

MILIK PERPUSTAKAAN
UNIV. NEGERI PADANG

LAPORAN PENELITIAN

(PERUBAHAN IKLIM DAN PELESTARIAN
LINGKUNGAN) (*BIODIVERSITY*)



TERIMA TEL.	: 15-2-2010
UMBER/WARSA	: HD
KOLEKSI	: KI
NO. INVENTARIS	: 68/Hd/2010-r.1(1)
KLASIFIKASI	: 541.395 And r.1

Chatalysis

REAKTOR FOTOKATALITIK UNTUK PURIFIKASI AIR LIMBAH

judul

Peneliti Utama: Dra. Andromeda, M.Si
Anggota : Dr. Hardeli, M.Si

Dibiayai oleh dana DIPA Universitas Negeri Padang Tahun Anggaran 2009
Sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Penelitian
Nomor : 2442a/H35/KU/DIPA/2009
Tanggal 1 September 2009

UNIVERSITAS NEGERI PADANG
NOPEMBER, 2009

HALAMAN PENGESAHAN USULAN PENELITIAN

1. Judul Penelitian : Reaktor Fotokatalitik Untuk Purifikasi Air Limbah

2. Ketua Peneliti

- a. Nama Lengkap : Dra. Andromeda, M.Si
- b. Jenis Kelamin : Wanita
- c. NIP : 19640518 198703 2 001
- d. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala
- e. Jabatan Struktural : Pembina
- f. Bidang Keahlian : Kimia Anorganik
- g. Fakultas/Jurusan : FMIPA / Ilmu Kimia
- h. Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Padang
- i. Tim Peneliti

No	Nama dan Gelar Akademik	Bidang Keahlian	Fakultas/Jurusan	Perguruan Tinggi
1.	Dr. Hardeli, M.Si	Kimia Fisika	FMIPA / Kimia	UNP

3. Pendanaan dan Jangka Waktu Penelitian

- a. Jangka waktu penelitian yang diusulkan : 1 (satu) tahun
- b. Biaya total yang diusulkan : Rp. 96.100.000,-

Padang, 20 Desember 2009
Ketua Peneliti,

Dra. Andromeda, M.Si
NIP. 19640518 198703 2 001



RINGKASAN

REAKTOR FOTOKATALITIK UNTUK PURIFIKASI AIR LIMBAH ¹⁾

(Andromeda dan Hardeli ²⁾

Air merupakan salah satu kebutuhan utama bagi kehidupan manusia. Perkembangan industri dan pertanian yang semakin meningkat menyebabkan pencemaran air bertambah pula. Pencemaran air oleh bahan kimia berbahaya dapat berasal dari limbah industri, penggunaan produk-produk industri pertanian seperti pupuk, pestisida, fungisida, herbisida dan lain-lain. Secara umum polutan yang sering terdapat dalam air meliputi: pelarut senyawa organik yang mudah menguap, dioksin, dibenzofuran, pestisida, poliklorobifenil, klorofenol, asbestos, logam-logam berat dan senyawa-senyawa arsenat.

Keberadaan senyawa organik, khususnya haloaromatik dalam air dapat membahayakan lingkungan, hewan dan manusia. Senyawa ini bersifat persisten di lingkungan, dapat terakumulasi dalam rantai makanan, beracun, mutagenik dan karsinogenik. Penggunaan dalam industri sangat luas yang menyebabkan meningkatnya jumlah buangan industri yang mencemari air dan tanah.

Untuk mengatasi pencemaran air oleh limbah industri, maka dikembangkan suatu reaktor berbasis fotokatalis titanium dioksida. Tujuan jangka panjang penelitian ini adalah dihasilkannya reaktor fotokatalitik untuk purifikasi air limbah yang bisa diaplikasikan pada penanganan air limbah industri.

Dalam penelitian ini fotokatalis TiO_2 diimmobilisasikan ke dalam kolom gelas dengan cara didiamkan dan dialirkan selama beberapa waktu untuk memperoleh film katalis yang homogen. Immobilisasi diulang sebanyak 2, 4, 6 dan 8 kali lalu dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam. Kolom gelas ini dirangkai secara seri dalam 2 jenis reaktor, yaitu reaktor untuk pemakaian dalam ruangan dan reaktor untuk pemakaian luar ruangan. Reaktor pemakaian dalam ruangan digunakan untuk mencari kondisi optimum, yaitu jumlah kolom gelas, jumlah pelapisan dan lama penyinaran UV. Pencarian kondisi optimum ini dibantu dengan alat UV-Vis dan *colony counter*. Struktur dan sifat-sifat katalis pada kondisi optimum dikarakterisasi dengan alat SEM/EDAX dan XRD.

Reaktor dalam ruangan digunakan mendegradasi senyawa fenol red dan menentukan aktivitas dalam proses inaktivasi bakteri *E.coli*. Reaktor luar ruangan digunakan untuk mendegradasi senyawa fenol dan metal orange.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa teknis pelapisan yang cocok adalah dengan cara mendiamkan sol katalis selama 4 menit dalam kolom gelas. Tingkat pengisian katalis TiO_2 pada kolom gelas reaktor untuk pemakaian dalam ruangan adalah $0,00702 \text{ mg/cm}^2$ dan ketebalan yang diperoleh sebesar $0,043 \text{ }\mu\text{m}$. Sementara tingkat pengisian katalis TiO_2 pada kolom gelas reaktor untuk pemakaian luar ruangan adalah $0,10165 \text{ mg/cm}^2$ dan ketebalan sebesar $0,62 \text{ }\mu\text{m}$. Jumlah pelapisan optimum kolom gelas yang diperoleh adalah 6 kali dan lama penyinaran optimum adalah 45 menit. Reaktor fotokatalitik bisa menurunkan jumlah bakteri *E.coli* sampai 77,31 % setelah iradiasi UV selama 30 menit. Reaktor fotokatalitik dapat mendegradasi senyawa metal orange dan fenol dengan memakai sumber sinar UV dari cahaya matahari. Semakin besar konsentrasi zat organik, semakin lama waktu yang diperlukan untuk mendegradasinya. Struktur Kristal film katalis di bagian

dalam kolom gelas adalah lebih dominan anatase dari rutil dan ukuran Kristal yang terbentuk sebesar 19 nm dan komposisi zat di permukaan film katalis di bagian dalam kolom gelas adalah 31,91 % Ti dan Si 12,59 %,

-
- 1) Dibiayai oleh dana DIPA Universitas Negeri Padang tahun anggaran 2009 sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Penelitian Nomor 114/H35/KU/SN/2009 Tanggal 1 September 2009
 - 2) Dosen Jurusan kimia FMIPA Universitas Negeri Padang

PENGANTAR

Kegiatan penelitian mendukung pengembangan ilmu serta terapannya. Dalam hal ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang berusaha mendorong dosen untuk melakukan penelitian sebagai bagian integral dari kegiatan mengajarnya, baik yang secara langsung dibiayai oleh dana Universitas Negeri Padang maupun dana dari sumber lain yang relevan atau bekerja sama dengan instansi terkait.

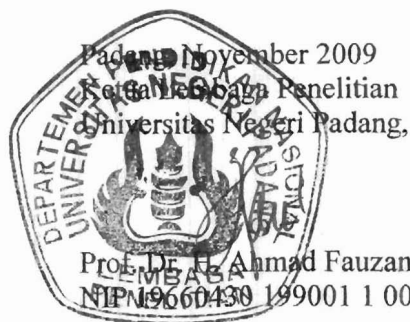
Sehubungan dengan itu, Lembaga penelitian Universitas Negeri Padang bekerja sama dengan Direktorat Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat, Ditjen Dikti Depdiknas melalui Proyek Peningkatan Perguruan Tinggi Universitas negeri Padang dengan surat perjanjian kerja Nomor. 2442a/H35/KU/DIPA/2009, Tanggal 1 September 2009, telah membiayai pelaksanaan penelitian dengan judul *Reaktor Fotokatalitik Untuk Purifikasi Air limbah*.

Kami menyambut gembira usaha yang dilakukan peneliti untuk menjawab berbagai permasalahan pembangunan, khususnya yang berkaitan dengan permasalahan penelitian tersebut di atas. Dengan selesainya penelitian ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang akan dapat memberikan informasi yang dapat dipakai sebagai bagian upaya penting dalam peningkatan mutu pendidikan pada umumnya. Disamping itu, hasil penelitian ini juga diharapkan memberikan masukan bagi instansi terkait dalam rangka penyusunan kebijakan pembangunan.

Hasil penelitian ini telah ditelaah oleh tim pembahas usul dan laporan penelitian, serta telah diseminarkan di tingkat nasional. Mudah-mudahan penelitian ini bermanfaat bagi pengembangan ilmu pada umumnya dan khususnya peningkatan mutu staf akademik Universitas Negeri Padang.

Pada kesempatan ini kami ingin mengucapkan terimakasih kepada berbagai pihak yang membantu terlaksananya penelitian ini. Secara khusus, kami menyampaikan terima kasih kepada Direktur Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat, Ditjen Dikti Depdiknas yang telah memberikan dana untuk pelaksanaan penelitian tahun 2009.. Kami yakin tanpa dedikasi dan kerjasama yang baik dengan DP2M, penelitian ini tidak akan dapat diselesaikan sebagai mana yang diharapkan dan semoga kerjasama yang baik ini akan menjadi lebih baik lagi dimasa yang akan datang.

