

TESIS

**DEGRADASI ELEKTROKIMIA
PEWARNA *REMAZOL BLACK B* MENGGUNAKAN ELEKTRODA
PASTA TiO₂/C NANOPORI**



MARIA ROCHATI

NIM. 081324253008

**PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

2016

**DEGRADASI ELEKTROKIMIA PEWARNA *REMAZOL BLACK B*
MENGUNAKAN ELEKTRODA PASTA TiO₂/C NANOPORI**

TESIS

Untuk memperoleh Gelar Magister
dalam Program Studi Magister Kimia
pada Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga



Oleh :

MARIA ROCHATI

NIM. 081324253008

**PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

Tanggal 27 Januari 2016

HALAMAN PENGESAHAN

TESIS

**DEGRADASI ELEKTROKIMIA PEWARNA *REMAZOL BLACK B*
MENGUNAKAN ELEKTRODA PASTA TiO_2/C NANOPORI**

Disusun oleh
MARIA ROCHATI
NIM. 081324253008

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji
dan diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar

Magister Kimia
pada tanggal 27 Januari 2016

Pembimbing II

Dr. Pratiwi Pudjiastuti, M.Si
NIP. 19610205 198601 2 001

Pembimbing I

Dr. Muji Harsini, M.Si
NIP. 19640502 198903 2 002

Mengetahui,
Ketua Program Studi Magister Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga

Mochamad Zakki Fahmi, M.Si., Ph.D
NIP. 19830702 200912 1 005

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji Syukur ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa yang senantiasa memberikan rahmatNya sehingga penyusun dapat menyelesaikan naskah tesis yang berjudul “ **Degradasi Elektrokimia Pewarna *Remazol Black B* Menggunakan Elektroda Pasta TiO₂/C Nanopori**”.

Pada kesempatan ini penyusun menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan dan dukungan terutama kepada:

1. Ibu Dr. Muji Harsini, M.Si selaku pembimbing/penguji I yang telah banyak memberikan saran dan bimbingannya sampai terselesaikannya tesis ini.
2. Ibu Dr. Pratiwi Pudjiastuti, M.Si selaku pembimbing/penguji II yang telah banyak memberikan saran dan bimbingannya sampai terselesaikannya tesis ini.
3. Ibu Dr. Miratul Khasanah, M.Si selaku penguji III yang telah memberikan masukan dan bimbingan dalam penyelesaian tesis ini.
4. Ibu Dr. Hartati, M.Si selaku penguji IV yang telah memberikan masukan dan bimbingannya dalam penyelesaian tesis ini.
5. Ibu Tjitjik Srie Tjahjandarie, Ph.D selaku penguji V yang telah memberikan masukan dan bimbingannya dalam penyelesaian tesis ini.
6. Ibu Dr. Sri Sumarsih, M.Si selaku dosen wali yang telah memberikan pendampingan sampai terselesaikannya tesis ini.
7. Bapak Mochamad Zakki Fahmi, M.Si., Ph.D selaku Ketua Program Studi Magister Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga yang telah memberikan masukan dan bimbingan dalam penyelesaian tesis ini.
8. Bapak dan Ibu dosen di Departemen Kimia yang telah memberikan bekal ilmu yang sangat berguna bagi penyusun tesis.
9. Seluruh keluarga besar saya , suamiku Antonius Saptana Raharja dan kedua anakku Dimas dan Damas yang senantiasa memberikan dukungan, doa dan segala perhatiannya.

10. Teman – teman S2 Kimia Unair angkatan 2013 terutama untuk Mbak Nafila yang senantiasa memberikan semangat dan dukungannya sehingga penulisan tesis ini dapat terselesaikan.
11. Pegawai dan laboran di Departemen Kimia yang telah membantu dalam penggunaan laboratorium dan bahan yang digunakan selama penelitian sehingga dapat terselesaikan dengan baik.

Penulis menyadari bahwa naskah tesis ini masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk perbaikan dan kesempurnaan naskah tesis ini. Semoga naskah tesis ini bermanfaat bagi perkembangan pengetahuan dan teknologi.

