan dibuat zeolit yang terimpregnasi oleh TiO_2 ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$). TiO_2 yang diimpregnasikan ke dalam zeolit menyebabkan proses degradasi zat warna tekstil rhodamin B dapat berlangsung lebih efektif. Proses penguraian zat warna dengan proses fotokatalitik dengan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ didasarkan atas pembentukan pasangan elektron-*hole* pada permukaan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ kemudian bereaksi dengan air membentuk radikal hidroksil (OH). Selanjutnya radikal hidroksil tersebut akan mengoksidasi zat warna dan menguraikannya menjadi menjadi zat yang tidak berbahaya (Andayani dan Sumartono, 2007).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, dapat diuraikan rumusan masalah sebagai berikut.

1. Bagaimana karakter zeolit terimpregnasi TiO_2 ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$)?
2. Bagaimanakah hasil degradasi rhodamin B menggunakan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ jika dibandingkan dengan menggunakan zeolit, TiO_2 , dan tanpa katalis pada kondisi pH dan waktu degradasi optimum?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui karakter zeolit terimpregnasi TiO_2 (TiO_2 /zeolit)
2. Menentukan hasil degradasi rhodamin B menggunakan TiO_2 /zeolit jika dibandingkan dengan menggunakan zeolit, TiO_2 , dan tanpa katalis pada kondisi pH dan waktu degradasi optimum

1.4 Manfaat Penelitian

Menambah wawasan baru tentang teknik fotodegradasi menggunakan zeolit terimpregnasi TiO_2 yang dapat diaplikasikan dalam pengolahan limbah industri untuk mendegradasi zat warna tekstil rhodamin B dalam limbah industri tanpa membutuhkan waktu yang lama namun diperoleh hasil yang memuaskan. Hasil penelitian akan dipublikasikan dalam bentuk artikel ilmiah sebagai referensi penelitian berikutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotokatalisis

Fotokatalisis merupakan suatu kombinasi antara proses fotokimia dan katalis. Cahaya dan katalis dibutuhkan agar dapat melangsungkan suatu transformasi atau reaksi kimia. Transformasi kimia yang diinduksikan oleh sinar tersebut terjadi pada permukaan suatu katalis (Sopyan, 1998). Induksi oleh sinar menimbulkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita induksi. Proses ini akan menghasilkan *hole* yang akan bereaksi dengan molekul H₂O untuk menghasilkan radikal hidroksil (Andayani dan Sumartono, 2007).

Beberapa kelebihan dari metode degradasi fotokatalitik (Ming-Chun dan Chiu-Ping, 2007) antara lain kontaminan organik dapat terdekomposisi secara keseluruhan dengan cepat, sifat toksik dari logam berat dapat berkurang, matahari dapat digunakan sebagai sumber sinar, dan bersifat *soft*, yaitu dapat dilakukan pada temperatur dan tekanan rendah.

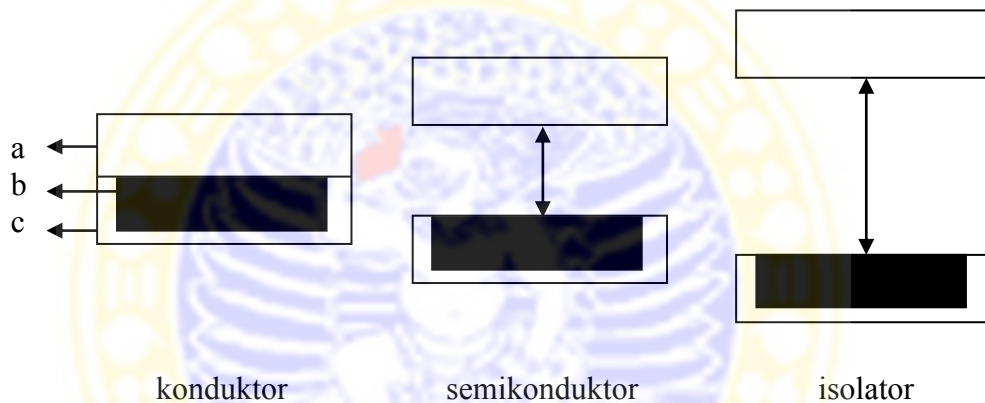
Fotokatalisis berdasarkan fasanya, reaksi fotokatalisis terbagi menjadi dua, yaitu :

1. Fotokatalisis homogen, merupakan suatu proses fotokatalisis satu fasa antara substrat dengan katalis. Pada umumnya katalis berupa oksidator seperti ozon (O₃) dan hidrogen peroksida (H₂O₂).
2. Fotokatalisis heterogen, merupakan suatu proses fotokatalisis dua fasa yang dapat dilakukan dengan bantuan semikonduktor. Semikonduktor

yang dipakai adalah titanium dioksida (TiO_2), seng oksida (ZnO), dan kadmium sulfide (CdS) (Otmer-Kirk, 1994).

2.2 Semikonduktor

Berdasarkan daya hantar listriknya, zat padat digolongkan menjadi 3 bagian, yaitu konduktor, semikonduktor, dan isolator. Perbedaan antara konduktor, semikonduktor, dan isolator dapat dijelaskan oleh Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Perbandingan celah pita antara konduktor, semikonduktor, dan isolator

Keterangan :

- a = pita konduksi
- b = elektron valensi
- c = pita valensi

Pita valensi merupakan pita yang terdapat elektron valensi. Tingkat energi tertinggi pada pita valensi disebut tingkat energi fermi (E_f). Di bagian tingkat energi fermi terdapat tingkat-tingkat energi yang masih kosong yang disebut dengan pita konduksi dimana elektron dapat mengalir melalui pita konduksi tersebut. Kesenjangan antara pita valensi dan pita konduksi disebut kesenjangan energi atau celah pita (*band gap*). Kesenjangan energi (*band gap*)

iniilah yang merupakan ukuran kemudahan suatu logam untuk menghantarkan arus listrik. Apabila suatu bahan atau logam dihubungkan dengan sumber arus listrik atau magnet, elektron yang berada di sekitar tingkat energi fermi (E_f) mendapatkan tambahan energi sehingga tingkat energinya menjadi naik. Hal ini mengakibatkan elektron dapat berpindah dari pita valensi yang mengandung elektron menuju ke pita konduksi yang masih kosong sehingga arus listrik dapat mengalir (Huheey dkk, 1993).

Pada bahan konduktor tidak terdapat kesenjangan antara pita valensi dengan pita konduksi. Akibatnya, dengan adanya pertambahan energi yang kecil elektron valensi dapat berpindah ke pita konduksi. Bahan konduktor memiliki nilai daya hantar listrik (σ) sebesar 10^4 - 10^6 ohm⁻¹ cm⁻¹ (Huheey dkk, 1993).

Bahan semikonduktor memiliki kesenjangan antara pita valensi dengan pita konduksi sebesar 0,5-3,0 eV. Hanya beberapa elektron yang mempunyai energi yang sesuai yang dapat berpindah ke pita konduksi. Bahan semikonduktor memiliki nilai daya hantar listrik (σ) sebesar 10^{-3} - 10^5 ohm⁻¹ cm⁻¹ (Huheey dkk, 1993).

Bahan isolator memiliki kesenjangan antara pita valensi dengan pita konduksi sebesar 6,0 eV. Pada bahan isolator, energi yang ditimbulkan oleh medan listrik tidak dapat menghasilkan elektron dengan energi yang sesuai untuk dapat berpindah ke pita konduksi. Hal inilah yang menyebabkan bahan isolator tidak dapat menghantarkan arus listrik. Bahan isolator memiliki nilai daya hantar listrik (σ) sebesar 10^{-15} - 10^{-3} ohm⁻¹ cm⁻¹ (Huheey dkk, 1993).

2.3 Semikonduktor TiO₂

2.3.1 Sifat TiO₂

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan kristal berwarna putih yang bersifat asam. Kristal ini tidak dapat larut dalam air, asam klorida, asam sulfat encer, dan alkohol tetapi larut dalam asam sulfat pekat dan asam fluorida (Merck, 2000). TiO₂ memiliki 3 bentuk struktur kristal yaitu *rutile*, *anatase*, dan *brookite*. Mineral TiO₂ yang utama adalah FeTiO₃ (*ilmenite*) dan CaTiO₃ (*perovskite*) (Lee, 1994). Adapun struktur dari *rutile*, *anatase*, dan *brookite* dapat dilihat pada Gambar 2.2 berikut.



Gambar 2.2. Struktur *rutile*, *anatase*, dan *brookite*

Tabel 2.1. Perbedaan sifat TiO₂ *rutile*, *anatase*, dan *brookite* (University of Colorado, US)

Sifat	<i>Rutile</i>	<i>Anatase</i>	<i>Brookite</i>
Bentuk kristal	Tetragonal	Tetragonal	Ortogonal
a (Å)	4,58	3,78	9,18
b (Å)	-	-	5,45
c (Å)	2,95	9,5	5,14
Berat jenis	4,27	3,89	4,12
Volum molar	18,69	20,16	19,38
Kekerasan	6,0-7,0	5,5-6,0	6,0-6,5
Titik didih	1855°C	Berubah menjadi rutile pada suhu 915°C	Berubah menjadi rutile pada suhu 750°C

2.3.2 Kegunaan TiO₂

Beberapa kegunaan TiO₂ (Lee, 1994) antara lain sebagai pelapis suatu bahan agar tidak mudah teroksidasi, sebagai bahan pewarna putih (dengan menambah BaSO₄) yang biasa disebut *titan white*, bahan interior rumah, bahan pelapis kertas agar tidak berlemak, untuk lampu elektroda, dan sebagai fotokatalis.

Tahapan mekanisme fotokatalitik pada TiO₂ (Hoffmann, 1995), yaitu :

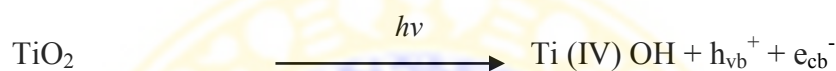
1. Pembentukan muatan oleh foton. Apabila fotokatalis dikenai radiasi foton ($h\nu$) dengan energi $h\nu$ yang besarnya sama atau melebihi energi celahnya (E_g), maka satu elektron akan tereksitasi ke dalam pita konduksi (e_{cb}^-) dengan meninggalkan lubang pada valensi (h_{vb}^+)
2. Rekombinasi pembawa muatan. *Hole* (lubang) pada pita valensi (h_{vb}^+) dapat bertindak sebagai oksidator yang cukup kuat dan dapat bergabung dengan elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-) sambil melepaskan panas
3. Jika di dalam sistem terdapat substrat yang dapat teroksidasi, maka lubang pada pita valensi (h_{vb}^+) akan menginisiasi reaksi oksidasi terhadap substrat tersebut
4. Jika di dalam sistem terdapat suatu oksidator, maka dapat terjadi inisiasi reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-)
5. Penjebakan (*trapping*) elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-) ke permukaan fotokatalis Ti(IV)OH membentuk (Ti(III)OH)

Dari penjelasan di atas dapat dikatakan bahwa peran fotokatalis adalah menyediakan spesies oksidator berupa *hole* pada pita valensi dan radikal OH yang akan meningkatkan efektivitas reaksi fotodegradasi suatu substrat. *Hole* ini dapat

bereaksi baik dengan H₂O yang teradsorpsi secara fisik sehingga mampu menguraikan molekul H₂O dan O₂ menjadi radikal .OH dan ion superoksida (O₂⁻) yang mampu mendegradasi senyawa organik dan sel-sel bakteri sehingga menyebabkan inaktivasi dan kematian pada sel bakteri (Sirimahachai dkk, 2009).

Tahapan reaksi fotokatalisis TiO₂ (Hoffmann, 1995) dapat dituliskan sebagai berikut.

1. Pembentukan pembawa muatan oleh foton (cahaya)



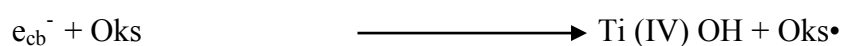
2. Trapping pembawa muatan



3. Rekombinasi pembawa muatan



4. Transfer muatan antarmuka



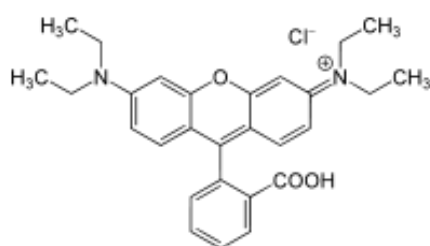
2.4 Zat Warna Rhodamin B

Zat warna merupakan suatu senyawa organik yang digunakan untuk memberikan warna ke suatu objek. Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom

sebagai pengikat warna dengan serat. Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna (Manurung, 2004).

Rumus molekul rhodamin B adalah $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$ dengan berat molekul sebesar 479,02 g/mol. Kelarutan rhodamin B dalam air mencapai 50 g/L. Apabila rhodamin B dilarutkan dalam asam asetat maka memiliki kelarutan sebesar 400 g/L. Rhodamin B berbentuk serbuk kristal berwarna kehijauan, berwarna merah keunguan dalam bentuk terlarut pada konsentrasi tinggi dan berwarna merah terang pada konsentrasi rendah (Barka dkk, 2008).

Rhodamin B dibuat dari meta-dietilaminofenol dan ftalik anhidrid. Kedua bahan baku ini bukanlah bahan yang boleh dimakan. Rhodamin B merupakan zat warna yang sering dipakai untuk pewarna kulit, kapas, wool, serat kayu kulit, nilon, serat asetat, kertas, tinta dan vernis, sabun, bulu, kertas, dan sutera. Apabila rhodamin B dilarutkan dalam air akan menghasilkan warna merah kebiru-biruan dan berfluorensi kuat. Selain larut dalam air, rhodamin B juga merupakan zat warna yang larut dalam alkohol, HCl, dan NaOH. Di dalam laboratorium, zat tersebut digunakan sebagai pereaksi untuk mengidentifikasi unsur Pb, Bi, Co, Au, Mg, dan Th (Merck, 2000).