Terima kasih



PRAKATA

Puji syukur pada Allah SWT karena berkat izin dan rahmat-Nya penelitian Hibah Bersaing yang berjudul "Reaktor Fotokatalitik Untuk Purifikasi Air Limbah" telah dapat dilaksanakan. Penelitian ini dapat dilakukan berkat bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu peneliti mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Rektor Universitas Negeri Padang yang telah membiayai penelitian ini.
2. Ketua Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang beserta Staf.
3. Ketua Jurusan Kimia dan Kepala Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang
4. Semua pihak yang telah ikut membantu sehingga terlaksananya penelitian ini

Mudah-mudahan hasil penelitian ini dapat bermanfaat untuk pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi umumnya, bidang Fotokatalis dan Kimia lingkungan khususnya.

Padang, Desember 2009

Tim Peneliti

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN.....	i
RINGKASAN DAN SUMMARY	ii
PRAKATA	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Penelitian Terdahulu Tentang Fotokatalis TiO ₂ dan Degradasi Senyawa Organik.....	6
2.2 Pengertian Fotokatalis	8
2.3 Prinsip Dasar Fotokatalis Heterogen	9
2.4 Fotokatalis TiO ₂	11
2.5 Aplikasi TiO ₂	13
2.6 Mekanisme Fotodegradasi Senyawa Organik	14
BAB III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	19
3.1 Tujuan Penelitian	19
3.2 Manfaat Penelitian	20
BAB IV. METODA PENELITIAN	21

4.1 Penelitian Secara Umum	21
4.2 Penyiapan Reaktor Fotokatalitik.....	21
4.2.1 Pembuatan Lapisan Immobilisasi TiO ₂	21
4.2.2 Immobilisasi Katalis TiO ₂	22
4.2.3 Karakterisasi Hasil Immobilisasi TiO ₂	22
4.3 Pembuatan Reaktor Fotokatalitik.....	23
4.3.1 Reaktor Untuk Mencari Kondisi Optimum	23
4.3.2 Reaktor Untuk Pemakaian Luar Ruangan.....	23
4.4 Pembuatan Larutan Sampel.....	24
4.5 Penentuan Kondisi Operasional Optimum Reaktor Fotokatalitik	24
4.6 Proses Degradasi Polutan Organik pada Reaktor Fotokatalitik	25
BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN	26
5.1 Immobilisasi Katalis TiO ₂	26
5.1.1 Penentuan Tingkat Pengisian dan Ketebalan Reaktor dalam Ruangan.....	27
5.1.1 Penentuan Tingkat Pengisian dan Ketebalan Reaktor Luar Ruangan.....	28
5.2 Reakto Fotokatalitik.....	28
5.2.1 Reaktor Untuk Mencari Kondisi Optimum.....	28
5.2.2 Aktivitas Reaktor dalam Proses Inaktivasi Bakteri.....	32
5.3.3 Reaktor Untuk Pemakaian Luar Ruangan.....	32
5.3 Karakterisasi Hasil Immobilisasi Katalis TiO ₂	35
5.3.1 Karakterisasi dengan XRD.....	36
5.3.2 Karakterisasi SEM/EDAX.....	37

BAB VI. KESIMPULAN DAN SARAN	38
6.1 Kesimpulan	38
6.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	44
B. ARTIKEL ILMIAH	

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air merupakan salah satu kebutuhan utama bagi kehidupan manusia. Perkembangan industri dan pertanian yang semakin meningkat menyebabkan pencemaran air bertambah pula. Pencemaran air oleh bahan kimia berbahaya dapat berasal dari limbah industri, penggunaan produk-produk industri pertanian seperti pupuk, pestisida, fungisida, herbisida dan lain-lain. Secara umum polutan yang sering terdapat dalam air meliputi: pelarut senyawa organik yang mudah menguap, dioksin, dibenzofuran, pestisida, poliklorobifenil, klorofenol, asbestos, logam-logam berat dan senyawa-senyawa arsenat (Manahan 1992 dan Hoffmann, 1995).

Keberadaan senyawa organik, khususnya haloaromatik dalam air dapat membahayakan lingkungan, hewan dan manusia. Senyawa ini bersifat persisten di lingkungan, dapat terakumulasi dalam rantai makanan, beracun, mutagenik dan karsinogenik (Rappe, C., 1980). Penggunaan dalam industri sangat luas yang menyebabkan meningkatnya jumlah buangan industri yang mencemari air dan tanah.

Untuk mencegah terjadinya kontaminasi yang lebih serius, diperlukan sistem penanganan air limbah yang memadai. Teknologi yang telah banyak dipakai meliputi perlakuan biologis, adsorpsi karbon aktif, *air stripping* dan insinerasi. Kelemahan dari proses-proses ini adalah bahwa polutan tidak dihancurkan melainkan hanya dipindahkan fasanya sehingga masih memerlukan penanganan lanjutan untuk menghilangkan polutan itu dari lingkungan baru yang terkontaminasi. Penghancuran secara insinerasi bahkan memerlukan pengawasan yang sangat ketat karena dapat

menghasilkan senyawa-senyawa yang lebih berbahaya seperti dioksin dan furan terklorinasi (Serpone, 1994).

Salah satu teknologi yang sedang berkembang pesat dan sangat menjanjikan adalah proses oksidasi lanjutan (*Advanced oxidation Processes*, AOP). Proses ini didasarkan pada oksidasi total senyawa-senyawa organik berbahaya menjadi CO₂ dan H₂O dengan memakai fotokatalis TiO₂.

Sebagai fotokatalis, saat TiO₂ disinari dengan cahaya UV maka akan terbentuk pasangan *electron-hole* (e⁻ dan h⁺, elektron-lubang positif). Lubang positif yang terbentuk berinteraksi dengan air atau ion OH⁻ menghasilkan radikal hidroksil (·OH). Radikal hidroksil ini merupakan spesies yang sangat reaktif menyerang molekul-molekul organik dan dapat memineralsasinya menjadi CO₂ dan H₂O dan ion-ion halida jika senyawa organik mengandung atom-atom halogen (Linsebigler et al., 1995). Sifat ini bisa digunakan untuk mendegradasi berbagai macam polutan organik, seperti herbisida, pestisida, aromatik, alifatik, pewarna, mikroorganisme dan lain-lain menjadi produk yang tidak berbahaya bagi lingkungan.

Pengolahan air limbah secara fotokatalitik heterogen telah banyak diteliti, tetapi aplikasi komersial belum dikembangkan. Dalam rancangan reaktor fotokatalitik diperlukan beberapa parameter penting, seperti konfigurasi katalis, laju transfer massa, efisiensi cahaya dan sumber sinar UV.

Dari sisi konfigurasi katalis, ada dua model yang digunakan untuk fotoreaktor pengolahan limbah, yaitu katalis TiO₂ dalam sistem suspensi dan katalis TiO₂ dalam sistem immobilisasi. Sistem suspensi mempunyai efisiensi yang lebih tinggi dibandingkan sistem immobilisasi. Hal ini disebabkan oleh tidak terbatasnya transfer massa dalam sistem suspensi. Akan tetapi aplikasi TiO₂ sistem suspensi secara

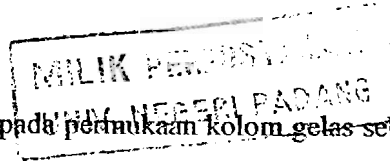
komersial kurang menguntungkan, karena sistem ini mempunyai kelemahan, yaitu pemisahan partikel TiO_2 terjadi sangat lambat, prosesnya memerlukan biaya yang banyak dan daya tembus sinar UV sangat terbatas karena absorpsi yang kuat oleh TiO_2 dan spesies organik terlarut. Masalah di atas dapat diatasi dengan menggunakan katalis yang diimmobilisakan. Dengan sistem immbobilisasi, sebuah fotoreaktor dapat dirancang dimana semua permukaan katalis dapat dikenai oleh radiasi UV. Kelemahan sistem immobilisasi adalah terbatasnya proses transfer massa.

Untuk memperoleh fotokatalis film dengan sifat-sifat yang diinginkan, yakni melekat erat dan sangat aktif, maka perlu diteliti tentang teknis pelapisan fotokatalis pada substrat serta kuantitas-kuantitas yang mendukung, seperti struktur kristal, porositas yang terbentuk, morfologi permukaan dan ketebalan lapisan.

Berdasarkan uraian di atas, maka perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk menentukan campuran yang tepat untuk katalis, memperbaiki proses immobilisasi katalis, menentukan kondisi optimum operasional katalis, dan pemakaian cahaya matahari sebagai sumber sinar UV sehingga diperoleh reaktor fotokatalitik untuk purifikasi air limbah dengan segenap data pendukungnya.

1.2. Perumusan Masalah

Aktivitas fotokatalitik biasanya dipengaruhi oleh struktur kristal, luas permukaan, ukuran partikel, porositas, dan ketebalan film. Kuantitas-kuantitas tersebut akan berbeda tidak hanya dengan bahan awal yang dipakai, tetapi juga dengan metode pelapisan, proses pengeringan dan perlakuan panas. Fotokatalis-fotokatalis film untuk aplikasi lingkungan harus memperlihatkan aktivasi fotokatalitik yang tinggi selain transparansi yang baik. Disamping itu, fotokatalis



film juga melekat erat pada permukaan kolom gelas sehingga tidak mudah lepas (Iis Sopyan, 2000).