Surabaya, Januari 2016

Penyusun

Maria Rochati

ABSTRAK**DEGRADASI ELEKTROKIMIA PEWARNA *REMAZOL BLACK B*
MENGUNAKAN ELEKTRODA PASTA TiO₂/C NANOPORI**

Telah dilakukan penelitian degradasi elektrokimia larutan *remazol black B* dengan menggunakan elektroda pasta TiO₂/C nanopori bertujuan untuk menentukan kondisi optimum degradasi meliputi nilai potensial, pH dan waktu degradasi. Hasil degradasi dikarakteristik dengan adanya penurunan nilai COD. Pada penelitian ini degradasi elektrokimia menggunakan katoda kawat perak dan anoda pasta TiO₂/C nanopori dengan potensial yang digunakan 12 volt, pH 1 dan waktu optimum 40 menit untuk mendegradasi larutan *remazol black B* konsentrasi 25 ppm volume 50 mL. Data penelitian menunjukkan penurunan nilai COD 63,30% pada waktu degradasi 120 menit, kandungan sisa ion hipoklorit (OCl⁻), ion klorida (Cl⁻) dalam jumlah yang kecil sehingga tidak berbahaya bila hasil degradasi dibuang ke perairan. Hasil degradasi diuji untuk mengetahui adanya CO₂ dan H₂O yang terjadi selama proses degradasi. Fragmentasi dari proses degradasi diuji dengan menggunakan LC-MS/MS dihasilkan nilai (m/z) 372,453 gram/mol dengan nama natrium -1,2,7- triamino-8-hidroksi-3,6-naphtalinedisulfonat yang menunjukkan terputusnya ikatan diazo pada *remazol black B*. Fragmentasi terjadi sampai dihasilkan CO₂ dan H₂O sebagai hasil akhir degradasi *remazol black B* dengan metode elektrokimia.

Kata kunci : *remazol black B*, degradasi elektrokimia, elektroda pasta TiO₂/C nanopori

ABSTRACT**ELECTROCHEMICAL DEGRADATION OF *REMAZOL BLACK B* DYE
USING NANOPOROUS TiO₂/C PASTE ELECTRODES**

There has been a study about electrochemical degradation *remazol black B* solution by using an electrodes TiO₂ / C paste nanopores which aims to determine the optimum conditions of degradation which includes the potential value, pH and time degradation. The result of degradation is characterized by a decrease in the value of COD. For this study, the electrochemical degradation used silver wire (cathode) and TiO₂ / C (anode) paste nanopore, by using 12 volt potential power, pH 1 and 40 minutes optimum to degradation *remazol black B* solution concentration of 25 ppm and 50 mL volume. The research data showed a decrease in the value of COD 63,30% with the degradation time of 120 minutes, the residual hypochlorite ion (OCl⁻), chloride ion (Cl⁻) in small amounts so as not to harmful when it is discharged to water of the degradation products. The degradation products are tested for the presence of CO₂ and H₂O that occurred during the degradation process. Fragmentation of the degradation process is tested by LC-MS/MS, thus generate value (m / z) 372.453g/mol by the name sodium 1,2,7- triamino-8-hydroxy-3,6-naphtalinedisulphonate that shows impaired diazo bond on *remazol black B*. Fragmentation happens until resulting CO₂ and H₂O in the degradation of *remazol black B* with electrochemical methods.

Keywords: *Remazol black B*, electrochemical degradation, electrodes TiO₂/C paste nanopores