Gambar 2.3. Struktur kimia senyawa rhodamin B

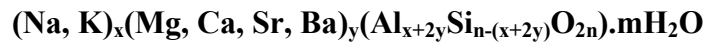
Rhodamin B merupakan zat warna sintetik yang umum digunakan untuk pewarna tekstil. Dalam bidang industri rhodamin B umum digunakan untuk

keperluan pabrik tekstil dan kertas (Arief dkk, 2007). Beberapa sifat berbahaya dari rhodamin B antara lain dapat menyebabkan iritasi bila terkena mata, menyebabkan kulit iritasi dan kemerahan bila terkena kulit. Penyebab lain senyawa ini begitu berbahaya jika dikonsumsi adalah senyawa tersebut termasuk dalam senyawa yang radikal. Senyawa radikal adalah senyawa yang tidak stabil. Dalam strukturnya rhodamin B mengandung klorin (senyawa halogen). Sifat senyawa halogen adalah mudah bereaksi atau memiliki reaktivitas yang tinggi. Dengan demikian senyawa tersebut merupakan senyawa radikal yang akan berusaha mencapai kestabilan dalam tubuh dengan cara berikatan dengan senyawa-senyawa lain dalam tubuh kita sehingga pada akhirnya akan memicu kanker pada manusia (*Departement of Labor Occupational Safety and Health Administration, US*).

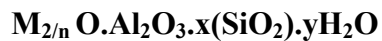
2.5 Zeolit

Kata zeolit berasal dari dua kata Yunani, yaitu *zeo* yang berarti mendidih dan *lithos* yang berarti batuan (Otmer-Kirk, 1994). Dinamakan demikian karena zeolit mempunyai sifat mendidih dan mengembang bila dipanaskan. Dalam zeolit, kandungan air kristalnya dapat dilepaskan secara reversibel artinya bila zeolit dipanaskan maka molekul airnya akan terlepas dan pada waktu yang sama zeolit akan menyerap air dari lingkungan sekelilingnya. Hilangnya air dengan mudah yang berlangsung secara reversible ini merupakan struktur yang terbuka dan mirip spon. Struktur ini menjelaskan fungsi zeolit sebagai penukar ion, adsorben, dan katalis (MacKay dkk, 2002).

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali dan alkali tanah dalam kerangka tiga dimensinya, mempunyai rumus umum sebagai berikut (Otmer-Kirk, 1994) :



Atau sering pula disebut sebagai berikut :



Keterangan : M = kation logam alkali atau alkali tanah

n = valensi kation

x = suatu harga dari 2-10

y = suatu harga dari 2-7

Jadi zeolit terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dipertukarkan, kerangka aluminosilikat, dan fase air. Ikatan Al-Si-O membentuk suatu struktur kristal sedangkan logam alkali merupakan sumber kation yang dapat dengan mudah dipertukarkan. Zeolit mempunyai struktur berongga yang biasanya diisi oleh air dan kation. Pada umumnya zeolit memiliki ukuran pori tertentu sehingga dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molekul, penukar ion, adsorben, dan katalisator (Erawati dkk, 2003). Jenis kation serta jumlahnya mempengaruhi sifat katalitik, adsorpsi, dan pertukaran ion zeolit (Otmer-Kirk, 1994).

Indonesia diketahui mempunyai 47 lokasi tambang zeolit yang diperkirakan memiliki cadangan jutaan ton (Erawati dkk, 2003). Jenis zeolit alam yang banyak dijumpai di Indonesia adalah klinoptilolit dan mordenit. Lebih dari 40 jenis zeolit alam terdapat dalam jumlah banyak dan diketahui memiliki arti

ekonomis. Adapun komposisi kandungan dalam zeolit alam Turen Malang sebagai berikut.

Tabel 2.2. Kandungan dalam zeolit alam Turen Malang (Ismuyanto, 2008)

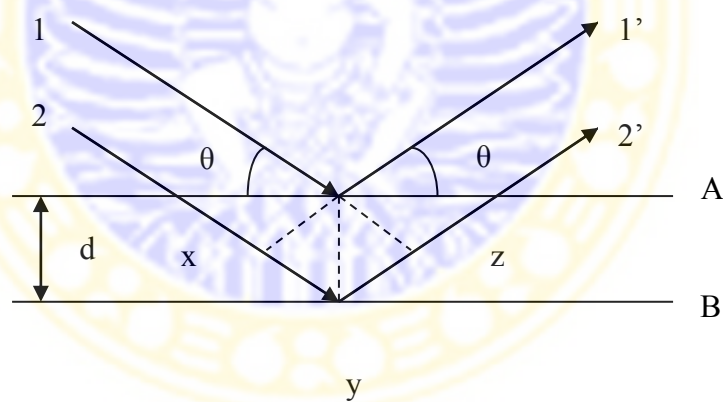
Unsur	Kandungan (%)
Al	14
Si	48
Ca	2,76
Cr	0,054
Mn	1,93
Fe	25,1
S	0,74
K	4,93
Ti	1,28
V	0,04
Cu	0,12
Zn	0,795

Tabel 2.3. Beberapa contoh jenis mineral zeolit alam beserta rumus kimianya (Erawati dkk, 2003)

No	Nama Mineral	Rumus Kimia Unit Sel
1	Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
2	Kabasit	$(\text{Na}_2\text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40\text{H}_2\text{O}$
3	Klinoptilolit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_4\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
4	Erionit	$(\text{NaCa}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27\text{H}_2\text{O}$
5	Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18\text{H}_2\text{O}$
6	Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
7	Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
8	Mordenit	$\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
9	Natrolit	$\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
10	Wairakit	$\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

2.6 Difraksi Sinar-X

Metode yang paling tepat dan akurat dalam menentukan struktur suatu padatan atau kristal adalah difraksi sinar-X (MacKay dkk, 2002). Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang berperan dalam menentukan karakter mineral yang menyusun suatu kristal. Difraksi sinar-X dapat memperlihatkan distribusi kerapatan elektronik dari atom-atom penyusun suatu kristal dan memberikan data sudut-sudut difraksi tersebut (Glusker dan Trueblood, 1985). Selain itu, difraksi sinar-X dapat digunakan untuk mengidentifikasi pertumbuhan, perubahan, dan kerusakan kristal karena setiap kristal mempunyai pola difraksi yang khas. Adanya sifat khas ini disebabkan setiap memiliki harga d dengan intensitas yang spesifik (Egerton, 2005).



Gambar 2.4. Difraksi sinar-X

Suatu berkas sinar-X dengan panjang gelombang $n\lambda$ jatuh pada kristal dengan sudut θ terhadap permukaan bidang Bragg yang jarak antar bidangnya adalah d . Interferensi terjadi bila jarak antar sinar yang terdifraksi sejajar dan beda jarak jalan harus n , dengan n menyatakan bilangan bulat. Berkas sinar-X yang

didifraksi oleh atom A dan atom B yang memenuhi persamaan yang disebut persamaan Bragg (*Bragg's Law*) (Glusker dan Trueblood, 1985).

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (2.1)$$

Keterangan : d = jarak antar bidang

θ = sudut difraksi

n = orde (1, 2, 3, 4, ..., n)

λ = panjang gelombang

Pola-pola difraksi disusun dalam kumpulan-kumpulan dan setiap tahun suatu kumpulan baru yang berisi kira-kira 2000 pola difraksi ditambahkan. Sistem ini meliputi pola-pola difraksi dari unsur, campuran logam (*alloys*), senyawa anorganik, mineral, fasa organik, dan organologam (Egerton, 2005).

2.7 Spektrofotometri *Infra Red*

Spektrofotometri *infra red* merupakan bagian dari ilmu spektroskopi yang digunakan untuk menentukan gugus fungsi molekul senyawa organik maupun anorganik dengan mengetahui struktur dan karakteristik ikatan pada senyawa tersebut. Spektrofotometri ini lebih banyak digunakan dalam analisis kualitatif suatu senyawa (Nakamoto, 1986).

Apabila radiasi inframerah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya akan mengabsorpsi energi sehingga terjadi transisi elektronik di antara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*). Adanya transisi menyebabkan terjadinya puncak-puncak serapan

pada spektrum inframerah suatu senyawa yang meliputi vibrasi elektronik dan rotasi (Nakamoto, 1986).

Vibrasi dasar yang terjadi ada dua macam, yaitu vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur adalah vibrasi yang terjadi pada satu bidang sumbu ikatan sehingga tampak terjadi perubahan jarak antara dua atom dalam satu molekul. Terdapat dua macam vibrasi ulur, yaitu vibrasi ulur simetris dan vibrasi ulur tidak simetris. Sedangkan vibrasi tekuk terjadi karena adanya perubahan sudut ikatan secara berkala dan seimbang sehingga menyebabkan terjadinya pembesaran maupun pengecilan sudut ikatan (Nakamoto, 1986).

Tabel 2.4. Spektra elektromagnetik (MacKay dkk, 2002)

Daerah	Perkiraan jarak pada			Transisi
	λ (m)	Energi		
		kJ mol^{-1}	eV	
Sinar gamma	$<10^{-10}$	$>10^6$	$>10^4$	Inti atom
Sinar-X	$10^{-8}-10^{-10}$	10^4-10^6	$100-10^4$	Elektron kulit dalam
Ultraviolet	$4 \times 10^{-7} - 10^{-8}$	10^2-10^4	$1-100 / 10^4-10^6 \text{ cm}^{-1}$	Elektron kulit valensi
Sinar tampak (<i>visible</i>)	$8 \times 10^{-7} - 4 \times 10^{-7}$			
<i>Infra red</i>	$10^{-4} - 2,5 \times 10^{-6}$	1-50	$100-4000 \text{ cm}^{-1}$	Vibrasi molekul
<i>Microwave dan far infra red</i>	$10^{-2}-10^{-4}$	0,1-1	$1-100 \text{ cm}^{-1}$	Rotasi molekul

2.8 Spektrofotometri UV-Vis

Apabila sinar monokromatis atau bukan monokromatis mengenai media yang homogen, maka sebagian sinar akan dipantulkan, sebagian lagi akan diserap, dan sisanya akan diteruskan. Jika intensitas sinar yang diserap adalah I_a , sinar yang diteruskan adalah I_t dan intensitas sinar yang dipantulkan adalah I_r , maka.

$$I_o = I_a + I_t + I_r \quad (2.2)$$

Permukaan udara dan gelas (kuvet) mempunyai harga $I_r = 4\%$. Jika harga I_r dapat diabaikan karena pada spektrofotometri dipakai larutan blanko, maka dapat ditulis sebagai berikut (Mulya dan Suharman, 1995).

$$I_o = I_a + I_t \quad (2.3)$$

Intensitas cahaya monokromatis yang diteruskan berkurang secara eksponensial apabila ketebalan medium absorpsi bertambah secara aritmatik. Hukum Lambert dapat ditulis sebagai berikut.

$$-\frac{dI}{dI} = k \cdot I \quad (2.4)$$

Dengan ketentuan I adalah intensitas sinar dengan panjang gelombang λ , b adalah ketebalan medium, dan k adalah faktor kesetimbangan. Jika persamaan tersebut diintegrasikan dengan mengambil $I = I_o$ dan $b = 0$, maka.

$$\ln \frac{I_o}{I_t} = k \cdot b \quad (2.5)$$

Atau

$$\begin{aligned} I_t &= I_o \cdot e^{-k \cdot b} \\ &= I_o \cdot 10^{-0,4343k \cdot b} \\ &= I_o \cdot 10^{-K \cdot b} \end{aligned}$$

Intensitas cahaya monokromatis yang diteruskan akan menurun secara eksponensial apabila konsentrasi medium penyerap bertambah secara aritmatik. Secara matematis, hukum Beer dapat ditulis sebagai berikut.

$$\begin{aligned} I_t &= I_o \cdot e^{-k \cdot c} \\ &= I_o \cdot 10^{-0,4343k \cdot c} \\ &= I_o \cdot 10^{-K \cdot c} \end{aligned}$$

Penggabungan hukum Lambert dan hukum Beer.

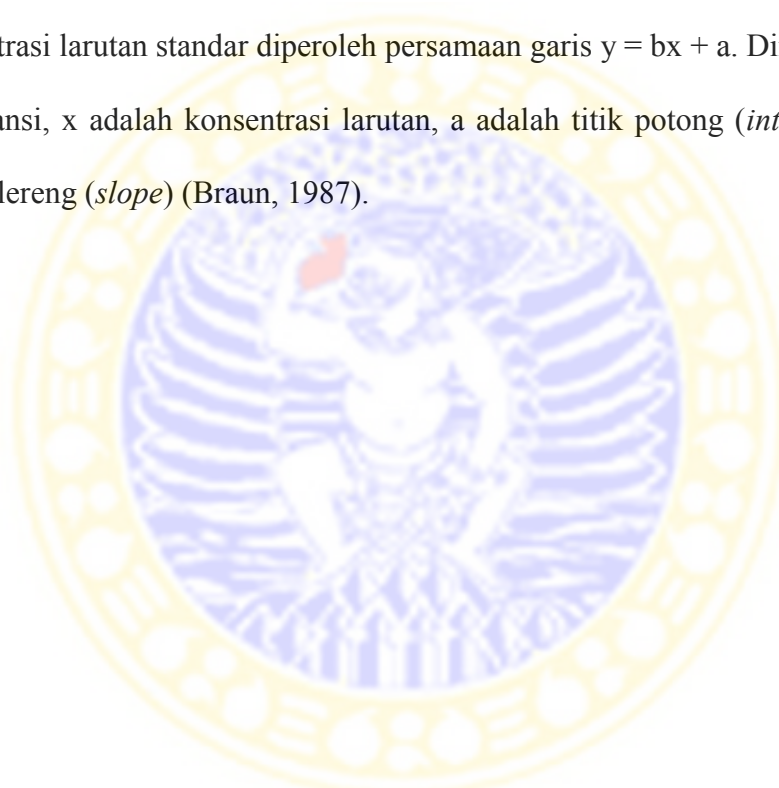
$$I_t = I_0 \cdot 10^{-a \cdot b \cdot c} \quad (2.6)$$

$$\log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon b C \quad (2.7)$$

Atau

$$A = \epsilon b C \quad (2.8)$$

Kurva standar berupa hubungan antara absorbansi sederetan larutan standar dengan berbagai konsentrasi larutan tersebut. Dari absorbansi (A) dengan konsentrasi larutan standar diperoleh persamaan garis $y = bx + a$. Dimana y adalah absorbansi, x adalah konsentrasi larutan, a adalah titik potong (*intercept*), dan b adalah lereng (*slope*) (Braun, 1987).