Untuk memperoleh fotokatalis film dengan sifat-sifat yang diinginkan, yakni transparan, melekat erat dan sangat aktif, dilakukan dengan proses sol-gel. Hal ini karena sol-gel merupakan teknik yang paling sukses digunakan pada preparasi *nanosized-catalyst* dengan aktivitas katalitik yang tinggi. (Su C., 2004).

Kekurangan yang cukup signifikan pada katalis film adalah kecilnya luas permukaan sehingga menyebabkan luas kontak menjadi kecil dan menurunkan aktifitas katalis. Hal lain yang mengurangi aktifitas katalis adalah pelat kaca soda lime (PSL) banyak mengandung ion natrium dalam bentuk natrium silikat. Ion ini akan cepat bereaksi dengan elektron sehingga secara otomatis menurunkan kuantitas elektron dan *hole*, yang pada akhirnya mengurangi kuantitas radikal hidroksil yang dihasilkan di atas permukaan katalis.

Untuk mengetahui transparansi dan ketebalan film yang dihasilkan dilihat dengan alat SEM-EDAX. Aktivitas katalis juga ditentukan oleh jenis kristal (rutil atau anatase) sehingga perlu ditentukan jenis kristal dengan alat XRD. Aktivitas fotokatalitik dari film TiO_2 pada permukaan kolom gelas dalam mendegradasi polutan-polutan organik maupun mendegradasi mikroorganisme dengan bantuan lampu UV dilakukan dengan bantuan UV-Vis sehingga diketahui konsentrasi awal, intensitas sinar UV dan waktu reaksi dari polutan dalam air limbah.

Setelah diketahui konsentrasi, intensitas sinar UV, laju alir dan waktu reaksi dari polutan, selanjutnya dilakukan proses degradasi dengan memanfaatkan sinar UV dari Matahari. Hasil akhir yang diinginkan adalah reaktor fotokatalitik untuk purifikasi air limbah.

Berdasarkan uraian di atas, maka perumusan masalah penelitian ini adalah mencari teknik pelapisan sol TiO₂ yang tepat pada kolom gelas, Menentukan parameter-parameter fisis film TiO₂, yaitu struktur kristal, topografi dan komposisi permukaan. Menentukan tingkat pengisian TiO₂ (mg/cm²), ketebalan lapisan dan penyebaran TiO₂ di permukaan kolom gelas. Mempelajari aktivitas fotokatalitik dari film TiO₂ pada permukaan kolom gelas dalam mendegradasi polutan organik maupun mendegradasi mikroorganisme dengan bantuan lampu UV. Mempelajari aktivitas fotokatalitik film TiO₂ dengan bantuan sinar matahari.

BAB II

STUDI PUSTAKA

2.1. Penelitian Terdahulu Tentang Pelapisan Fotokatalis TiO_2 dan Degradasi Senyawa Organik

Watanabe (1999) telah meneliti aktivitas fotokatalitik dan sifat hidrofilik yang disebabkan cahaya dari titanium dioksida yang dilapiskan pada gelas. Aktivitas dan sifat hidrofilik dievaluasi dari berbagai struktur kristal, yaitu kristal tunggal rutil dan anatase polikristalin. Hasil yang diperoleh setelah disinari UV fotokatalis TiO_2 menjadi hidrofilik lebih lambat dan setelah sinar UV dihilangkan sifat hidrofobik terbentuk lebih cepat.

Iis Sopyan (2000) telah meneliti fotokatalis film TiO_2 untuk aplikasi lingkungan. Film TiO_2 yang dilapiskannya di atas pelat soda lime dan aktivitas fotokatalitik diamati dengan mengukur degradasi gas asetal dehid. Hasil degradasi asetaldehid diukur pada berbagai jenis fotokatalis TiO_2 , yaitu film $\text{Ti}(\text{OPr})_4$, serbuk $\text{Ti}(\text{OPr})_4$, film Merck dan serbuk Merck.

Yu Jiaguo, dkk (2000) telah meneliti efek struktur permukaan pada aktivitas fotokatalitik film tipis TiO_2 yang dibuat dengan metode sol-gel. Komposisi kimia film tipis TiO_2 dianalisis dengan XPS dan diperoleh bahwa disamping unsur Ti dan O juga ditemukan residu karbon yang berasal dari komponen organik serta sejumlah kecil ion natrium dan kalsium yang berasal dari kaca. Aktivitas fotokatalitik dari film bergantung pada ukuran dan jumlah pori, jumlah radikal OH dan luas permukaan dari film TiO_2 .

Catherine Blount, dkk (2001) telah meneliti fotokatalisis film TiO_2 yang transparan dengan aktivitas tinggi. Film TiO_2 dilapiskannya di bagian dalam kolom gelas dan digunakan untuk mendegradasi asetaldehid, asam asetat dan toluen. Film TiO_2 yang dibuat dengan proses sol-gel dari titanium tetra isopropoksida lebih tinggi aktivitasnya dibandingkan dengan film dari Degusa P25.

Yu Jiaguo (2001) telah meneliti pembuatan dan karakterisasi dari film porous TiO_2 superhidropilik. Film TiO_2 menggunakan PEG sebagai dopan. Makin besar perbandingan PEG makin banyak pori dan makin besar ukuran pori yang dihasilkan. makin banyak dan besar ukuran pori makin banyak radikal hidroksil pada film dan semakin kecil sudut kontak air dengan film.

Sonawane (2004) telah meneliti pembuatan film tipis Fe- TiO_2 dan aktivitas fotokatalitiknya yang dibuat dengan metode sol-gel *dip coating*. Film Fe- TiO_2 dibuat dengan penyangga pelat kaca, silika dan kaca helik. Jumlah hidroksil permukaan meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari fotokatalis dan penambahan Fe pada sol menurunkan suhu kristalisasi. Film yang diperoleh bisa mendegradasi metil jingga sampai 95 % memanfaatkan sinar matahari sebagai sumber UV.

Bing Guo (2005) telah meneliti efek fotokatalitik dari film tipis nanoporous TiO_2 yang transparan. Film TiO_2 dibuat dengan metode sol-gel dan memakai PEG sebagai dopan. PEG yang digunakan menghalangi pecahnya film selama proses kalsinasi pada suhu tinggi serta meningkatkan kestabilan termal dari film.

Penelitian-penelitian terdahulu tentang fotodegradasi senyawa-senyawa organik oleh TiO_2 maupun TiO_2 yang digabung dengan zat lain telah banyak dipublikasikan, diantaranya adalah sebagai berikut.

Theurich, dkk. (1996) mempelajari kinetika dan mekanisme degradasi 4-klorofenol memakai TiO_2 . Serrano dan Lasa (1997) mempelajari model dan efisiensi energi degradasi polutan organik dalam air memakai titanium dioksida. Dingwang dan Ajay K. Ray (1999) mempelajari kinetika fotokatalitik fenol dan senyawa turunannya pada TiO_2 . Ajay K. Ray dan Beenackers (1999) mengembangkan reaktor fotokatalitik untuk purifikasi air. Yamashita dkk. (2003) meneliti senyawa-senyawa organik yang larut dalam air menggunakan TiO_2 yang digabung dengan Fe^{+1} . Fujishima dkk. (2000) meneliti degradasi n-oktana, 3-oktanol, 3-oktanon dan asam oktanoat. Iis Sopyan (2000) menggunakan film TiO_2 untuk aplikasi lingkungan dengan menggunakan asetaldehid sebagai model polutan. Catherine Blount (2001) meneliti degradasi asetaldehid dan asam asetat pada suhu kamar menggunakan P25 TiO_2 . Jarmuzi Gunlazuardi (2001) melaporkan penelitian tentang desinfektan air dan degradasi 2,4-klorofenol. Comparelli, dkk. (2004) meneliti degradasi fotokatalitik zat warna metil red dan metil orange memakai TiO_2 yang diimmobilisasi pada substrat quartz. Arana, dkk. (2004) mempelajari degradasi fotokatalitik etanol fasa gas dengan TiO_2 yang didoping dengan Fe, Pd dan Cu. Jose Ermirio, dkk. (2004) mempelajari pemanfaatan energi matahari untuk fotodegradasi gasolin dalam air.

Lee Donghun dan Condrate (1997) mempelajari spektra IR dari berbagai senyawa organik yang dilapiskan pada substrat gelas, diantaranya asam oleat. Gao Yongjian, dkk. (2000) mempelajari sifat-sifat tribologik asam oleat- TiO_2 nanopartikel dalam air. Alex Chan, dkk. (2002) meneliti efek termal pada aktivitas fotokatalitik film TiO_2 untuk fotokatalitik oksidasi asam benzoat dan Parkin dkk. (2002) mengkaji fotodegradasi asam stearat pada film $\text{TiO}_2 - \text{WO}_3$.

2.2. Pengertian Fotokatalis

Fotokatalisis merupakan gabungan dari proses fotokimia dan katalis. Dalam hal ini diperlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat suatu transformasi kimia. Katalis pada proses ini lebih khas disebut fotokatalis dan memiliki kemampuan menyerap foton, dan umumnya dimiliki oleh bahan-bahan semikonduktor (Linsebigler, et. al., 1995). Dengan demikian, fotokatalis dapat pula didefinisikan sebagai suatu proses yang terjadi dengan mendasarkan kemampuan ganda dari suatu fotokatalis untuk mengadsorpsi foton secara bersamaan.