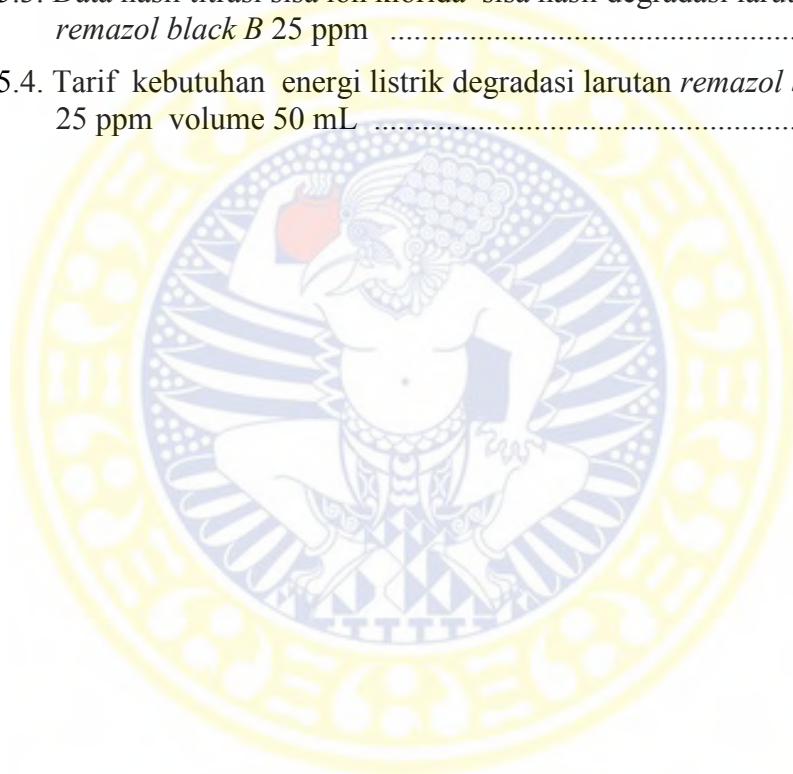
DAFTAR ISI

	Halaman
Sampul Luar	i
Sampul Dalam	ii
Halaman Prasyarat Gelar	iii
Halaman Pengesahan	iv
UCAPAN TERIMA KASIH	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Permasalahan	1
1.2. Rumusan Masalah	5
1.3. Tujuan Penelitian	5
1.3.1 Tujuan umum	5
1.3.2 Tujuan khusus	5
1.4. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1. Zat Warna <i>Remazol Black B</i>	7
2.2. Proses Degradasi secara Elektrokimia	8
2.3. Degradasi <i>Remazol Black B</i> secara Elektrokimia	11
2.4. Elektroda Pasta TiO ₂ /C Nanopori	12
BAB III KERANGKA KONSEPTUAL DAN HIPOTESIS PENELITIAN	15
3.1. Kerangka Konseptual	15
3.2. Hipotesis Penelitian	18
BAB IV METODE PENELITIAN	19
4.1. Tempat dan Waktu Penelitian	19
4.2. Bahan dan Peralatan	19
4.2.1 Bahan penelitian	19
4.2.2 Alat penelitian	19
4.3. Cara Kerja	20
4.3.1 Diagram alir penelitian	20
4.3.2 Pembuatan elektroda pasta TiO ₂ /C nanopori	21
4.3.3 Pembuatan larutan <i>remazol black B</i> 1000 ppm	21
4.3.4 Pembuatan larutan kerja 10 ppm dan 25 ppm	22
4.3.5 Pembuatan larutan <i>remazol black B</i> untuk kurva baku	22
4.3.6 Penentuan panjang gelombang maksimum dan pembuatan kurva standar <i>remazol black B</i>	23
4.4. Degradasi Elektrokimia <i>Remazol Black B</i>	23
4.4.1 Sel degradasi elektrokimia	23
4.4.2 Optimasi potensial degradasi	24

4.4.3	Optimasi pH larutan	25
4.4.4	Penentuan waktu optimum untuk degradasi <i>remazol black B</i>	25
4.4.5	Penentuan pengaruh volume <i>remazol black B</i> terhadap waktu degradasi	26
4.4.6	Analisis dan penentuan nilai COD <i>remazol black B</i>	26
4.4.7	Analisis senyawa hasil degradasi menggunakan KLT ...	27
4.4.8	Analisis senyawa hasil degradasi menggunakan LC-MS/MS	28
4.4.9	Analisis kandungan ion hipoklorit	28
4.4.10	Analisis ion klorida sisa dengan metode argentometri .	29
4.4.11	Analisis gas CO ₂ dengan Ba(OH) ₂	29
4.4.12	Kebutuhan energi listrik	30
BAB V	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	31
5.1.	Panjang Gelombang Maksimum dan Kurva Kalibrasi	31
5.2.	Optimasi Beda Potensial	34
5.3.	Optimasi pH Larutan	35
5.4.	Optimasi Waktu Degradasi	37
5.5.	Pengaruh Volume <i>Remazol Black B</i> terhadap Waktu Degradasi	40
5.6.	Analisis Nilai COD Larutan <i>Remazol Black B</i>	41
5.7.	Analisis Senyawa Hasil Degradasi Menggunakan KLT	42
5.8.	Analisis Senyawa Hasil Degradasi dengan LC-MS/MS	43
5.9.	Analisis Penentuan Kandungan Ion Hipoklorit (OCI) Sisa Hasil Degradasi	45
5.10.	Analisis Penentuan Kandungan Ion Klorida (Cl ⁻) Sisa Hasil Degradasi dengan Metode Argentometri	46
5.11.	Uji Kualitatif Gas CO ₂ dengan Ba(OH) ₂	46
5.12.	Penentuan Kebutuhan Energi Listrik	47
BAB VI	KESIMPULAN DAN SARAN	50
6.1.	Kesimpulan	50
6.2.	Saran	51
	DAFTAR PUSTAKA	52
	LAMPIRAN	57