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari-Juni 2012 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Penelitian Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga Surabaya.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

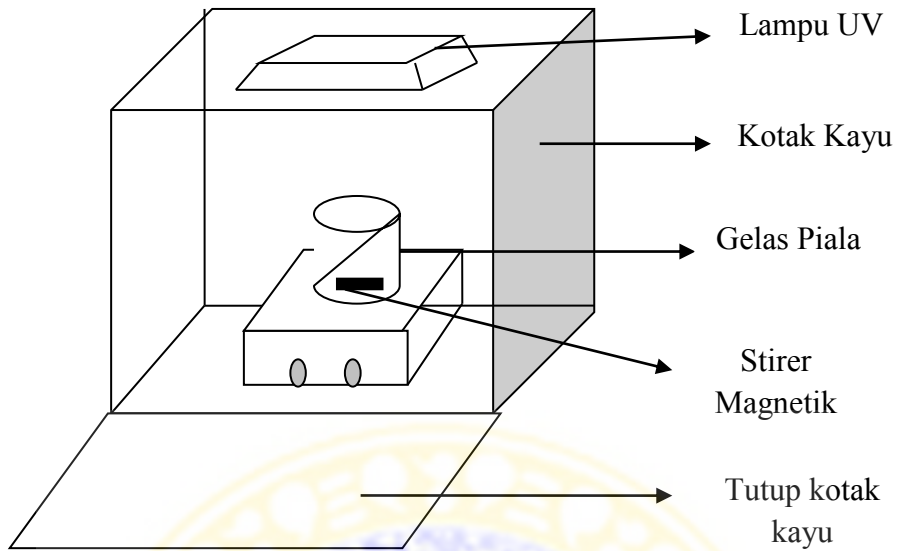
3.2.1 Bahan penelitian

Zeolit alam yang digunakan berasal dari daerah Malang. Bahan – bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini terdiri atas : rhodamin B, TiO_2 , H_2O_2 30%, HCl 37%, NaOH, etanol absolut, akuadem, dan aluminium foil.

3.2.2 Alat penelitian

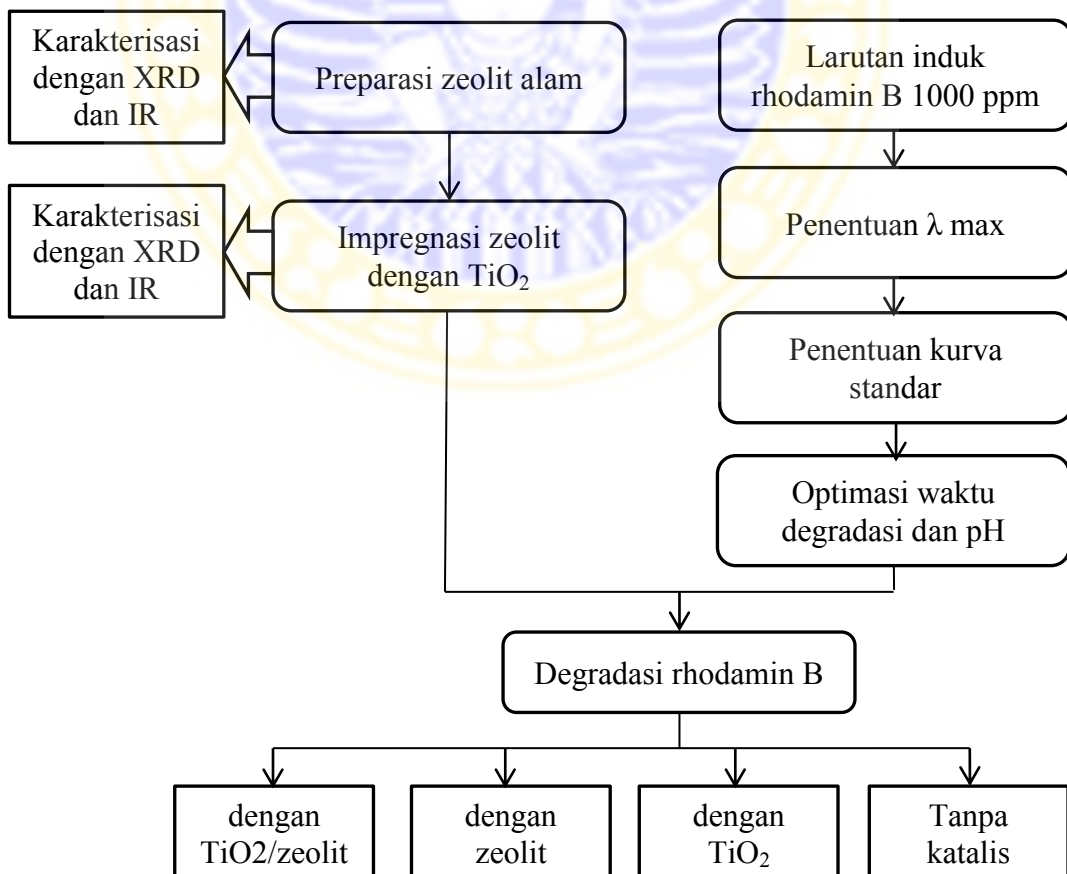
Peralatan yang digunakan adalah peralatan gelas yang biasa dipakai di laboratorium, cawan mortar, pengaduk magnetik (*stirrer*), *furnace*, *sentrifuge*, pengayak, neraca analitik, pH meter, spektrofotometer UV-Vis, dan reaktor fotokatalitik yang terdiri dari :

- a) reaktor yang berbentuk kotak terbuat dari kayu berukuran 50 x 50 x 50 cm,
- b) sumber sinar UV menggunakan lampu dengan daya 24 watt yang diletakkan di tengah-tengah kotak reaktor,
- c) tempat suspensi berupa gelas beker 1000 mL.



Gambar 3.1 Reaktor fotokatalitik

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Pembuatan larutan

3.4.1.1 Pembuatan larutan HCl 0,1 M

Sebanyak 0,8 mL HCl 37% diambil dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan dengan akuadem sampai tanda batas.

3.4.1.2 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

Sebanyak 0,40 g NaOH ditimbang dengan teliti dalam gelas beker dan dilarutkan dengan akuadem. Selanjutnya, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL serta ditambahkan akuadem sampai tanda batas.

3.4.1.3 Pembuatan larutan H₂O₂ 15%

Sebanyak 50 mL larutan H₂O₂ 30% diambil secara kuantitatif dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan akuadem hingga tanda batas.

3.4.1.4 Pembuatan larutan induk rhodamin B 1000 ppm

Sebanyak 1,0000 g rhodamin B secara teliti dalam gelas beker dan dilarutkan dengan akuadem. Lalu, dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 mL serta ditambahkan akuadem sampai tanda batas.

3.4.1.5 Pembuatan larutan standar rhodamin B

Diambil larutan induk rhodamin B 1000 ppm sebanyak 0,10; 0,50; 1,0; 1,5 dan 2,0 mL secara kuantitatif kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuadem sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan standar rhodamin B dengan konsentrasi 1, 5, 10, 15, dan 20 ppm.

3.4.1.6 Pembuatan larutan sampel rhodamin B

Larutan induk rhodamin B 1000 ppm diambil secara kuantitatif sebanyak 12,50 mL menggunakan buret, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan akuadem sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan sampel rhodamin B dengan konsentrasi 25 ppm.

3.4.2 Penentuan panjang gelombang maksimum rhodamin B

Larutan standar rhodamin B diukur absorbansinya dengan alat spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan panjang gelombang maksimum dari larutan rhodamin B dengan blangko akuadem.

3.4.3 Pembuatan kurva standar rhodamin B

Kurva standar rhodamin B diperoleh dari pengukuran absorbansi larutan standar rhodamin B dengan konsentrasi 1, 5, 10, 15, dan 20 ppm pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh. Pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan blangko akuadem. Absorbansi yang terukur dari masing-masing larutan standar dibuat kurva kalibrasinya dengan sumbu x sebagai konsentrasi larutan standar (ppm) dan sumbu y sebagai absorbansi yang dihasilkan oleh larutan standar. Dari grafik didapatkan persamaan regresi linier sebagai berikut :

$$y = bx + a \quad (3.1)$$

3.4.4 Pembuatan katalis zeolit terimpregnasi TiO₂ (TiO₂/zeolit)

Pada penelitian ini, katalis yang digunakan untuk mendegradasi zat warna rhodamin B adalah katalis TiO₂/zeolit. Katalis ini dapat diperoleh dengan mencampur TiO₂ dengan zeolit.

3.4.4.1 Preparasi zeolit alam

Sebanyak 500 g zeolit alam Malang digerus menggunakan cawan mortar sampai halus. Zeolit alam direndam dengan 2 L akuadem kemudian diaduk menggunakan stirrer magnetik selama 5 jam. Zeolit dipisahkan dari filtrat dan dipanaskan dalam oven pada suhu 100-120°C selama 5 jam. Selanjutnya, dilakukan kalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 400°C selama 5 jam. Zeolit yang sudah dilakukan kalsinasi diayak dengan pengayak 200 *mesh*.

3.4.4.2 Karakterisasi zeolit alam

Zeolit alam yang sudah dipreparasi dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer IR dan XRD untuk mengetahui gugus fungsi serta struktur kristal penyusun zeolit.

3.4.4.3 Impregnasi TiO₂ terhadap zeolit

Katalis TiO₂/zeolit dibuat dengan cara mencampurkan 20 g zeolit yang telah dipreparasi dengan 1 g TiO₂ dan 20 mL etanol absolut sambil diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 5 jam. Campuran TiO₂/zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 100-120°C selama 5 jam. Selanjutnya dilakukan kalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 400°C selama 5 jam.

3.4.4.4 Karakterisasi katalis TiO₂/zeolit

Katalis TiO₂/zeolit dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer IR untuk mengetahui adanya gugus fungsi yang terdapat pada katalis dan XRD untuk mengidentifikasi struktur kristal dari katalis tersebut.

3.4.5 Penentuan waktu degradasi dan pH optimum

3.4.5.1 Penentuan waktu degradasi optimum

Sebanyak 500 mL larutan sampel rhodamin B 25 ppm dalam gelas piala 1000 mL ditambah 0,5 g TiO_2 /zeolit dan 100 μL larutan H_2O_2 15%. Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 15 menit terlebih dahulu supaya homogen dan diiradiasi dalam reaktor dengan sinar UV 3 x 8 Watt selama 3 jam. Pada selang menit ke-5, 10, 20, 30, 45, 60, 120, dan 180 menit larutan diambil sebanyak 7 mL dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dengan blangko akuadem. Waktu degradasi yang memberikan konsentrasi rhodamin B sisa yang paling sedikit dinyatakan sebagai waktu degradasi optimum.

3.4.5.2 Penentuan pH optimum

Sebanyak 500 mL larutan sampel rhodamin B 25 ppm dilakukan pengaturan pH-nya pada pH 4, 5, 6, 7, 8, dan 9. Untuk pH 4 dan 5, larutan sampel ditambahkan dengan HCl 0,1 M. Sedangkan untuk pH 6, 7, 8, dan 9 ditambahkan NaOH 0,1 M. Selanjutnya, masing-masing larutan sampel yang sudah diatur pH-nya ditambahkan dengan 0,5 g TiO_2 /zeolit dan 100 μL larutan H_2O_2 15%. Setiap campuran diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 15 menit supaya homogen dan diiradiasi dengan sinar UV 3 x 8 Watt selama waktu optimum pada langkah 3.4.5.1. Larutan hasil degradasi diambil sebanyak 7 mL dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dengan blangko akuadem yang telah ditambahkan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M sesuai kondisi pH larutan sampel. Kondisi pH yang

memberikan konsentrasi rhodamin B sisa paling sedikit dinyatakan sebagai kondisi pH degradasi optimum.

3.4.6 Degradasi rhodamin B tanpa katalis

Sebanyak 500 mL larutan sampel rhodamin B 25 ppm dipindahkan ke dalam gelas piala 1000 mL tanpa ditambahkan katalis. Dilakukan pengaturan pH pada kondisi optimum. Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 15 menit supaya homogen dan diiradiasi dalam reaktor dengan sinar UV 3 x 8 Watt selama waktu optimum. Larutan diambil sebanyak 7 mL dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan blangko akuadem yang telah ditambahkan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M yang sesuai dengan kondisi pH optimum.

3.4.7 Degradasi rhodamin B dengan TiO₂

Sebanyak 500 mL larutan sampel rhodamin B 25 ppm dipindahkan ke dalam gelas piala 1000 mL, ditambahkan 0,5 g TiO₂ dan 100 µL larutan H₂O₂ 15% dengan pengaturan pH pada kondisi optimum. Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 15 menit supaya homogen dan diiradiasi dalam reaktor dengan sinar UV 3 x 8 Watt selama waktu optimum. Larutan diambil sebanyak 7 mL dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan blangko akuadem yang telah ditambahkan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M yang sesuai dengan kondisi pH optimum.

3.4.8 Degradasi rhodamin B dengan zeolit

Sebanyak 500 mL larutan sampel rhodamin B 25 ppm dipindahkan ke dalam gelas piala 1000 mL ditambah 0,5 g zeolit dan 100 μ L larutan H₂O₂ 15% dengan pengaturan pH pada kondisi optimum. Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 15 menit supaya homogen dan diiradiasi dalam reaktor dengan sinar UV 3 x 8 Watt selama waktu optimum. Larutan diambil sebanyak 7 mL dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan blangko akuadem yang telah ditambahkan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M yang sesuai dengan kondisi pH optimum.