Fotokatalisis dibagi menjadi dua macam, yaitu fotokatalisis homogen dan fotokatalisis heterogen. Fotokatalisis homogen adalah proses fotokatalisis dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalisis heterogen merupakan suatu teknologi yang didasarkan pada iradiasi fotokatalisis semikonduktor dengan sinar UV seperti titanium dioksida (TiO_2), seng oksida (ZnO), dan kadmium sulfida (CdS) (Linsebigler et. al., 1995).

2.3. Prinsip Dasar Fotokatalisis Heterogen

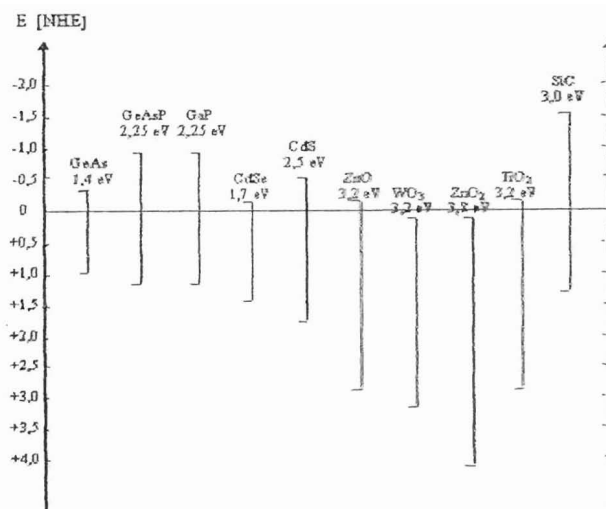
Sistem fotokatalisis heterogen terdiri dari partikel semikonduktor (fotokatalisis) yang kontak dengan medium gas atau cair. Penyinaran katalis dengan cahaya UV akan menimbulkan keadaan tereksitasi yang bisa memulai proses lanjutan seperti reaksi redoks dan transformasi molekular.

Bahan semikonduktor memiliki daerah energi kosong (*void energy region*). Dalam daerah tersebut tidak tersedia tingkat-tingkat energi untuk rekombinasi elektron dan hole yang diproduksi oleh proses fotoeksitasi dalam semikonduktor tersebut. Daerah kosong tersebut memanjang dari puncak pita valensi terisi (*filled valency band*) hingga dasar pita konduksi kosong (*vacant conduction band*) disebut

celah pita (*band gap*). Celah pita tersebut menentukan sensitifitas panjang gelombang dari semikonduktor yang bersangkutan terhadap radiasi (Linsebigler, et. al., 1995).

Energi pita valensi dan konduksi dari semikonduktor akan mengontrol kemampuan semikonduktor tersebut untuk melakukan proses transfer muatan yang diinduksi radiasi ke molekul yang teradsorpsi di atas permukaan semikonduktor tersebut. Dalam hal ini, level potensial yang relevan untuk molekul penerima muatan harus terletak di bawah pita konduksi semikonduktor, sebaliknya level potensial dari donor harus terletak di atas level potensial pita valensi semikonduktor (Linsebigler, et.al., 1995).

Banyak semikonduktor logam oksida dan sulfida yang memiliki energi celah yang cukup untuk mengkatalisis reaksi kimia, seperti TiO_2 ($E_g = 3,2 \text{ eV}$), CdS ($E_g = 2,5 \text{ eV}$), ZnS ($E_g = 3,6 \text{ eV}$), SrTiO_3 ($E_g = 2,0 \text{ eV}$) dan lain-lain. Besarnya energi celah, posisi pita valensi, pita konduksi, dan perbandingan dengan besarnya potensial redoks relatif terhadap elektroda hidrogen (potensial hidrogen Nernst) dari beberapa semikonduktor dapat dilihat pada gambar di bawah ini.



Gambar 2.1. Posisi energi celah pita beberapa semikonduktor dalam larutan pH 1

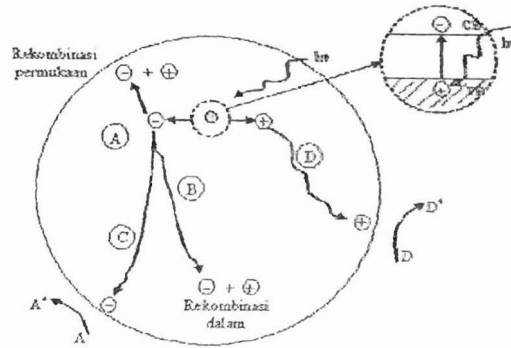
Hampir semua material yang terdapat pada Gambar 2.1 dapat digunakan dalam reaksi fotokatalitik. Namun beberapa semikonduktor tersebut kurang cocok digunakan sebagai katalis karena sifatnya yang kurang menguntungkan. Semikonduktor logam sulfida bersifat tidak stabil dan mudah mengalami korosi fotoanoda. Besi oksida memiliki energi celah yang terlalu besar dan dapat mengalami korosi fotokatoda. Zeng oksida tidak stabil secara kimia karena mudah larut dalam air membentuk $Zn(OH)_2$ pada permukaan partikel, sehingga pemakaian dalam waktu lama menyebabkan inaktivasi katalis. Semikonduktor TiO_2 merupakan katalis yang paling sesuai untuk proses fotokatalitik karena TiO_2 bersifat inert secara biologi, stabil terhadap fotokorosi dan korosi kimia dan harganya relatif murah (Linsebigler, et .al., 1995).

2.4. Fotokatalisis TiO_2

Fotokatalisis TiO_2 telah banyak dipakai untuk mengatasi masalah-masalah lingkungan seperti detoksifikasi udara dan air. Sebagai semikonduktor, TiO_2 mempunyai celah pita (*band gap*) sebesar 3,2 eV yang bila disinari dengan sinar UV berenergi $> 3,2$ eV atau pada panjang gelombang < 388 nm akan menghasilkan pasangan elektron (e^-) dan hole (h^+), seperti pada persamaan berikut.



Mekanisme terbentuknya pasangan elektron-hole pada partikel semikonduktor TiO_2 dapat diilustrasikan seperti Gambar 3.2 di bawah ini.

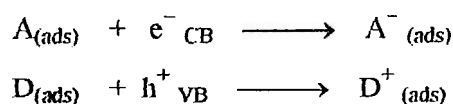


Gambar 2.2. Skema proses fotoeksitasi dan deeksitasi

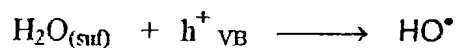
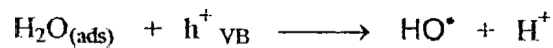
Bila partikel TiO_2 disinari UV, maka elektron pada pita valensi (*valence band, VB*) akan mengadsorpsi sinar tersebut dengan energi \geq band gap TiO_2 . Energi tersebut digunakan untuk berpindah ke pita konduksi (*conduction band, CB*) dan meninggalkan hole positif pada VB. Pasangan elektron-hole yang terbentuk sebagian berekombinasi di dalam partikel (jalur B), sebagian lagi berekombinasi di permukaan partikel (jalur A), dan sebagian lagi sampai ke permukaan partikel tanpa mengalami rekombinasi. Reaksi rekombinasi pasangan e^-/h^+ dapat dilihat pada persamaan berikut ini (Linsebigler, et. al., 1995).



Elektron yang sampai ke permukaan partikel (jalur C) akan mendonasikan dirinya kepada molekul teradsorpsi di permukaan (molekul yang teradsorpsi), sedangkan hole yang sampai ke permukaan partikel (jalur D) akan menarik elektron dari molekul yang ada di permukaan partikel (mengoksidasi molekul tersebut).



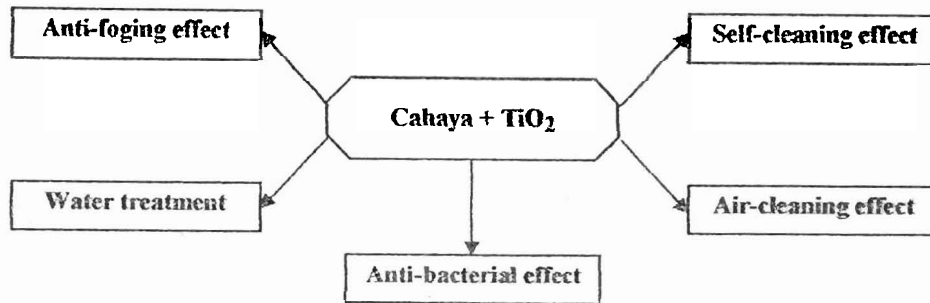
Air yang teradsorpsi di permukaan TiO₂ dioksidasi oleh hole sehingga terbentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil bereaksi dengan molekul-molekul organik dan mendegradasinya menjadi CO₂ dan H₂O dan ion-ion halida jika molekul organik mengandung atom-atom halogen. Sedangkan elektron akan bereaksi dengan oksigen untuk membentuk ion superoksida (Hoffmann, et. al., 1995).



2.5. Aplikasi TiO₂

Semikonduktor TiO₂ merupakan semikonduktor yang paling sesuai untuk aplikasi lingkungan secara luas. Adapun keunggulan TiO₂ dibandingkan fotokatalis semikonduktor lainnya adalah sebagai berikut (Hoffman, 1995).