DAFTAR TABEL

No.	Judul Tabel	Halaman
Tabel 5.1.	Hasil pengukuran nilai COD pada <i>remazol black B</i> 25 ppm dan NaCl 0,1 M	41
Tabel 5.2.	Data hasil titrasi sisa ion hipoklorit dari sisa hasil degradasi larutan <i>remazol black B</i> 25 ppm	45
Tabel 5.3.	Data hasil titrasi sisa ion klorida sisa hasil degradasi larutan <i>remazol black B</i> 25 ppm	46
Tabel 5.4.	Tarif kebutuhan energi listrik degradasi larutan <i>remazol black B</i> 25 ppm volume 50 mL	48



DAFTAR GAMBAR

No.	Judul Gambar	Halaman
Gambar 2.1.	Struktur molekul dari <i>remazol black B</i>	7
Gambar 2.2.	Skema dari peruraian polutan selama proses oksidasi elektrokimia secara langsung (<i>direct oxidation</i>)	8
Gambar 2.3.	Skema dari peruraian polutan selama proses oksidasi elektrokimia secara tidak langsung (<i>indirect oxidation</i>)	9
Gambar 3.1.	Kerangka konseptual penelitian	17
Gambar 4.1.	Diagram alir penelitian.....	20
Gambar 4.2.	Elektroda pasta TiO ₂ /C nanopori	21
Gambar 4.3.	Skema diagram perangkat degradasi elektrokimia.....	24
Gambar 5.1.	Spektrum UV-Vis larutan <i>remazol black B</i> 35 ppm	31
Gambar 5.2.	Kurva kalibrasi larutan warna <i>remazol black B</i>	33
Gambar 5.3.	Kurva hubungan beda potensial degradasi larutan <i>remazol black B</i> 10 ppm selama 15 menit dengan persentase degradasi	34
Gambar 5.4.	Kurva hubungan antara pH degradasi larutan <i>remazol black B</i> 10 ppm selama 15 menit dengan persentase degradasi	36
Gambar 5.5.	Kurva hubungan interval waktu degradasi <i>remazol black B</i> 25 ppm selama 15 menit dengan persentase degradasi	37
Gambar 5.6.	Spektra UV-Vis optimasi waktu 5 - 120 menit pada proses degradasi larutan <i>remazol black B</i> 25 ppm	38
Gambar 5.7.	Spektra UV-Vis <i>remazol black B</i> 25 ppm sebelum proses degradasi, proses degradasi 40 menit dan 120 menit	39
Gambar 5.8.	Kurva pengaruh volume <i>remazol black B</i> terhadap waktu	40
Gambar 5.9.	Kromatogram KLT <i>remazol black B</i> variasi waktu degradasi 0 – 40 menit dengan interval waktu 5 menit.....	42
Gambar 5.10.	Spektrum LC-MS/MS (Q1MS) senyawa hasil degradasi <i>remazol black B</i> selama 120 menit.....	43
Gambar 5.11.	Perkiraan fragmentasei hasil degradasi <i>remazol black B</i> selama 120 menit	44

Gambar 5.12. Rangkaian alat uji gas CO_2 secara kualitatif	47
Gambar 5.13. Hasil uji kualitatif gas CO_2 dengan larutan $\text{Ba}(\text{OH})_2$	47
Gambar 5.14. Kurva hubungan konsentrasi degradasi <i>remazol black B</i> terhadap kebutuhan energi listrik	48



DAFTAR LAMPIRAN

No.	Judul Lampiran	Halaman
Lampiran 1.	Data hasil pengukuran absorbansi dari zat warna <i>remazol black B</i> pada berbagai konsentrasi	57
Lampiran 2.	Data optimasi beda potensial dan persentase degradasi <i>remazol black B</i>	57
Lampiran 3.	Data optimasi pH degradasi <i>remazol black B</i> 10 ppm	58
Lampiran 4.	Data hasil optimasi waktu degradasi <i>remazol black B</i> 25 ppm	58
Lampiran 5.	Data hasil pengaruh volume dengan waktu degradasi <i>remazol black B</i> 25 ppm	58
Lampiran 6.	Perhitungan persentase nilai COD.....	59
Lampiran 7.	Perhitungan uji hipoklorit dengan metode iodometri	59
Lampiran 8.	Perhitungan uji klorida dengan metode argentometri	60
Lampiran 9.	Pembuatan larutan kerja dan larutan pendukung	61
Lampiran 10.	Perhitungan pembuatan larutan kerja dan larutan pendukung ..	62
Lampiran 11.	Data hasil penentuan COD	65
Lampiran 12.	Analisis kualitatif dengan LC-MS/MS	66
Lampiran 13.	Jadwal kegiatan	69
Lampiran 14.	Rincian biaya penelitian	70
Lampiran 15.	Gambar –gambar bahan dan alat penelitian degradasi <i>remazol black B</i>	72