3.4.9 Degradasi rhodamin B dengan TiO₂/zeolit

Sebanyak 500 mL larutan sampel rhodamin B 25 ppm dipindahkan ke dalam gelas piala 1000 mL ditambah 0,5 g TiO₂/zeolit dan 100 μ L larutan H₂O₂ 15% dengan pengaturan pH pada kondisi optimum. Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik (*stirrer*) selama 15 menit supaya homogen dan diiradiasi dalam reaktor dengan sinar UV 3 x 8 Watt selama waktu optimum. Larutan diambil sebanyak 7 mL dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan blangko akuadem yang telah ditambahkan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M yang sesuai dengan kondisi pH optimum. Konsentrasi rhodamin B hasil degradasi dapat ditentukan melalui kurva standar rhodamin B.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan proses degradasi zat warna rhodamin B secara fotokatalitik menggunakan zeolit terimpregnasi TiO_2 ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) dengan hidrogen peroksida (H_2O_2) serta lampu UV dengan daya 3x8 Watt sebagai sumber radiasi. Penelitian ini juga menentukan kondisi optimum degradasi yaitu lama waktu degradasi dan pH larutan.

4.1 Impregnasi TiO_2 Terhadap Zeolit ($\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$)

Sebelum proses impregnasi TiO_2 terhadap zeolit ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) dilakukan, zeolit alam yang berperan sebagai material berpendukung harus dipreparasi terlebih dahulu. Preparasi zeolit alam meliputi berbagai proses yaitu penggerusan, pengayakan, perendaman, pengeringan, dan pemanasan. Padatan zeolit alam yang sudah dihaluskan dan diayak, direndam dengan akuadem agar pengotor atau impuritis yang bersifat larut dalam air dapat hilang dari zeolit. Selanjutnya, dilakukan dekantasi agar filtrat dapat terpisah dari suspensi zeolit. Suspensi tersebut dikeringkan dalam oven agar molekul-molekul air dan molekul-molekul organik yang tersisa dalam pori-pori zeolit dapat menguap. Setelah kering, zeolit dipanaskan dalam *furnace* pada 400°C selama 5 jam. Proses kalsinasi ini dilakukan agar pengotor alam yang berupa oksida logam dapat hilang melalui proses pemanasan (Utubira dkk, 2006).

Katalis TiO_2 /zeolit dibuat dengan melakukan pencampuran antara zeolit hasil preparasi dengan TiO_2 dan etanol absolut. Campuran tersebut diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Katalis dikeringkan dalam oven untuk mengeringkan campuran dari etanol. Setelah kering, dilakukan pemanasan menggunakan *furnace* pada suhu 400°C selama 5 jam untuk membersihkan pori-pori dari partikel TiO_2 yang tidak terikat dengan baik pada permukaan zeolit (Fatimah dkk, 2006).

Penggunaan zeolit (material pendukung) yang bersifat adsorpsi dikombinasikan dengan TiO_2 (material yang didukung) yang merupakan semikonduktor yang memiliki kemampuan dalam degradasi fotokatalitik diharapkan dapat meningkatkan aktivitas degradasi zat warna rhodamin B. Untuk mengetahui apakah proses impregnasi TiO_2 terhadap zeolit mempengaruhi struktur kristal dan gugus-gugus fungsi, maka baik zeolit maupun TiO_2 /zeolit dikarakterisasi menggunakan spektrofometer IR dan *X-ray diffraction* (XRD).

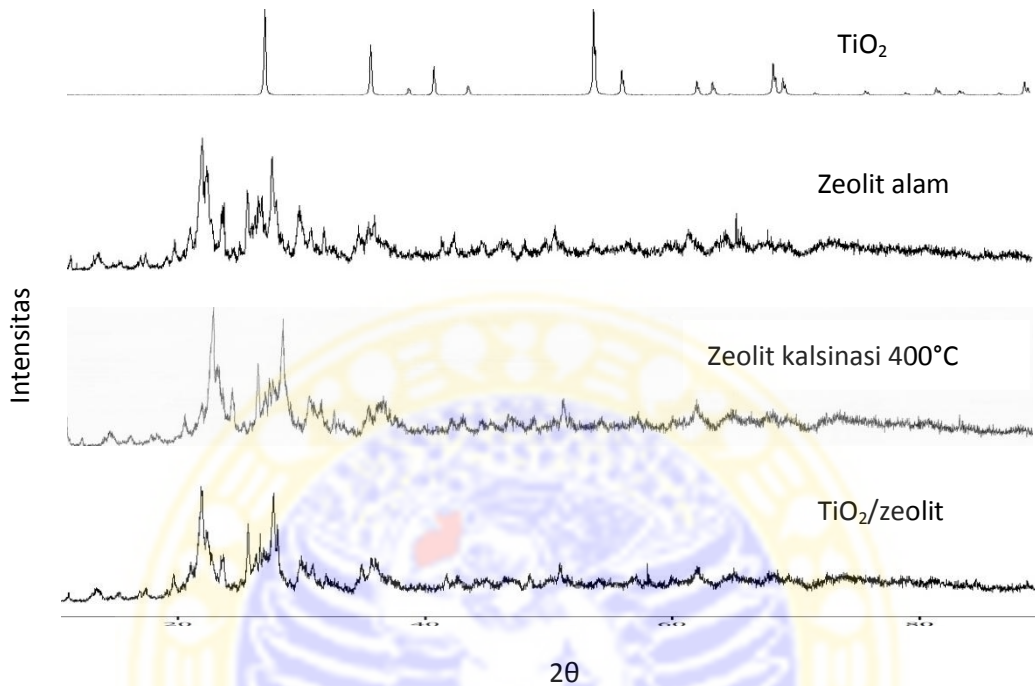
4.2 Karakterisasi Zeolit dan Katalis TiO_2 /Zeolit

Untuk mengetahui struktur kristal dan gugus fungsi penyusun, baik zeolit maupun TiO_2 /zeolit, dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer IR dan *X-ray diffraction* (XRD).

4.2.1 Karakterisasi dengan *X-ray diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang berperan dalam menentukan karakter mineral yang menyusun suatu kristal. Difraksi sinar-X dapat memperlihatkan distribusi kerapatan elektronik dari atom-atom penyusun suatu

kristal dan memberikan data sudut-sudut difraksi tersebut (Glusker dan Trueblood, 1985).



Gambar 4.1. Perbandingan difraktogram TiO_2 , zeolit, dan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$

Pola XRD pada difraktogram TiO_2 menunjukkan bahwa terdapat tiga puncak tertinggi yaitu pada daerah 2θ sekitar $27,45^\circ$, $36,09^\circ$, dan $54,33^\circ$ dengan intensitas relatif sebesar 100%, 58,16%, dan 99,12%. Puncak-puncak pada difraktogram TiO_2 tersebut merupakan karakteristik bahwa kristal TiO_2 yang digunakan dalam penelitian ini adalah *rutile* (Thamaphat dkk, 2008). Untuk pola difraktogram pada zeolit alam, terlihat jelas pada gambar bahwa posisi puncak-puncaknya berada pada rentang sudut difraksi (2θ) antara $10\text{-}30^\circ$. Misalnya terdapat beberapa puncak tajam yaitu pada $9,81^\circ$, $13,42^\circ$, $19,69^\circ$, $20,98^\circ$, $21,97^\circ$, $22,33^\circ$, $23,73^\circ$, $25,66^\circ$, $26,84^\circ$, $27,69^\circ$, $28,04^\circ$, dan $29,87^\circ$. Puncak-puncak tajam

pada daerah sekitar 9° , 22° , dan 26° merupakan karakteristik dari salah satu mineral zeolit yaitu klinoptilolit. Sedangkan pada puncak-puncak sekitar 13° , 19° , 25° , 27° , dan 28° merupakan karakteristik dari mineral mordenit (Treacy dan Higgins, 2001; Utubira dkk, 2006). Dari hasil difraktogram zeolit alam tersebut, dapat disimpulkan bahwa zeolit alam yang digunakan dalam penelitian ini mengandung campuran mineral klinoptilolit dan mordenit. Namun, terdapat juga beberapa puncak yang terdapat pada difraktogram zeolit alam yang bukan merupakan puncak karakteristik dari mineral klinoptilolit dan mordenit yaitu puncak pada $20,98^\circ$, $23,73^\circ$, dan $29,87^\circ$. Puncak-puncak tersebut kemungkinan berasal dari senyawa pengotor atau *impurities* yang terdapat pada zeolit alam (Setiadi dan Pertiwi, 2007).

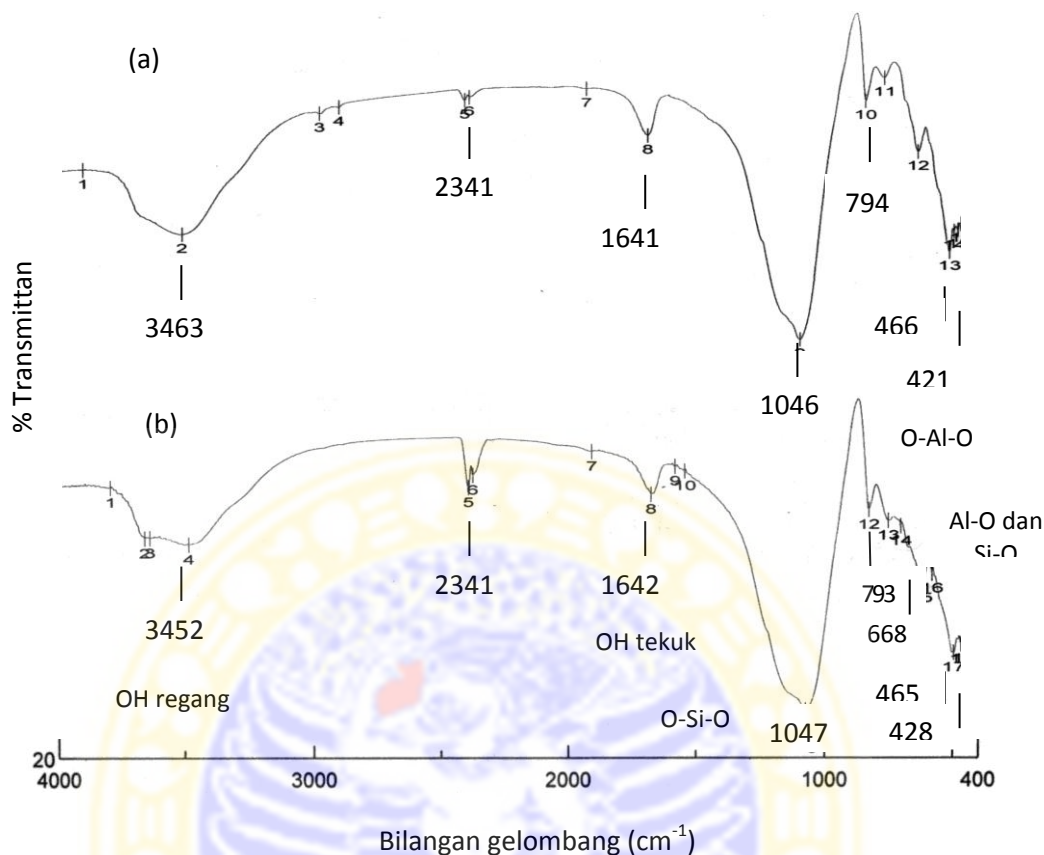
Pada difraktogram zeolit yang telah mengalami kalsinasi pada suhu 400°C tidak banyak mengalami perubahan yang signifikan jika dibandingkan dengan zeolit alam. Hal ini ditunjukkan dengan munculnya kembali puncak-puncak karakteristik dari klinoptilolit dan mordenit yang ada pada difraktogram zeolit. Tidak berubahnya puncak-puncak tersebut menandakan bahwa zeolit alam yang berasal dari daerah Malang mempunyai kestabilan struktur kerangka yang cukup tinggi walaupun terbentuknya secara alami (Setiadi dan Pertiwi, 2007). Fungsi kalsinasi ini pada zeolit alam sebenarnya bertujuan untuk menghilangkan senyawa-senyawa pengotor atau *impurities*. Hilangnya pengotor-pengotor tersebut dapat dibuktikan dari tidak adanya puncak-puncak yang dimungkinkan sebagai pengotor yang terdapat pada difraktogram zeolit alam.

Dari difraktogram TiO₂/zeolit tidak terlihat refleksi dari TiO₂ *rutile* secara jelas. Seharusnya, semua puncak-puncak yang menjadi karakteristik zeolit dan TiO₂ muncul pada difraktogram TiO₂/zeolit. Tidak munculnya puncak-puncak dari TiO₂ ini mungkin disebabkan karena kandungan TiO₂ yang terdapat dalam katalis TiO₂/zeolit hanya sebesar 5%. Padahal agar puncak TiO₂ dapat muncul pada difraktogram TiO₂/zeolit dibutuhkan kandungan TiO₂ dalam TiO₂/zeolit minimal 10% (Ulfa dan Prasetyoko, 2009).

4.2.2 Karakterisasi dengan spektrofotometer IR

Spektrofotometer IR digunakan untuk menentukan gugus fungsi dari zeolit dan TiO₂/zeolit dengan mengetahui struktur dan karakteristik ikatan pada kedua senyawa tersebut. Spektra dari zeolit dan TiO₂/zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Karakterisasi zeolit dan TiO₂/zeolit menggunakan IR dilakukan untuk mengetahui adanya gugus-gugus fungsional secara kualitatif. Pada spektra zeolit, terdapat serapan pada bilangan gelombang 3463 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik untuk O-H regang dari H₂O. Serapan ini diperkuat oleh serapan pada bilangan gelombang 1641 cm⁻¹ yang merupakan serapan dari H₂O (O-H tekuk). Serapan pada bilangan gelombang 1046 cm⁻¹ dan 794 cm⁻¹ merupakan serapan regangan asimetris dan asimetris eksternal O-Si-O atau O-Al-O. Serapan pada bilangan gelombang 466 cm⁻¹ adalah karakteristik ikatan Al-O dan Si-O.