1. Mempunyai celah pita yang besar (3,2 eV untuk anatase dan 3,0 eV untuk rutile), sehingga memungkinkan terjadinya banyak eksitasi elektron ke pita konduksi dan pembentukan *hole* pada pita valensi saat diinduksi cahaya ultraviolet.
2. TiO₂ mempunyai sifat stabil terhadap cahaya (fotostabil)
3. Mampu menyerap sinar UV dengan baik.
4. Bersifat inert dalam reaksi
5. Tidak beracun dan tidak larut dalam kondisi eksperimen
6. Memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi, termasuk zat organik yang sulit terurai seperti haloaromatik, polimer, herbisida dan pestisida
7. Konsumsi energi yang rendah sehingga biaya yang diperlukan juga rendah

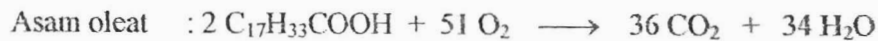
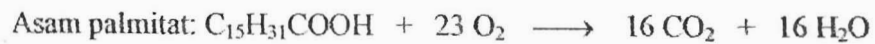
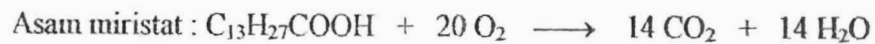
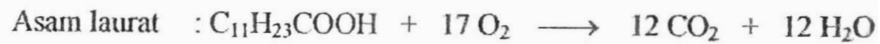


Gambar 2.3. Berbagai aplikasi dari TiO₂ (Fujishima, 1999)

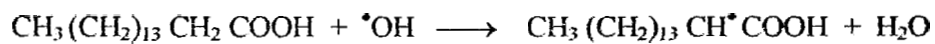
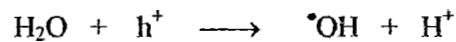
Karena TiO₂ bila disinari dengan UV dapat menghasilkan pasangan elektron-hole, maka dalam katalis semikonduktor TiO₂ dapat terjadi reaksi oksidasi dan reduksi (redoks) sekaligus. Reaksi-reaksi ini bisa diaplikasikan untuk detoksifikasi air (*water treatment*), detoksifikasi udara (*air cleaning effect*) dan membunuh bakteri (*antibacterial effect*). Disamping itu, karena film TiO₂ di permukaan bahan juga menyebabkan sudut kontak air turun menjadi lebih kecil dari 10⁰ (sifat superhidrofilik), maka TiO₂ juga bisa diaplikasikan untuk menghilangkan kabut pada kaca (*anti-foging effect*) dan kaca yang bisa dengan mudah dibersihkan (*self-cleaning effect*) (Fujishima, 1999 dan Gunlazuardi, 2001).

2.6. Mekanisme Fotodegradasi Senyawa Organik

Zat organik terdegradasi oleh *hole* (lubang positif) bila memakai pelarut organik (Pellizetti, 1993). Bila memakai pelarut air maka degradasi disebabkan secara langsung oleh *hole* dan secara tidak langsung oleh radikal hidroksil. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi berantai, sehingga zat organik termineralisasi secara sempurna menjadi CO₂ dan H₂O. Mekanisme reaksi degradasi zat organik, sebagai contoh diambil komponen utama minyak kelapa sawit adalah sebagai berikut.

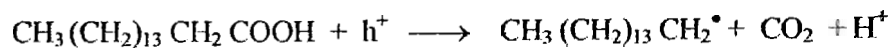


Mekanisme fotodegradasi asam lemak (asam palmitat) dengan radikal hidroksil adalah melalui penyerangan radikal hidroksil tersebut pada rantai alkil dari asam lemak dan membentuk suatu alkanal dengan jumlah atom C berkurang satu dari asam lemak asal (Hoffmann, 1995; Romeas, V. 1999; Fujishima, A, 2000):

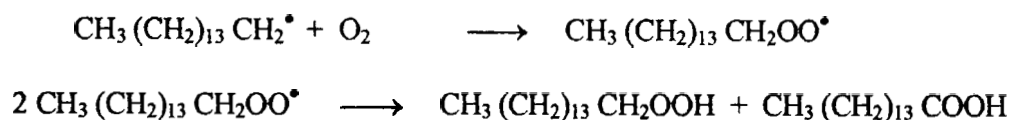


Radikal hidroksil yang terbentuk di akhir reaksi akan mengulangi proses selanjutnya menyerang radikal alkil dari asam lemak sampai asam lemak tersebut termineralisasi sempurna menjadi CO_2 dan H_2O .

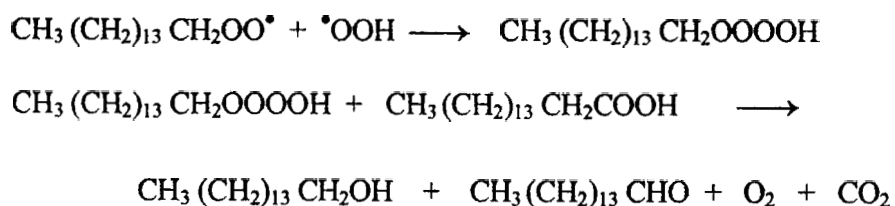
Mekanisme fotodegradasi asam lemak (asam palmitat) dengan *hole* yang terbentuk bisa melalui proses dekarboksilasi Kolbe dengan membentuk radikal alkil (Hoffmann, 1995; Romeas, V. 1999; Fujishima, A, 2000):



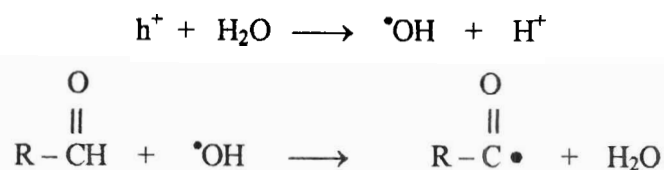
Penambahan oksigen pada radikal alkil akan menghasilkan alkil peroksida. Gabungan 2 molekul alkil peroksida akan menghasilkan asam pentadekanoat, di mana terjadi pengurangan satu atom C dari asam lemak induk. Mekanisme ini akan berjalan terus sampai asam palmitat termineralisasi menjadi CO₂ dan H₂O.



Mekanisme lain adalah melalui alkil peroksida yang bereaksi dengan radikal superoksida dan membentuk suatu tetrossida. Tetrossida selanjutnya bereaksi dengan molekul asam palmitat lain untuk menghasilkan pentadekanal.

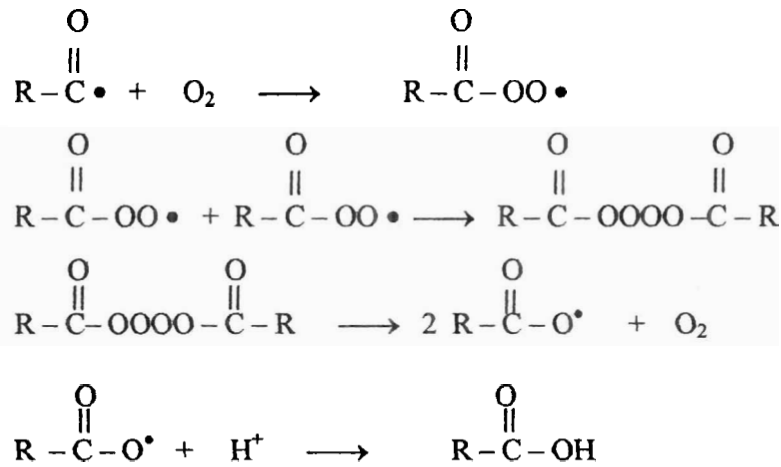


Pentadekanal selanjutnya akan bereaksi dengan radikal hidroksil yang berasal dari molekul air di udara dan membentuk radikal pada rantai alkil.



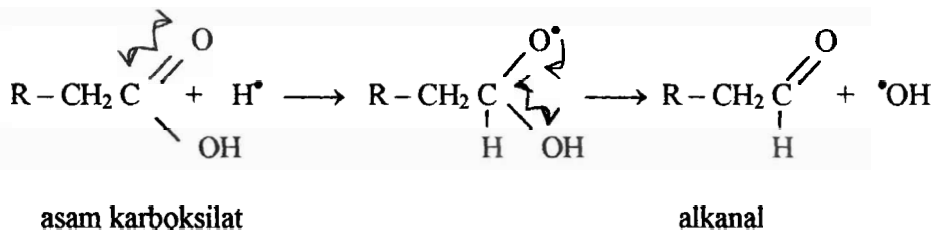
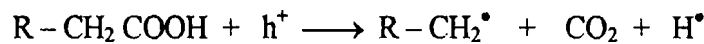
Radikal alkil yang terbentuk akan bereaksi dengan oksigen membentuk alkil peroksida. Alkil peroksida bisa mengambil satu atom H dari molekul asam yang lain untuk membentuk hidroperoksida atau berekombinasi dengan radikal alkil peroksida

yang lain atau berekombinasi dengan radikal hidroperoksi yang terbentuk dari elektron pita konduksi, oksigen dan proton.

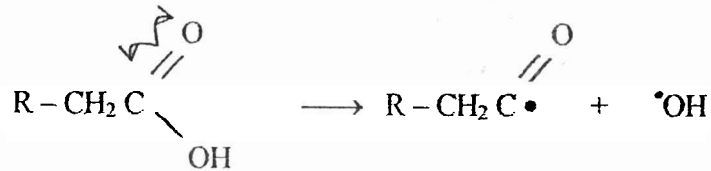
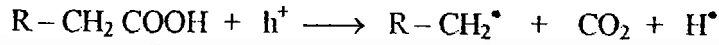


Asam karboksilat dengan jumlah atom C berkurang satu dari asam karboksilat induk akan mengalami mekanisme yang sama sampai termineralisasi menjadi CO₂ dan H₂O.

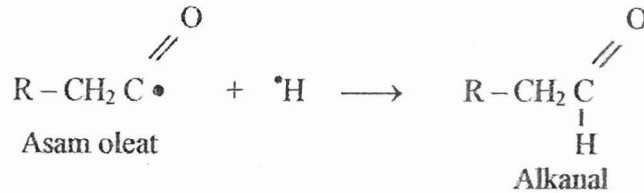
Mekanisme reaksi asam karboksilat menjadi alkanal tanpa kehilangan satu atom C pada rantai alkilnya bisa melalui tahap-tahap berikut ini.



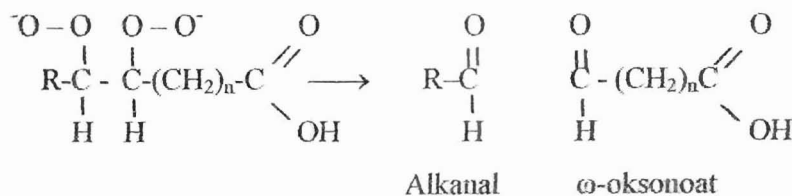
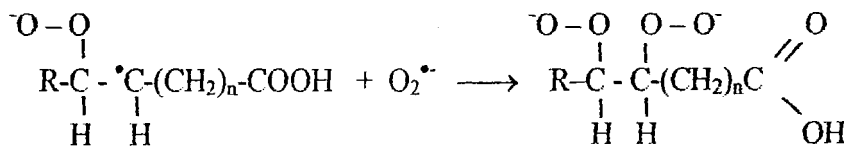
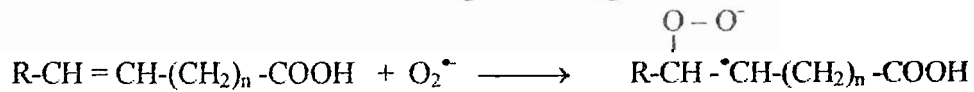
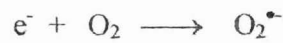
Atau bisa juga melalui lepasnya radikal hidroksil lebih dulu dari asam, lalu radikal H menyerang atom C radikal pada rantai asam karboksilat.



Asam karboksilat



Putusnya ikatan rangkap pada rantai alkil asam karboksilat memberikan produk intermediet asam ω-oksonoat dan alkanal mengikuti mekanisme berikut (Kieber, R., 1997). Elektron bereaksi dengan oksigen dan membentuk radikal superoksida lalu radikal ini akan menyerang ikatan rangkap pada rantai asam karboksilat dan membentuk radikal pada rantai alkilnya.



TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1 TUJUAN PENELITIAN

Tujuan yang hendak dicapai dari penelitian ini adalah:

- a. Mencari teknik pelapisan yang tepat sehingga diperoleh film TiO_2 di permukaan kolom gelas yang melekat erat
- b. Melakukan karakterisasi film TiO_2 di permukaan kolom gelas, yaitu melihat struktur kristal dengan XRD serta topografi dan komposisi permukaan dengan alat SEM-EDAX.
- c. Menentukan tingkat pengisian TiO_2 (mg/cm^2), ketebalan lapisan dan penyebaran TiO_2 di permukaan kolom gelas.
- e. Optimasi reaktor fotokatalitik sehingga diperoleh jumlah kolom gelas optimum, laju alir optimum dan jumlah lampu UV optimum
- f. Mempelajari aktivitas reaktor fotokatalitik dalam proses inaktivasi bakteri dengan bantuan lampu UV. Penentuan aktivitas fotokatalitik ini dianalisis dengan instrument UV-Vis
- g. Mempelajari aktivitas reaktor fotokatalitik dalam proses degradasi klorofenol dan senyawa turunannya serta polutan-polutan lain dengan bantuan lampu UV. Penentuan aktivitas fotokatalitik ini dianalisis dengan instrument UV-Vis
- h. Mempelajari aktivitas fotokatalitik film TiO_2 mendegradasi polutan organik dengan bantuan sinar Matahari
- i. Menghasilkan reaktor fotokatalitik dengan data pendukungnya.
- j. Mencoba mengadakan kerjasama dengan industri untuk pengolahan air limbah.

3.2. MANFAAT PENELITIAN

Dengan mengetahui teknik pelapisan yang tepat dari film TiO_2 di permukaan kolom gelas melalui karakterisasi lapisan film yang dihasilkan, maka informasi yang diperoleh dapat digunakan sebagai dasar pertimbangan untuk penelitian lebih lanjut. Film katalis pada permukaan kolom gelas yang diperoleh digunakan untuk penelitian mengenai kemampuan film tersebut dalam mendegradasi polutan organik maupun anorganik baik dengan menggunakan sinar UV dari lampu maupun dengan sumber sinar UV dari sinar matahari serta jangka waktu keaktifan film katalis. Hasil penelitian ini, yaitu reaktor fotokatalitik bisa diaplikasikan untuk mendegradasi air limbah dari berbagai industri dengan sumber sinar UV dari cahaya matahari sehingga tidak memerlukan biaya yang banyak.

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1. Penelitian Secara Umum

Secara umum penelitian ini dibagi atas beberapa bagian, yaitu 1) Mempelajari teknik pelapisan yang tepat sehingga diperoleh film TiO₂ di permukaan kolom gelas yang melekat erat; 2) Melakukan karakterisasi film TiO₂ di permukaan kolom gelas, yaitu melihat struktur kristal, topografi permukaan dan komposisi permukaan, dan pengukuran sudut kontak; 3) Mempelajari aktivitas fotokatalitik dari film TiO₂ pada permukaan kolom gelas dalam mendegradasi pengotor zat organik maupun mendekomposisi debu, kotoran dan pengotor lainnya dengan bantuan lampu UV.; 4) Mempelajari aktivitas fotokatalitik film TiO₂ mendegradasi polutan organik dengan bantuan sinar matahari; dan 5) Menghasilkan reaktor fotokatalitik untuk purifikasi air limbah dengan segenap data pendukungnya.

4.2. Penyiapan Reaktor Fotokatalitik

4.2.1 Pembuatan Lapisan Immobilisasi TiO₂ pada Dinding Kolom Gelas

a. Pembersihan Tubing Gelas

Kolom gelas dipotong-potong ± 30 cm dan dicuci dengan aquades, kemudian direndam dalam larutan asam kromat (1 gram K₂CrO₄ / 50 mL H₂SO₄ pekat) suhu 500⁰C selama 1 jam dan didinginkan. Kolom gelas yang telah bersih disimpan dalam pelarut etanol selama 12 jam lalu direndam dalam aquades, ditiriskan dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100⁰C selama 30 menit dan dikalsinasi dalam tanur pada suhu 400⁰C selama 1 jam.

b. Pembuatan Larutan Prekursor TiO₂ Degusa P-25

Dibuat larutan TiO₂ dengan konsentrasi 0,1 % (b/v) dalam metanol p.a sebanyak 100 mL lalu distirer selama 2 jam sampai semua larut.

4.2.2. Immobilisasi Katalis TiO₂

a. Lapisan tipis TiO₂ terimmobilisasi pada dinding kolom gelas dibuat dengan cara mengisi larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas dan dibiarkan selama 4 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu 100⁰C selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Berat lapisan TiO₂ dalam kolom gelas ditentukan dengan cara gravimetri.

b. Lapisan tipis TiO₂ terimmobilisasi pada dinding kolom gelas dibuat dengan cara mengalirkan larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas secara kontinu selama 15 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu 100⁰C selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Berat lapisan TiO₂ dalam kolom gelas ditentukan dengan cara gravimetri.

4.2.3 Karakterisasi Hasil Immobilisasi TiO₂

Karakterisasi hasil immobilisasi dalam kolom gelas menggunakan alat SEM/EDAX untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi permukaan yang terbentuk. Alat SEM yang digunakan adalah Philips 515 yang dilengkapi dengan EDAX PV9000 Philips dengan operasi tegangan 15

dan 20 kV. Untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dikarakterisasi dengan alat XRD Philips PW 1710. Analisis dilakukan dengan menggunakan X-Ray $\text{CuK}\alpha$, tegangan 40 kV, arus 30 mA dan jangkauan sudut difraksi $2\theta = 20^\circ - 80^\circ$ dengan kecepatan pengamatan $0,5^\circ / \text{menit}$.

4.3 Pembuatan Reaktor Fotokatalitik

Reaktor fotokatalitik yang dibuat terdiri dari 2 jenis, yaitu reaktor untuk mencari kondisi operasional optimum dan reaktor untuk pemakaian dengan sumber sinar UV dari cahaya matahari.

4.3.1 Reaktor Untuk Mencari Kondisi Operasional Optimum

Reaktor dibuat dengan cara menghubungkan secara seri dua kolom gelas yang telah dilapisi TiO_2 berukuran 30 cm dan diameter 0,2 cm menggunakan selang karet transparan dan dibuat sebanyak 5 buah mengelilingi 1 lampu UV Black Light 10 watt. Jumlah lampu divariasikan sebanyak 1, 3, 5, dan 7 buah. Kolom gelas disambungkan dengan selang plastik ke reservoir berkapasitas 2,5 L yang dilengkapi dengan pompa sirkulasi

4.3.2 Reaktor Untuk Pemakaian dengan Sumber Sinar UV dari Cahaya Matahari

Reaktor dibuat dengan cara menyusun secara seri kolom gelas yang telah dilapisi TiO_2 dengan jumlah pelapisan optimum berukuran 1 m dan diameter 5 cm menggunakan selang karet transparan dan disusun sebanyak jumlah kolom gelas optimum. Susunan kolom gelas ini dihubungkan dengan

reservoir berkapasitas 10 L yang dilengkapi pompa sirkulasi. Susunan kolom gelas ini diletakkan di luar ruangan agar terpapar cahaya matahari. Reaktor ini digunakan untuk mendegradasi polutan organik dalam air limbah.