Gambar 4.2. Perbandingan (a) Spektra IR zeolit dan (b) Spektra IR TiO₂/zeolit

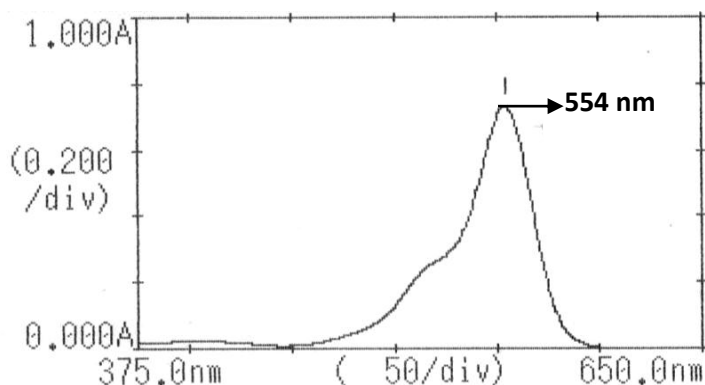
Pada spektra IR TiO₂/zeolit menunjukkan adanya pergeseran serapan bilangan gelombang pada 3452 cm⁻¹ yang merupakan serapan ikatan O-H regang yang menunjukkan terjadinya dehidrasi akibat proses pemanasan (Utubira dkk, 2006). Pada spektra TiO₂/zeolit juga muncul kembali bilangan gelombang 1642 cm⁻¹ yang berasal dari ikatan O-H. Dari hasil analisis IR ini sudah dapat dipastikan menempelnya partikel-partikel TiO₂ pada permukaan zeolit, yaitu dengan munculnya serapan pada daerah 2341 cm⁻¹, 668 cm⁻¹ dan 428 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik dari TiO₂ (Utubira dkk, 2006).

Sebenarnya, pada spektra zeolit juga terdapat serapan pada daerah sekitar 2341 cm^{-1} dan 421 cm^{-1} . Munculnya serapan-serapan tersebut diduga karena zeolit yang digunakan masih mengandung logam titanium (Ti) yang menjadi salah satu komposisi unsur dalam zeolit alam Turen Malang. Hasil karakterisasi untuk mengetahui kandungan zeolit alam Turen Malang dengan menggunakan XRF dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Dari penjelasan mengenai gugus fungsi pada spektra IR di atas, metode yang digunakan dalam penelitian ini untuk mengimpregnasi TiO_2 dalam zeolit telah berhasil dilakukan.

4.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B

Panjang gelombang maksimum (λ_{max}) merupakan panjang gelombang yang mempunyai absorpsi maksimum. Nilai panjang gelombang maksimum ditentukan dari pengukuran larutan rhodamin B menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran panjang gelombang dilakukan pada daerah tampak (*visible*) yaitu 380-780 nm. Dari Gambar 4.3. terlihat bahwa panjang gelombang maksimum rhodamin B terdapat pada $\lambda = 554\text{ nm}$.



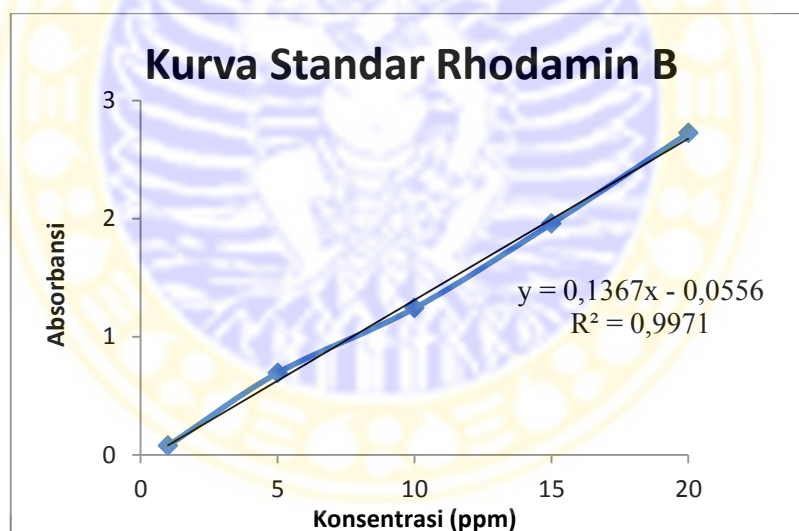
Gambar 4.3. Panjang gelombang maksimum rhodamin B

4.4 Penentuan Kurva Standar Rhodamin B

Larutan standar rhodamin B 1, 5, 10, 15, dan 20 ppm ditentukan absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum rhodamin B yaitu 554 nm. Dari kurva standar, didapat persamaan regresi dalam bentuk $y = bx + a$.

Tabel 4.1. Hasil pengukuran larutan standar rhodamin B

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	1	0,076
2	5	0,693
3	10	1,242
4	15	1,957
5	20	2,725



Gambar 4.4. Kurva standar rhodamin B

Dari Gambar 4.4. menunjukkan persamaan regresi rhodamin B yaitu $y=0,1367x - 0,0556$ dan koefisien relasi (R^2) sebesar 0,998. Koefisien relasi ini menunjukkan linieritas kurva. Dengan menggunakan persamaan regresi dari kurva standar rhodamin B, dapat dihitung konsentrasi rhodamin B sisa dalam

larutan sampel dengan cara memasukkan nilai absorbansi sampel pada fungsi y dari persamaan regresi tersebut.

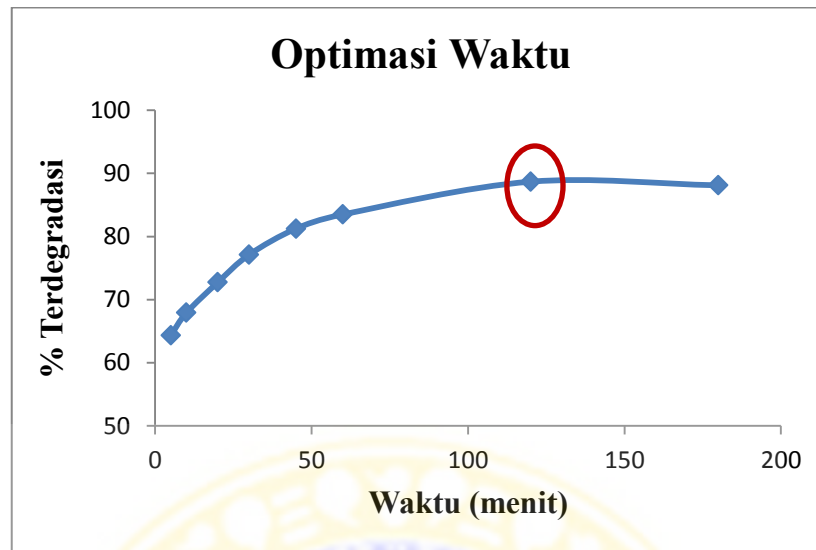
4.5 Optimasi Waktu Degradasi dan pH Rhodamin B

4.5.1 Optimasi waktu degradasi rhodamin B

Waktu degradasi optimum adalah waktu degradasi yang memberikan konsentrasi rhodamin B sisa paling sedikit. Dapat juga dikatakan bahwa waktu degradasi optimum adalah waktu di mana larutan sampel rhodamin B mengalami persentase degradasi paling besar. Penentuan waktu degradasi optimum dilakukan dengan menambahkan TiO₂/zeolit dan larutan H₂O₂ 15% pada larutan sampel rhodamin B 25 ppm. Campuran diirradiasi dalam reaktor selama 3 jam. Pada selang menit ke-5, 10, 20, 30, 45, 60, 120, dan 180 menit larutan diambil dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis menggunakan blanko akuadem pada panjang gelombang maksimum (554 nm). Hasil optimasi waktu dapat dilihat pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.5.

Tabel 4.2. Hasil pengukuran penentuan waktu optimum

No.	Waktu degradasi (menit)	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	5	1,097	8,472	66,11%
2	10	0,992	7,701	69,19%
3	20	0,852	6,666	73,33%
4	30	0,724	5,725	77,10%
5	45	0,603	4,835	80,65%
6	60	0,537	4,352	82,59%
7	120	0,385	3,235	87,05%
8	180	0,402	3,361	86,55%



Gambar 4.5. Kurva optimasi waktu degradasi rhodamin B

Hasil optimasi waktu degradasi menunjukkan bahwa banyaknya rhodamin B yang terdegradasi meningkat hingga menit ke-120. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu degradasi, maka semakin banyak kontak yang terjadi antara rhodamin B dengan katalis. Akibatnya, semakin banyak molekul rhodamin B yang terdegradasi. Setelah mencapai menit ke-180, proses degradasi tidak meningkat secara signifikan. Oleh karena itu, menit ke-120 dipilih sebagai waktu optimum dengan persentase terdegradasi sebesar 87,05%. Waktu optimum ini akan digunakan pada proses degradasi berikutnya.

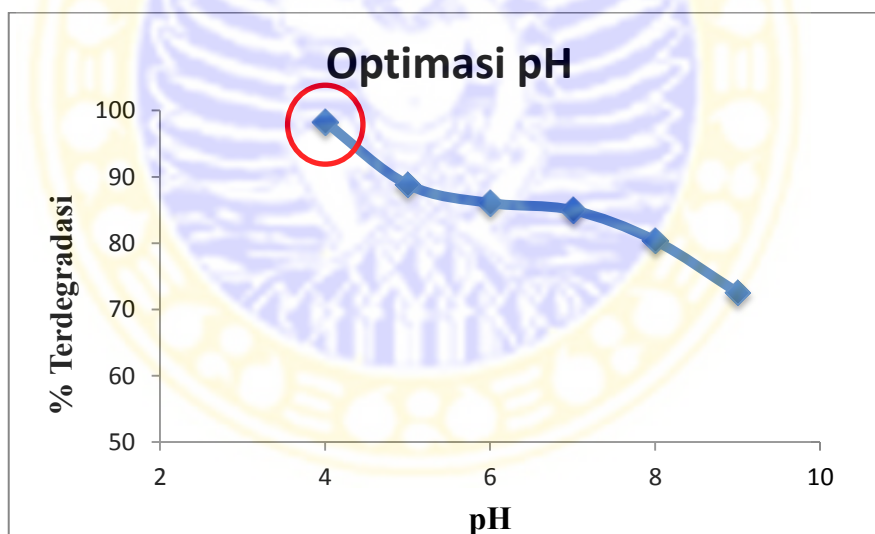
4.5.2 Optimasi pH degradasi rhodamin B

Nilai pH merupakan salah satu parameter penting pada proses degradasi. Nilai suatu pH larutan dapat memberikan pengaruh pada muatan permukaan TiO_2 , kekuatan ionik, sifat zat warna dan mempengaruhi proses adsorpsi zat warna pada partikel TiO_2 (Palupi, 2006). Pada penelitian ini, optimasi pH dilakukan dengan

melakukan variasi pH larutan rhodamin B pada pH 4, 5, 6, 7, 8, dan 9. Larutan rhodamin B dengan pH yang telah ditentukan ditambahkan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$, H_2O_2 , dan waktu irradiasi selama 120 menit dalam reaktor fotokatalitik. Hasil optimasi pH dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.6.

Tabel 4.3. Hasil pengukuran penentuan pH optimum

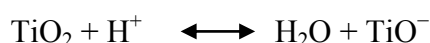
No.	pH	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	4	0,104	1,169	95,32%
2	5	0,380	3,199	87,21%
3	6	0,462	3,801	84,79%
4	7	0,493	4,029	83,88%
5	8	0,627	5,015	79,94%
6	9	0,855	6,691	73,24%



Gambar 4.6. Kurva optimasi pH degradasi rhodamin B

Dari Gambar 4.6 dapat disimpulkan bahwa rhodamin B lebih mudah terdegradasi pada pH asam daripada pH basa. Hal ini dapat dijelaskan dengan teori pH_{pzc} (point of zero charge). Nilai pH_{pzc} dapat diartikan sebagai nilai pH

dimana permukaan suatu oksida tidak bermuatan. Nilai pH_{pzc} untuk TiO_2 adalah 6,8 (Fang-bai dkk, 2001; Barka dkk, 2008). Permukaan titanium pada TiO_2 akan bermuatan positif pada kondisi asam ($pH < 6,8$), sedangkan akan bermuatan negatif pada kondisi basa ($pH > 6,8$). Reaksi TiO_2 dalam asam dan basa (Barka dkk, 2008) dapat ditulis sebagai berikut.