4.4. Pembuatan Larutan Sampel Klorofenol

Larutan sampel dibuat dengan melarutkan 1 gram klorofenol dalam aquades dan volume dicukupkan hingga 500 mL. Larutan ini disebut larutan induk. Untuk mendapatkan larutan 15 ppm, 7,5 mL larutan induk dipipet ke dalam labu ukur 1 liter, diencerkan dengan aquades hingga tepat batas.

Larutan untuk pengukuran spektrofotometer UV-Vis dibuat dengan mengambil 6,25 mL larutan induk lalu diencerkan dengan aquades hingga 250 mL. Dari larutan ini diambil 25 mL, 40 mL, 60 mL dan 75 mL untuk diencerkan dengan aquades hingga masing-masing 1 L dan diperoleh larutan standar 5, 10, 15 dan 20 ppm.

4.5 Penentuan Kondisi Operasional Optimum Reaktor Fotokatalitik

Larutan 4-klorofenol digunakan untuk mengetahui kondisi optimum operasional reaktor fotokatalitik, yaitu jumlah kolom gelas optimum, laju alir optimum dan jumlah lampu UV optimum. Jumlah kolom gelas divariasikan dengan jumlah 1, 3, 5 dan 7 buah. Laju alir optimum berguna untuk menentukan waktu kontak TiO_2 dengan larutan sampel, dan diperoleh dengan cara memperhitungkan diameter kolom gelas dan lamanya waktu sirkulasi sampel, yaitu 15, 30, 45 dan 60 menit. Jumlah lampu UV optimum diperoleh dengan memvariasikan jumlah lampu yang dipakai, yaitu 1, 3, 5 dan 7 buah.

Untuk masing-masing larutan sampel sebanyak 1 L ditempatkan dalam reservoir, lalu disirkulasi melalui unit reaktor selama waktu tertentu. Setiap selang waktu, sebanyak 10 mL larutan diambil untuk dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

4.6 Proses Degradasi Polutan Organik pada Reaktor Fotokatalitik

Degradasi polutan-polutan organik dalam air dilakukan dengan membuat larutan sebanyak 1 L dengan konsentrasi optimum lalu ditempatkan dalam reservoir dan disirkulasi melalui unit reaktor selama waktu optimum. Larutan diambil sebanyak 10 mL lalu dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

Proses degradasi juga dilakukan dengan meletakkan reaktor di luar ruangan agar terpapar cahaya matahari. Sampel dari air limbah sebanyak 10 L disirkulasi lalu dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

BAB V

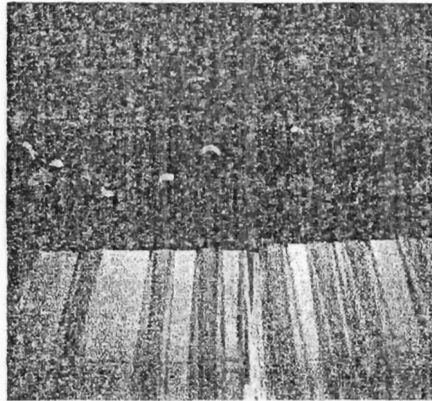
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

5.1. Immobilisasi Katalis TiO_2

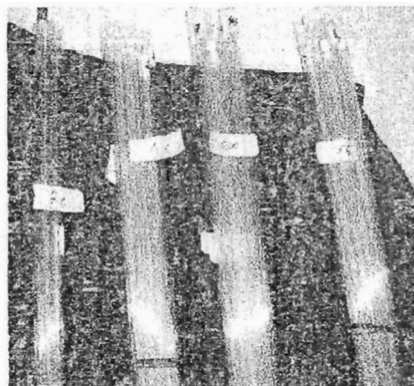
Immobilisasi katalis TiO_2 pada kolom gelas dilakukan dengan 2 cara, yaitu pertama dengan cara mengisi larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas dan didiamkan selama 4 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu 100°C selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Cara kedua adalah dengan cara mengalirkan larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas secara kontinu selama 15 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu 100°C selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Berat lapisan TiO_2 dalam kolom gelas ditentukan dengan cara gravimetri.

Hasil yang diperoleh dari kedua cara immobilisasi ini dibandingkan dan disajikan pada Gambar 5.1. Dari gambar terlihat bahwa immobilisasi dengan cara mendiamkan larutan prekursor dalam kolom gelas lebih merata dibandingkan dengan cara immobilisasi dengan cara mengalirkan larutan prekursor secara kontinu. Hal ini disebabkan oleh karena bila larutan prekursor didiamkan dalam kolom gelas, maka waktu kontak antara larutan dengan dinding gelas lebih lama sehingga lebih mudah menempel pada dinding kolom gelas. Di lain pihak, cara immobilisasi dengan mengalirkan larutan prekursor walau dengan waktu lebih lama (4 menit berbanding 15 menit) waktu kontak antara larutan prekursor dengan dinding kolom gelas lebih pendek sehingga lapisan katalis tidak merata. Hasil yang didapatkan

menunjukkan bahwa cara immobilisasi katalis TiO_2 pada kolom gelas adalah dengan cara mendinginkan larutan prekursor selama 4 menit dalam kolom gelas lalu dikeluarkan.



Gambar 5.1 Perbandingan Hasil immobilisasi dengan cara didiamkan dan cara dialirkan pada pelapisan 2 kali



Gambar 5.2 Tabung gelas hasil immobilisasi pada pelapisan 2x, 4x, 6x dan 8x dengan cara didiamkan

5.1.1 Penentuan Tingkat Pengisian dan Ketebalan Kolom Gelas Dalam Ruangan

Dari hasil gravimetri penelitian, yaitu menimbang kolom gelas sebelum dan sesudah pelapisan akan diperoleh tingkat pengisian. Rata-rata berat pelapisan = $0,00013666 \text{ gram} = 0,13666 \text{ mgr}$. Luas permukaan kolom gelas = $\pi d t = 3,14 \times 0,2$

cm x 31 cm = 19,468 cm². Tingkat pengisian untuk kaca dengan pelapisan 4x diperoleh sebesar 0,00702 mg/cm². Tingkat pengisian kolom gelas dengan pelapisan 4x diperoleh sebesar 0,00702 mg/cm². Tingkat pengisian TiO₂ sebesar 0,00702 mg/cm² ini lalu dimasukkan ke persamaan yang diperoleh Triandi, R.T (2001), yaitu $Y = 6,0876 x - 0,0002$. $Y = 6,0876 x 0,00702 - 0,0002 = 0,04253 \mu\text{m}$. Jadi ketebalan film TiO₂ di permukaan kolom gelas adalah 0,043 μm .

5.1.2 Penentuan Tingkat Pengisian dan Ketebalan Kolom Gelas Luar Ruangan

Dari hasil gravimetri penelitian, yaitu menimbang kolom gelas sebelum dan sesudah pelapisan akan diperoleh tingkat pengisian. Rata-rata berat pelapisan = 0,0383 gram = 38,30 mgr. Luas permukaan kolom gelas = $\pi d t = 3,14 x 2 \text{ cm} x 60 \text{ cm} = 376,8 \text{ cm}^2$. Tingkat pengisian untuk kolom gelas dengan pelapisan 4x diperoleh sebesar 0,10165 mg/cm². Tingkat pengisian ini TiO₂ sebesar 0,10165 mg/cm² lalu dimasukkan ke persamaan yang diperoleh Triandi, R.T (2001), yaitu $Y = 6,0876 x - 0,0002$. $Y = 6,0876 x 0,10165 - 0,0002 = 0,61858 \mu\text{m}$. Jadi ketebalan film TiO₂ di permukaan kolom gelas adalah 0,62 μm .

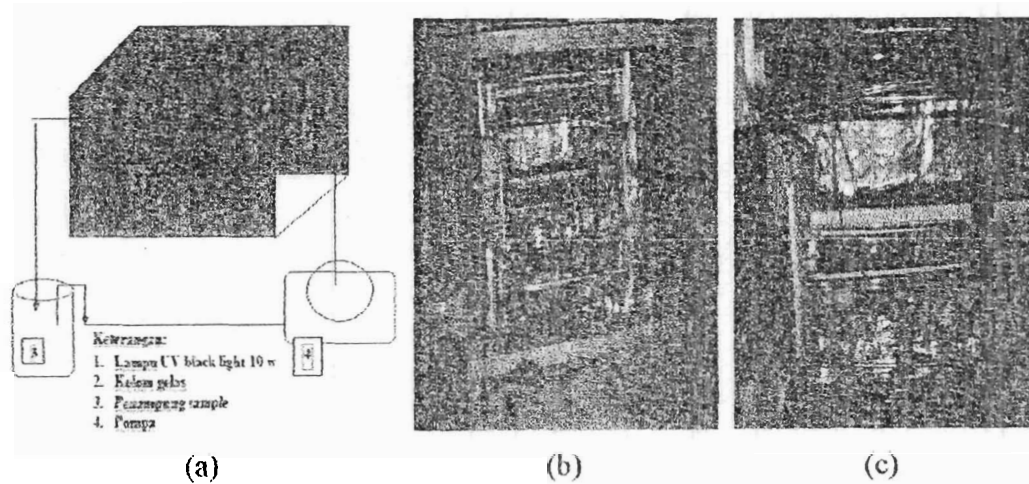
5.2. Reaktor Fotokatalitik

Reaktor fotokatalitik yang dibuat terdiri dari 2 jenis, yaitu reaktor untuk mencari kondisi operasional optimum dan reaktor untuk pemakaian dengan sumber sinar UV dari cahaya matahari.