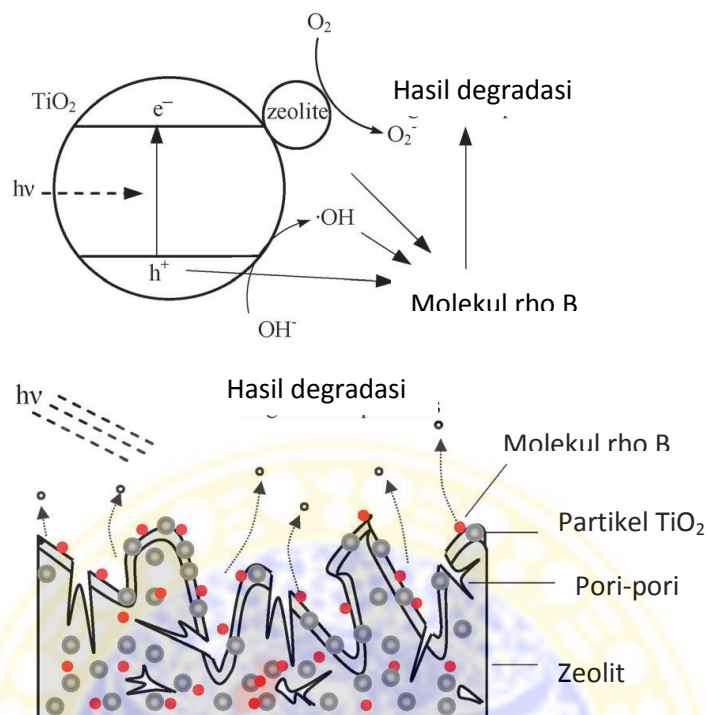


Dalam pelarut air, rhodamin B termasuk dalam zat warna anionik karena mengandung gugus hidroksil yang bermuatan negatif. Adanya interaksi elektrostatik (tarik-menarik) antara permukaan titanium dioksida yang bermuatan positif dengan anion dari rhodamin B yang bermuatan negatif menghasilkan adsorpsi yang kuat dari pendukung oksida logam TiO_2 yaitu zeolit. Sebaliknya, pada pH basa TiO_2 akan bermuatan negatif sehingga akan terjadi gaya tolak-menolak dengan anion rhodamin B. Hal ini menyebabkan sulitnya rhodamin B untuk diadsorpsi oleh pendukung TiO_2 (zeolit) (Fang-bai, 2001). Berdasarkan hasil analisis tersebut, maka pH 4 dipilih sebagai pH optimum dalam mendegradasi zat warna rhodamin B.

4.6 Degradasi Rhodamin B dengan TiO_2 /Zeolit pada Kondisi Optimum

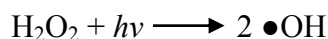
Larutan sampel rhodamin B 25 ppm didegradasi menggunakan katalis TiO_2 /zeolit dan H_2O_2 dengan waktu degradasi 120 menit dan pH 4. Berdasarkan hasil penelitian, degradasi rhodamin B menggunakan katalis TiO_2 /zeolit dapat mendegradasi larutan sampel rhodamin B 25 ppm sebesar 95,55%. Kemampuan

TiO₂/zeolit dalam mendegradasi zat warna ini tak lepas dari kemampuan oksida titanium (Ti) yang merupakan suatu material semikonduktor dengan struktur elektronik yang khas yaitu memiliki pita valensi yang berisi elektron dan pita konduksi yang masih kosong. Hal ini mengakibatkan saat katalis TiO₂/zeolit dikenai sinar UV, elektron akan mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi (menghasilkan e_{cb}⁻) yang menyebabkan adanya kekosongan atau *hole* (h_{cb}⁺) yang dapat berperan sebagai muatan positif. Selanjutnya *hole* (h_{cb}⁺) akan bereaksi dengan hidroksida logam yaitu hidroksida titan yang terdapat dalam larutan membentuk radikal hidroksida logam yang merupakan oksidator kuat untuk mengoksidasi rhodamin B. Elektron (e_{cb}⁻) pada permukaan semikonduktor dapat terjebak dalam hidroksida logam dan dapat bereaksi dengan penangkap elektron yang ada dalam larutan misalnya H₂O atau O₂ membentuk radikal hidroksil (•OH) atau superoksida (O₂⁻) yang akan mengoksidasi rhodamin B dalam larutan (Fatimah dkk, 2006). Skema proses degradasi rhodamin B oleh katalis TiO₂/zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.7 berikut.



Gambar 4.7. Skema proses degradasi fotokatalitik dan adsorpsi pada rhodamin B oleh $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ (You-ji dan Wei, 2011)

Selain menggunakan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ sebagai katalis dalam proses degradasi, dalam penelitian ini juga digunakan larutan H_2O_2 15%. Hidrogen peroksida (H_2O_2) merupakan sumber radikal OH ($\bullet\text{OH}$) dan berperan sebagai oksidator kuat pada saat proses degradasi. Reaksi dalam menghasilkan radikal hidroksil (Fang-bai, 2001) ditunjukkan oleh persamaan reaksi sebagai berikut :

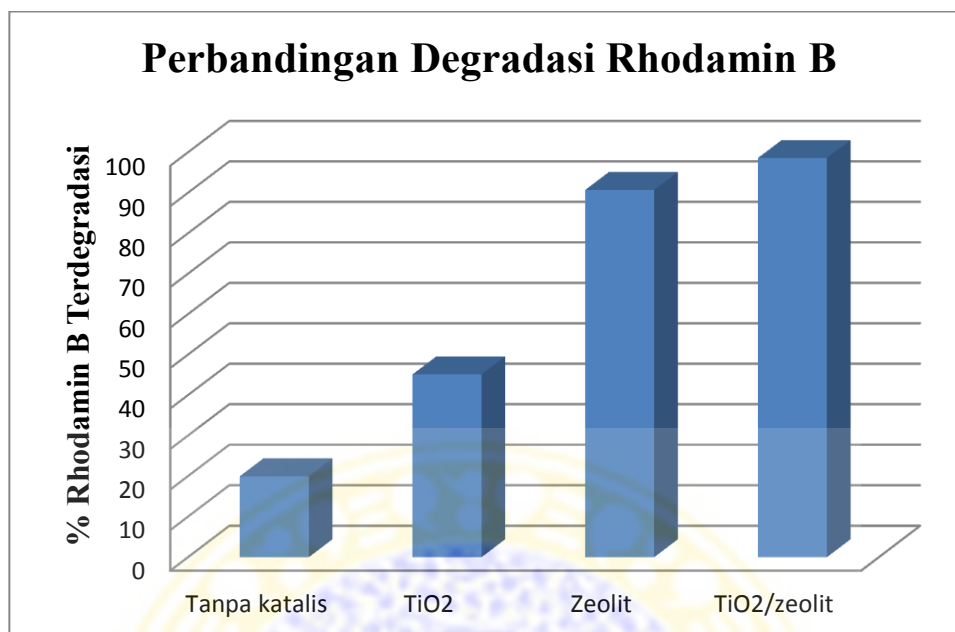


Radikal-radikal OH, baik yang berasal dari $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ maupun H_2O_2 , akan terus-menerus terbentuk selama sinar UV masih mengenai $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dan akan menyerang rhodamin B yang ada pada permukaan katalis sehingga rhodamin B mengalami degradasi (Fatimah dkk, 2006).

Setelah mengetahui hasil % terdegradasi menggunakan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$, kemudian hasil tersebut dibandingkan dengan % terdegradasi menggunakan zeolit, TiO_2 , dan tanpa katalis. Perbandingan ini dilakukan untuk mengetahui apakah dengan adanya zeolit sebagai material berpendukung terhadap TiO_2 ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) memiliki kemampuan degradasi yang lebih besar dalam mendegradasi rhodamin B. Hasil degradasi rhodamin B dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.8.

Tabel 4.4. Hasil degradasi rhodamin B tanpa katalis, menggunakan TiO_2 , zeolit, dan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$

Replikasi ke-	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi	Rata-rata
Tanpa katalis				
1	2,669	19,931	20,22%	19,96%
2	2,679	20,004	19,93%	
3	2,686	20,056	19,72%	
TiO_2				
1	1,805	13,611	45,52%	45,10%
2	1,824	13,750	44,96%	
3	1,829	13,786	44,82%	
Zeolit				
1	0,268	2,367	90,52%	90,69%
2	0,267	2,360	90,55%	
3	0,252	2,250	90,99%	
$\text{TiO}_2/\text{zeolit}$				
1	0,091	1,072	95,71%	95,55%
2	0,105	1,175	95,30%	
3	0,093	1,087	95,65%	



Gambar 4.8. Diagram batang perbandingan degradasi rhodamin B

Dari gambar di atas, dapat dilihat bahwa degradasi rhodamin B menggunakan TiO₂/zeolit memiliki kemampuan degradasi yang lebih besar daripada menggunakan zeolit, TiO₂, dan tanpa katalis. Katalis TiO₂/zeolit dapat mendegradasi rhodamin B sebesar 95,55%. Sedangkan degradasi rhodamin menggunakan zeolit dan TiO₂ dapat mendegradasi sebesar 90,69% dan 45,10%. Zat warna rhodamin B tanpa adanya katalis mengalami degradasi sebesar 19,96%.

Pada Gambar 4.8 juga terlihat adanya perbedaan hasil degradasi yang tipis antara degradasi rhodamin B menggunakan TiO₂/zeolit dengan menggunakan zeolit. Penelitian ini membuktikan proses impregnasi TiO₂ ke dalam zeolit tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap proses degradasi zat warna rhodamin B. Hal ini diduga karena partikel-partikel TiO₂ tidak menyebar rata pada permukaan zeolit. Jadi, kemungkinan proses yang terjadi pada degradasi zat warna rhodamin B adalah proses adsorpsi yang berasal dari zeolit.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Zeolit alam asal Turen Malang yang digunakan dalam penelitian merupakan mineral klinoptilolit dan mordenit. Katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dapat dibuat dengan cara menambahkan zeolit dengan TiO_2 dan etanol absolut. Hasil karakterisasi $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ menggunakan difraksi sinar-X dan spektrofotometri IR menunjukkan bahwa $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ berhasil dibuat. Hal ini ditunjukkan dengan munculnya serapan khas dari TiO_2 pada spektra $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$.
2. $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ mampu mendegradasi rhodamin B dengan hasil optimal pada pH 4 selama 120 menit. Pada penelitian ini juga terbukti bahwa hasil degradasi rhodamin B oleh $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ (95,55%) lebih besar jika dibandingkan degradasi dengan menggunakan zeolit, TiO_2 , dan tanpa katalis, yaitu secara berturut-turut 90,69%, 45,10%, dan 19,96%.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian adalah adanya penelitian yang lebih mendalam mengenai berbagai optimasi yang berkaitan dengan degradasi zat warna rhodamin B. Optimasi-optimasi lain yang bisa ditambahkan antara lain volume optimum larutan H_2O_2 , massa zeolit dan TiO_2 yang digunakan dalam pembuatan

TiO₂/zeolit, intensitas lampu UV, dan masih banyak lagi sehingga didapatkan hasil degradasi zat warna rhodamin B yang lebih baik lagi.



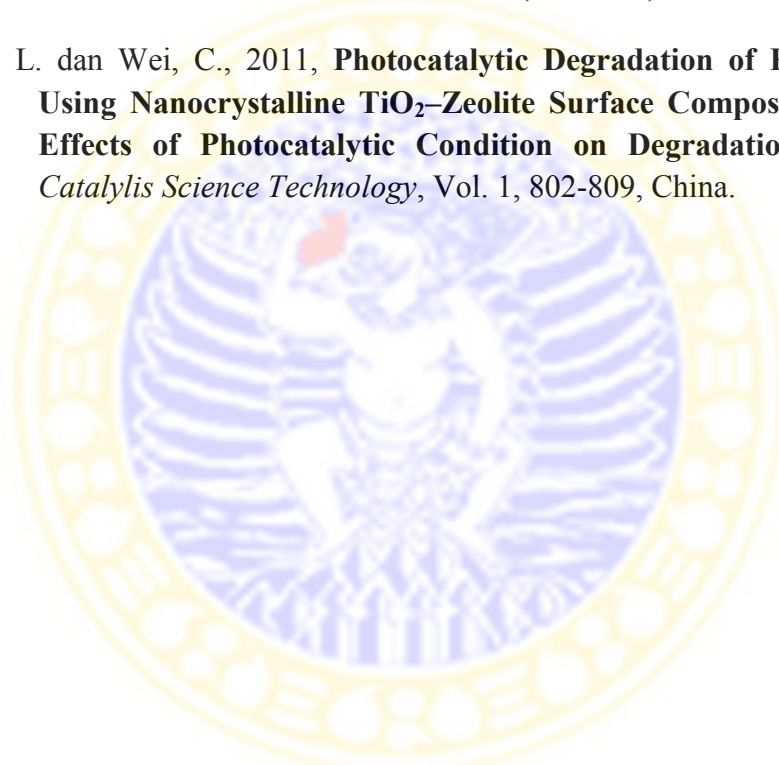
DAFTAR PUSTAKA

- Andayani, W. dan Sumartono, A., 2007, **The Use of TiO₂-Zeolit as a Catalyst on the Degradation Process of Erionil Red Dye**, *Indonesian Journal of Chemistry*, Vol. 7, No. 1, 141-146, Jakarta.
- Arbianti, R. dan Slamet, Bismo, S., 2007, **Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO₂ serta Aplikasinya sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik**, *DIKTI-Hibah Bersaing*, Jakarta.
- Arief, S., Safni, Roza, P., 2007, **Degradasi Senyawa Rhodamin B Secara Sonolisis dengan Penambahan TiO₂ Hasil Sintesa Melalui Proses Sol-Gel**, *Jurnal Riset Kimia*, Vol.1, No.1, 64-70, Padang.
- Barka, N., Assabbane, A., Nounah, A., Dussaud, J., Ait Ichou, Y., 2008, **Photocatalytic Degradation of Methyl Orange with Immobilized TiO₂ Nanoparticles: Effect of pH and Some Inorganic Anions**, *Physical Chemistry News*, No. 41, 85-88, Maroc.
- Barka, N., Qourza, S., Assabbane, A., Nounah, A., Ait-ichou, Y., 2008, **Factors Influencing the Photocatalytic Degradation of Rhodamine B by TiO₂-Coated Non-Woven Paper**, *Journal of Photochemistry and Photobiology A : Chemistry*, No. 195, 346-351, Maroc.
- Braun, Robert D., 1987, *Introduction to Instrumental Analysis*, McGraw-Hill Co. Singapore.
- Egerton, R. F., 2005, *Physical Principles of Electron Microscopy: an Introduction to TEM, SEM, and AEM*, Springer Science + Business Media, Inc., USA.
- Erawati, T., Rosita, N., Retnosari, 2003, **Penentuan Daya Serap Zeolit Alam Malang Selatan Terhadap Biru Metilen dan Kuinin HCl**, *Majalah Farmasi Airlangga*, Vol.2, No.3, Surabaya.
- Fang-bai, L., Guo-bang, G., Guo-feng, H., Yun-li, G., Hong-fu, W., 2001, **TiO₂-Assisted Photo-Catalysis Degradation Process of Dye Chemicals**, *Journal of Environmental Sciences*, Vol. 13, No. 1, 64-68, China.
- Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., Kamalia, 2006, **Titan Dioksida Terdispersi Pada Zeolit Alam (TiO₂/Zeolit) dan Aplikasinya untuk Fotodegradasi Congo Red**, *Indonesian Journal of Chemistry*, Vol. 6, No. 1, 38-42, Yogyakarta.

- Glusker, J.P. dan Trueblood, K.N., 1985, *Crystal Structure Analysis: A primer*, 3rd edition, Oxford University Press, New York.
- Hoffmann, M.R., Martin, S.T., Choi, W., Bahneman, D.W, 1995, **Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis**, *Journal Chemical Reviews*, 69-96, USA.
- Huheey, James E., Keiter, Ellen A., Keiter, Richard L., 1993, *Inorganic Chemistry : Principles of Structure and Reactivity*, 4th edition, Harper Collins College Publishers, New York.
- Ismuyanto, B., 2005, **Penerapan Solidifikasi/Stabilisasi Pada Limbah Lumpur Industri Lapis Listrik**, *Penelitian Masalah Lingkungan di Indonesia*, Malang.
- Lee, J. D., 1994, *Concise Inorganic Chemistry*, 4th edition, Chapman and Hall Inc., USA.
- MacKay, K.M., MacKay, R.A., Henderson, W., 2002, *Introduction to Inorganic Chemistry*, 6th edition, Nelson Thornes Ltd., United Kingdom.
- Manurung, R., Hasibuan, R., Irvan, 2004, **Perombakan Zat Warna Azo Reaktif secara Anaerob-Aerob**, Medan.
- Maryadi, M., 2007, **Analisis Pertumbuhan Investasi Sektor Industri Tekstil Dan Produk Tekstil (TPT) Terhadap Perekonomian Indonesia : Analisis Input-Output**, *Skripsi*, Jurusan Ilmu Ekonomi, IPB, Bogor.
- Merck, 2000, *The Merck Index on CD-Room Version 12:3*, Merck & Co. Inc., USA.
- Ming-Chun, L. dan Chiu-Ping C., 2007, **Effect of Ferric Ions on the Photocatalytic Oxidation of 2-Chlorophenol With 256 and 365 nm UV Lights**, *Journal of Environmental Science and Health*, Vol. 17, No. 32, 249-256, Taiwan.
- Mulya, M. dan Suharman, 1995, *Analisis Instrumental*, Airlangga University Press, Surabaya.
- Nakamoto, K., 1986, *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*, 4th edition, John Wiley and Sons, Inc. USA.
- Otmer-Kirk, 1994, *Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol 17, 14th edition, John Wiley and Sons, Inc., USA.

- Otmer-Kirk, 1994, *Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol 20, 14th edition, John Wiley and Sons, Inc., USA.
- Palupi, E., 2006, ***Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis dan Foelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂***, Skripsi, Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, IPB, Bogor.
- Setiadi dan Pertiwi, A., 2007, **Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Untuk Konversi Senyawa Abe Menjadi Hidrokarbon**, *Prosiding Kongres Dan Simposium Nasional Kedua MKICS 2007*, ISSN : 0216 – 4183, Jakarta.
- Sirimahachai, U., Pongpaichit, S., Wongnawa, S., 2009, **Evaluation of Bactericidal Activity of TiO₂ Photocatalysts : a Comparative Study of Laboratory-made and Commercial TiO₂ Sample**, *Sungklanakarinn Juurnaluf Science and Technology*, Vol. 31, No. 5, 517-525, Thailand.
- Sopyan, I., 1998, **Fotokatalisis Semikonduktor : Teori dan Terapan**, *Majalah BPTT Teknologi*, Volume LXXXVII, Jakarta.
- Supriyanti, A., 2007, **Aplikasi Lucutan Plasma Penghalang Dielektrik Berkonfigurasi Spiral Silinder Menggunakan Udara Bebas Sebagai Gas Sumber Untuk Menghasilkan Ozon**, Skripsi, Jurusan Fisika, FMIPA, UNDIP, Semarang.
- Suwarsa, S., 1998, **Penyerapan Zat Warna Tekstil BR. Red HE 7B Oleh Jerami Padi**, *Jurnal Matematika dan Sains*, Vol. 3, No. 1, 32-40, Bandung.
- Thamaphat, K., Limsuwan, P., Ngotawornchai, B., 2008, **Phase Characterization of TiO₂ Powder by XRD and TEM**, *Kasetsart Journal (National Science)*, Vol. 42, 357-361, Thailand.
- Treacy, M. dan Higgins, J., 2001, **Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites**, *Structure Commision of the International Zeolite Association*, 4th edition, Elsevier.
- Ulfa, M. dan Setyoko, D., 2009, **Synthesis and Characterization TiO₂/TS-1 with Variation of Calcination Temperature**, The 1st International Seminar on Science and Technology 2009 (ISSTEC 2009).
- University of Colorado, **Mineral Structure and Property Data**, TiO₂, <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html>, 20 November 2011.
- U.S., **Departement of Labor Occupational Safety and Health Administration**, Rhodamin B, <http://www.osha.gov>, 15 November 2011.

- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono, Sugiharto, E., 2006, **Preparasi dan Karakterisasi TiO₂-Zeolit Serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik**, *Indonesian Journal of Chemistry*, Vol. 6, No. 3, 231-237, Ambon.
- Wahyuni, S. dan Rahmawati, 2005, **Pemanfaatan Mesin Berkas Elektron untuk Mengolah Limbah Cair Industri**, *Majalah Media Kita*, Edisi Maret 2005.
- Yan, S., Wen-Ming, Q., Yoon, S., Mochida, I., 2005. **Toluene Adsorption On Various Activated Carbons With Different Pore Structures**, *Journal New Carbon Materials*, Vol.20, No. 4, 294-298, South Korea.
- You-Ji, L. dan Wei, C., 2011, **Photocatalytic Degradation of Rhodamine B Using Nanocrystalline TiO₂-Zeolite Surface Composite Catalysts: Effects of Photocatalytic Condition on Degradation Efficiency**, *Catalysis Science Technology*, Vol. 1, 802-809, China.

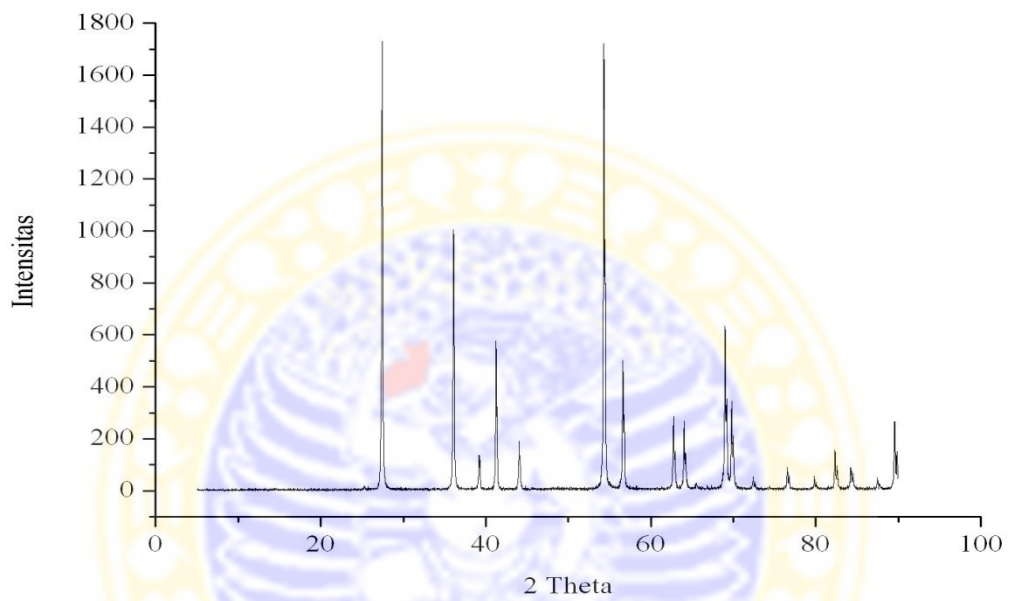


LAMPIRAN

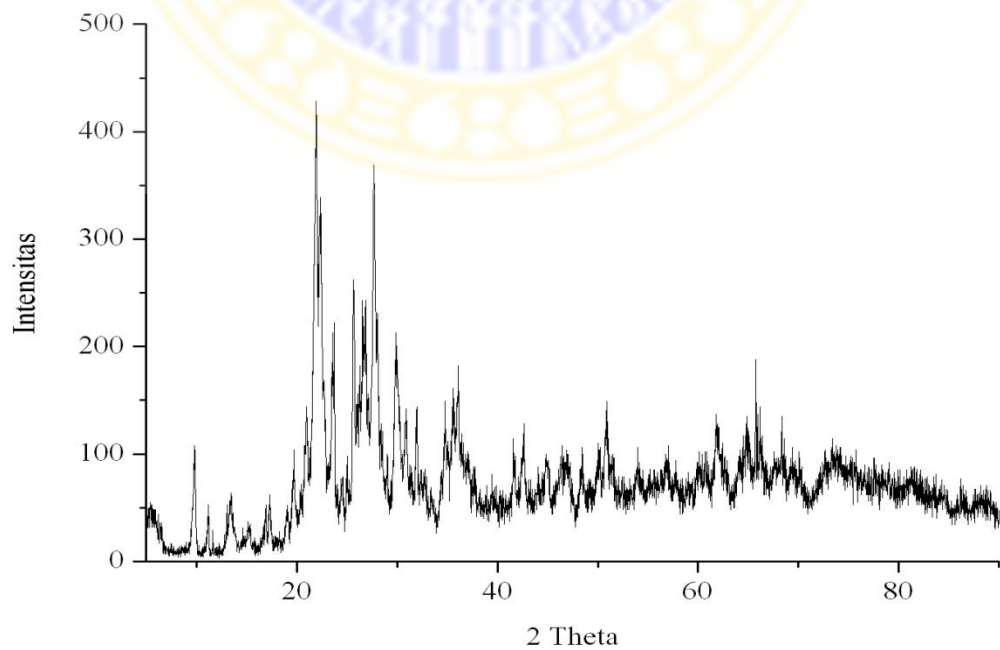
Lampiran 1

Karakterisasi Material

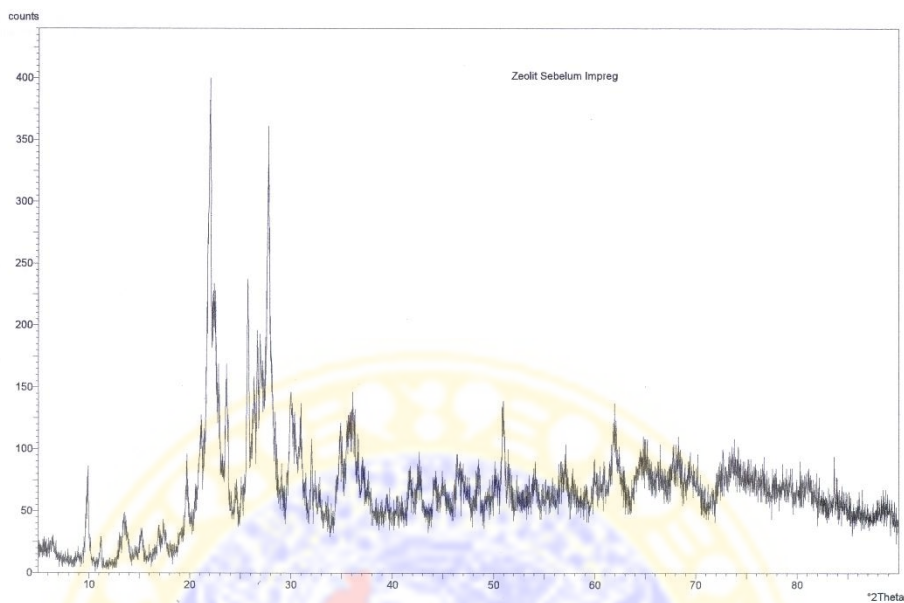
a. Difraktogram TiO_2



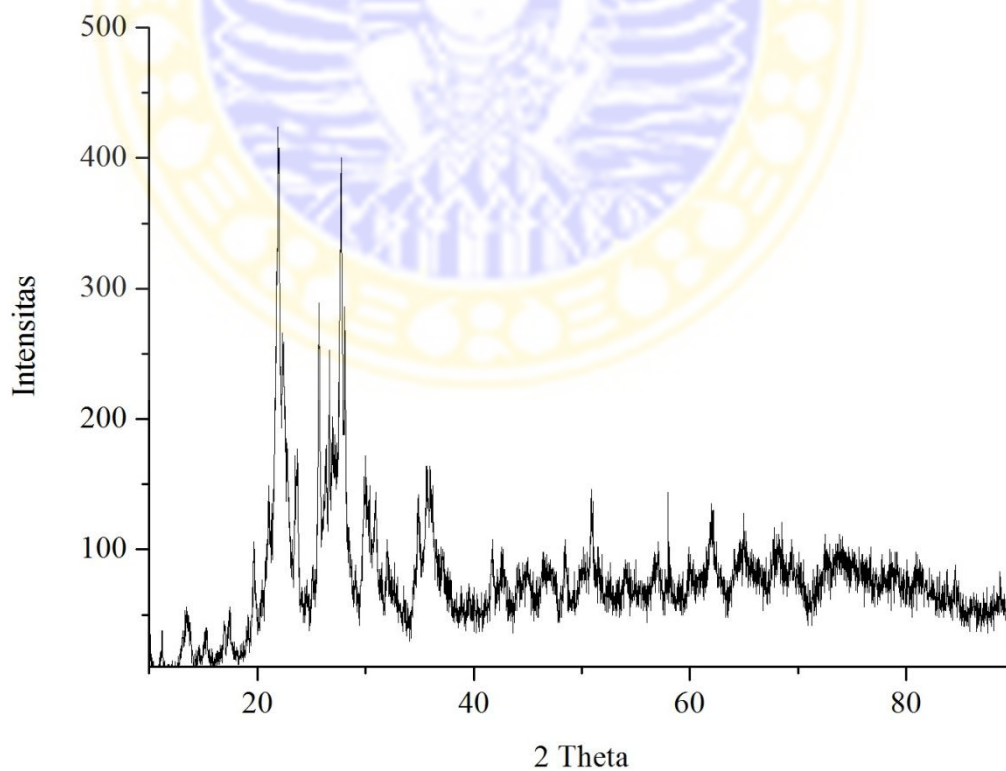
b. Difraktogram zeolit alam



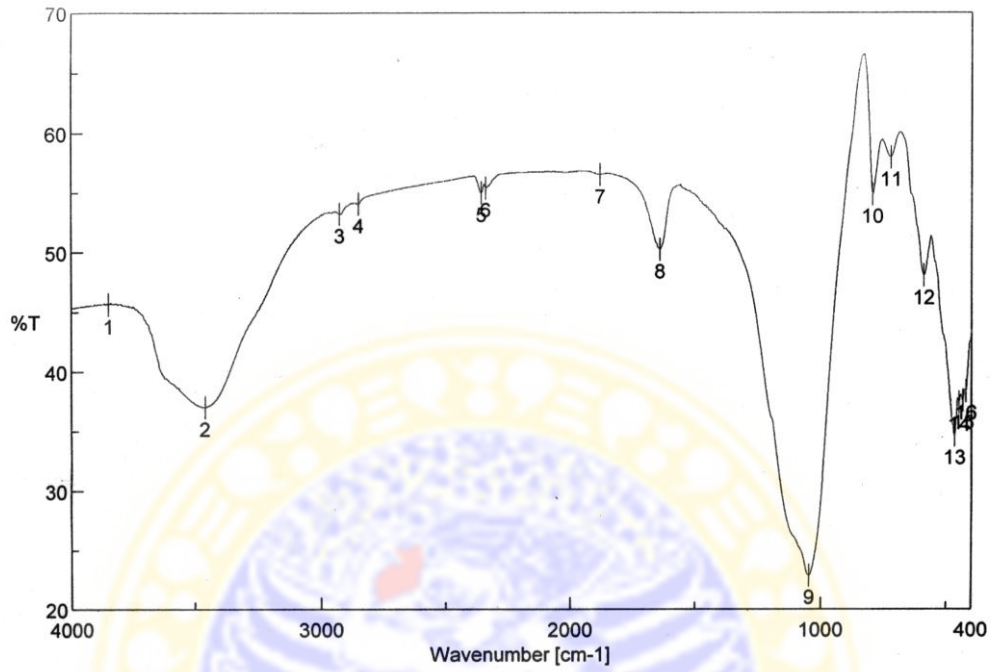
c. Difraktogram zeolit kalsinasi 400°C



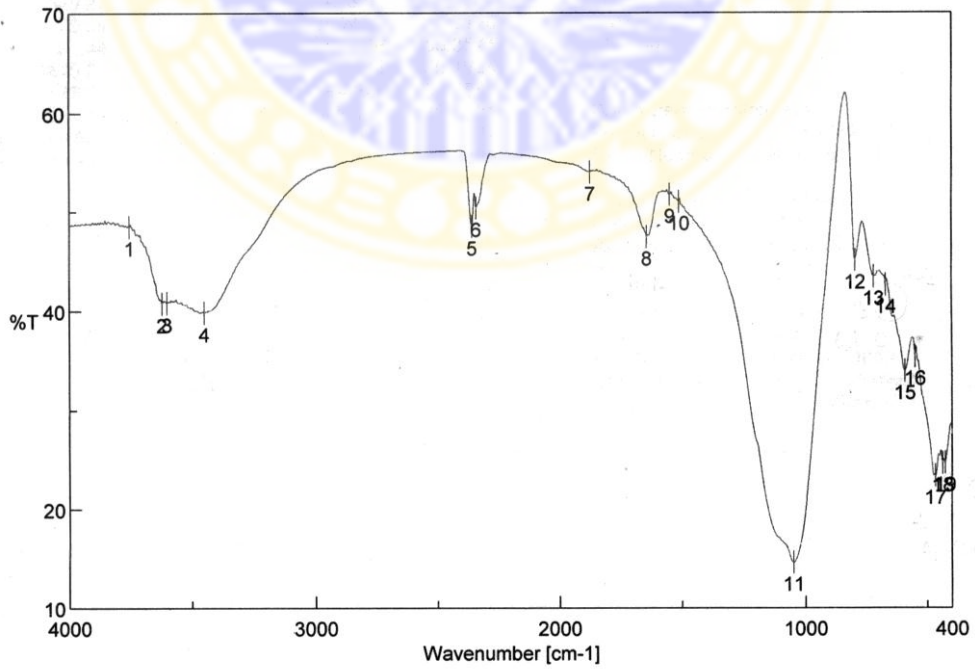
d. Difraktogram TiO₂/zeolit



e. Spektra IR zeolit

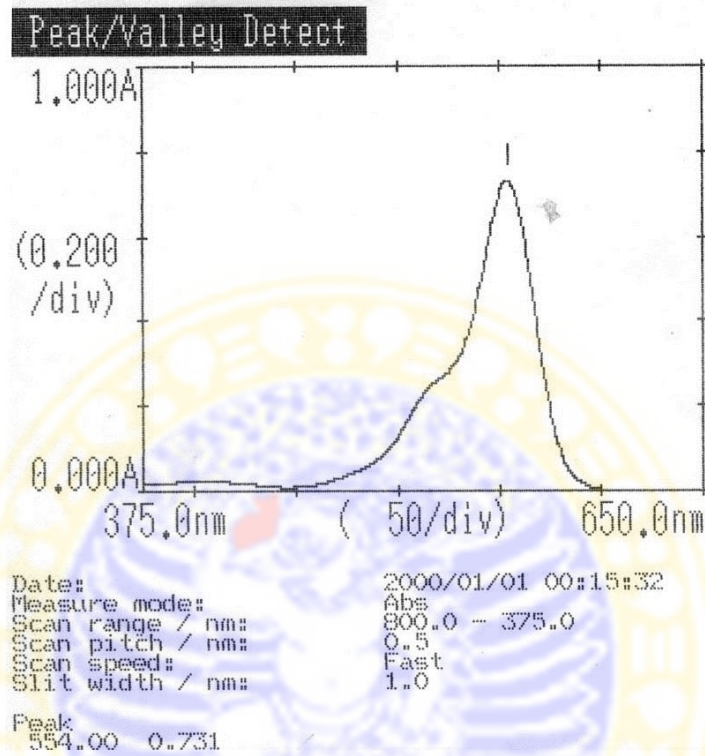


f. Spektra IR TiO₂/zeolit



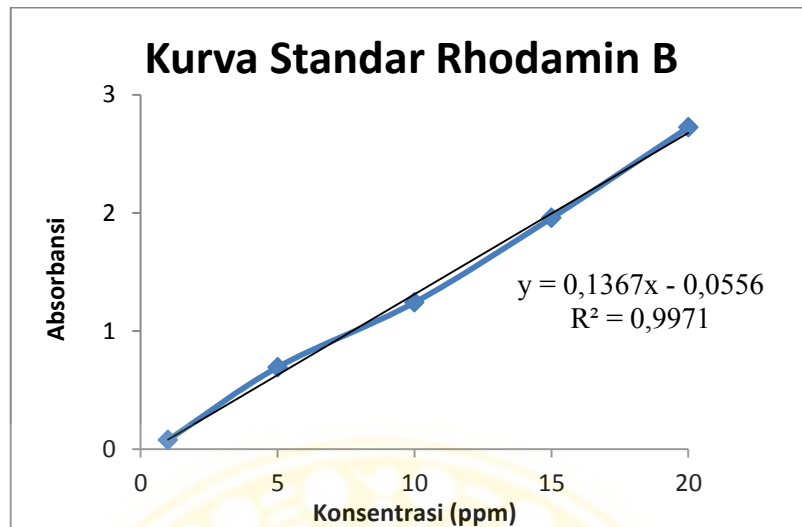
Lampiran 2

a. Penentuan panjang gelombang maksimum rhodamin B



b. Penentuan kurva standar rhodamin B

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	1	0,076
2	5	0,693
3	10	1,242
4	15	1,957
5	20	2,725



c. Perhitungan konsentrasi Rhodamin B sisa

Berdasarkan kurva standar rhodamin B diperoleh persamaan regresi linier sebagai berikut :

$$y = bx + a$$

y : nilai absorbansi rhodamin B

x : konsentrasi rhodamin B

misal $y = 0,385$ disubstitusikan pada persamaan di bawah ini akan menjadi,

$$y = 0,1367x - 0,0556$$

$$0,385 = 0,1367x - 0,0556$$

$$0,385 + 0,0556 = 0,1367x$$

$$0,4406 = 0,1367x$$

$$x = 0,4406 : 0,1367$$

$$x = 3,223$$

Sehingga, konsentrasi sisa rhodamin B adalah 3,223 ppm.

d. Perhitungan persen degradasi rhodamin B (%)

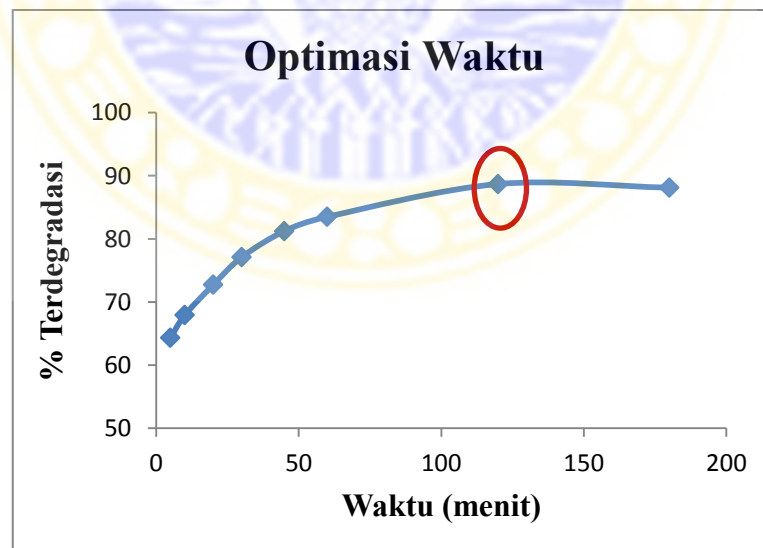
$$\% \text{ Degradasi} = [(C_0 - C) / C_0] \times 100\%$$

C_0 : konsentrasi rhodamin B awal (25 ppm)

C : konsentrasi rhodamin B sisa

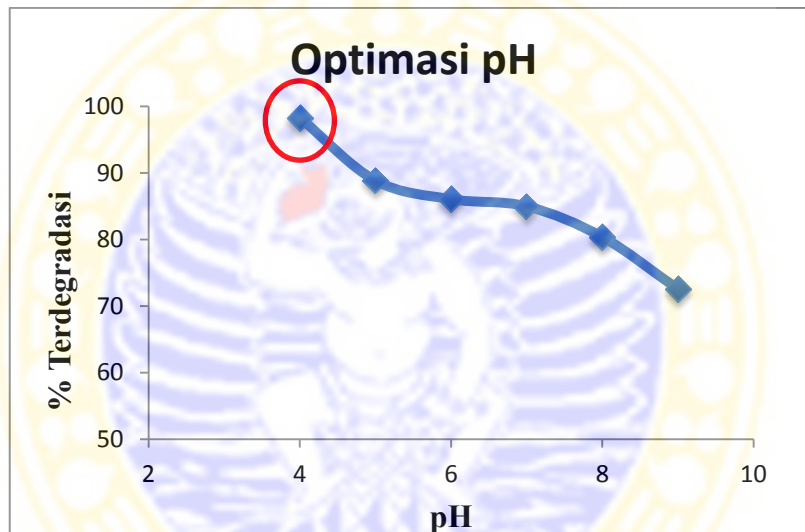
e. Data dan hasil perhitungan optimasi waktu degradasi rhodamin B

No.	Waktu degradasi (menit)	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	5	1,097	8,472	66,11%
2	10	0,992	7,701	69,19%
3	20	0,852	6,666	73,33%
4	30	0,724	5,725	77,10%
5	45	0,603	4,835	80,65%
6	60	0,537	4,352	82,59%
7	120	0,385	3,235	87,05%
8	180	0,402	3,361	86,55%



f. Penentuan pH optimum degradasi rhodamin B

No.	pH	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	4	0,104	1,169	95,32%
2	5	0,380	3,199	87,21%
3	6	0,462	3,801	84,79%
4	7	0,493	4,029	83,88%
5	8	0,627	5,015	79,94%
6	9	0,855	6,691	73,24%



Lampiran 3

Degradasi Rhodamin B

a. Tanpa katalis

No.	Replikasi ke-	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	1	2,669	19,931	20,22%
2	2	2,679	20,004	19,93%
3	3	2,686	20,056	19,72%
Rata-rata				19,96%

b. TiO₂

No.	Replikasi ke-	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	1	1,805	13,611	45,52%
2	2	1,824	13,750	44,96%
3	3	1,829	13,786	44,82%
Rata-rata				45,10%

c. Zeolit

No.	Replikasi ke-	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	1	0,268	2,367	90,52%
2	2	0,267	2,360	90,55%
3	3	0,252	2,250	90,99%
Rata-rata				90,69%

d. TiO₂/zeolit

No.	Replikasi ke-	Absorbansi	Konsentrasi Rhodamin B sisa (ppm)	% Terdegradasi
1	1	0,091	1,072	95,71%
2	2	0,105	1,175	95,30%
3	3	0,093	1,087	95,65%
Rata-rata				95,55%