5.2.1. Reaktor Untuk Mencari Kondisi Operasional Optimum

Reaktor dibuat dengan cara menghubungkan secara seri dua kolom gelas yang telah dilapisi TiO₂ berukuran 31 cm dan diameter 0,2 cm menggunakan selang

karet transparan dan dibuat sebanyak 4 buah mengelilingi 1 lampu UV *Black Light* 10 watt. Jumlah lampu divariasikan sebanyak 1, 3, 5, dan 7 buah. Pada bagian bawah dan samping lampu di letakkan lembaran aluminium foil agar cahaya UV bisa mengenai semua permukaan kolom gelas. Kolom gelas disambungkan dengan selang plastik transparan ke reservoir berkapasitas 2,5 L yang dilengkapi dengan pompa sirkulasi. Larutan sampel diletakkan dalam reservoir lalu disirkulasi dengan bantuan pompa melalui kolom gelas yang berada disekeliling lampu UV *black light* selama beberapa waktu. Setiap waktu tertentu larutan sampel diambil sebanyak 5 mL lalu dianalisis dengan alat UV-Vis.

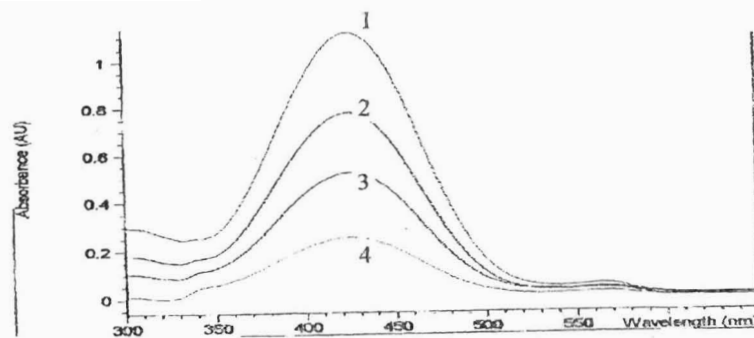


Gambar 5.3. Reaktor fotokatalitik untuk mencari kondisi optimum, (a) bagan reaktor, (b) tampak samping dan (c) tampak atas

Reaktor fotokatalitik yang telah dibuat digunakan untuk mendegradasi senyawa organik fenol red untuk mengetahui kemampuan fotokatalitiknya dan dianalisis dengan UV-Vis. Hasil yang diperoleh disajikan di bawah ini.

5.2.1.1. Spektra Fenol Red tanpa Perlakuan

Spektra fenol red dalam pelarut etanol 98% tanpa perlakuan yang diukur dengan UV-Vis pada konsentrasi 5, 10, 15 dan 20 ppm memperlihatkan hanya ada satu puncak pada panjang gelombang 427 nm dan tidak ada muncul puncak lain yang mengindikasikan adanya spesi intermediet. Dari Gambar 5.7 di bawah terlihat bahwa semakin kecil konsentrasi fenol red, semakin kecil intensitas absorbensinya. Dari data ini, maka konsentrasi fenol red dalam pelarut etanol yang akan dipakai untuk pengukuran berikutnya adalah konsentrasi 20 ppm.



Gambar 5.4. Spektra UV-Vis fenol red tanpa perlakuan pada konsentrasi (1) 20 ppm, (2) 15 ppm, (3) 10 ppm, dan (4) 5 ppm

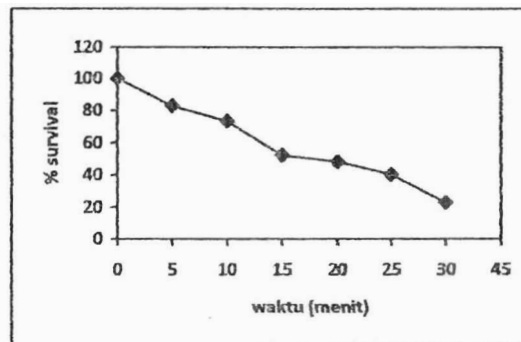
5.2.1.2. Fotodegradasi Fenol Red pada Reaktor Fotokatalitik kontinu

Fotodegradasi zat organik fenol red dalam pelarut etanol 98% dengan konsentrasi 20 ppm dilakukan dengan cara menepatkan sebanyak 2,5 L larutan dalam reservoir lalu disirkulasi dengan bantuan pompa. Setiap selang waktu 15 menit, 10 mL larutan diambil untuk dianalisis dengan alat UV-Vis.

Fotodegradasi fenol red dilakukan pada pelapisan katalis sebanyak 2, 4, 6 dan 8 kali dengan lama penyinaran UV 15, 30, 45 dan 60 menit. Penurunan absorbansi hasil degradasi ditampilkan pada gambar di bawah ini.

5.2.2 Aktivitas Reaktor dalam Proses Inaktivasi Bakteri *E.coli*

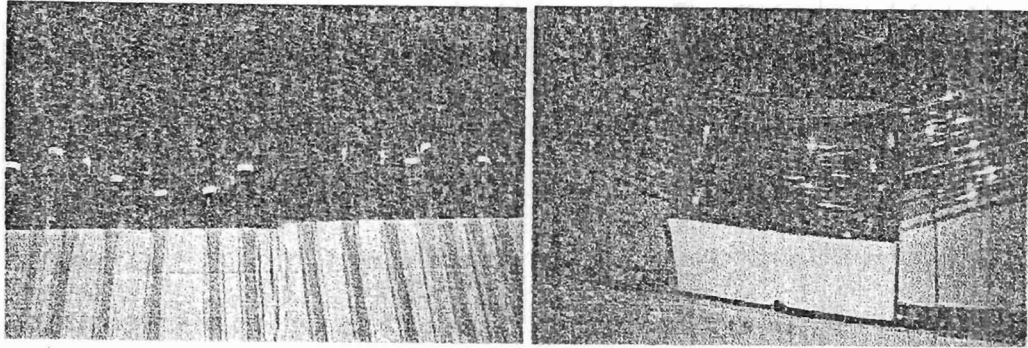
Aktivitas fotokatalitik dari reaktor dicobakan untuk mendegradasi bakteri *E.coli*, dan hasilnya disajikan pada grafik di bawah ini. Penurunan jumlah sel *E.coli* pada saat katalis TiO_2 di kenai sinar UV telah diamati. Penelitian ini berhasil menurunkan jumlah sel *E.coli* sampai 77,31 % setelah iradiasi UV selama 30 menit. Hasil yang diperoleh ini menunjukkan bahwa reaktor fotokatalitik mampu mendegradasi bakteri yang terdapat dalam air.



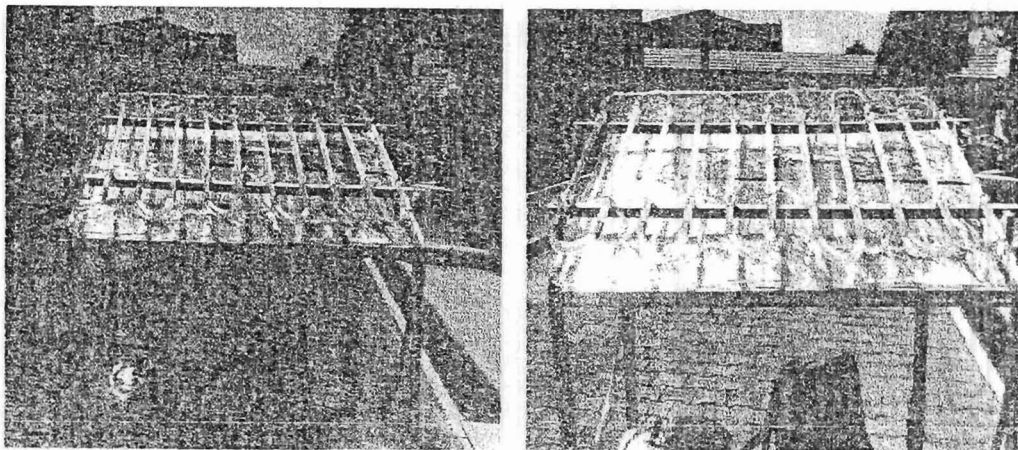
Gambar 5.7 Plot pengamatan inaktivasi bakteri pada reaktor fotokatalitik

5.3.3 Reaktor Untuk Pemakaian dengan Sumber Sinar UV dari Cahaya Matahari

Reaktor dibuat dengan cara menyusun secara seri kolom gelas yang telah dilapisi TiO_2 dengan jumlah pelapisan optimum berukuran 60 cm dan diameter 2 cm menggunakan selang karet transparan dan disusun sebanyak jumlah kolom gelas optimum. Susunan kolom gelas ini dihubungkan dengan reservoir berkapasitas 10 L yang dilengkapi pompa sirkulasi. Susunan kolom gelas ini diletakkan di luar ruangan agar terpapar cahaya matahari. Reaktor ini digunakan untuk mendegradasi polutan-polutan organik yang ada dalam air limbah.



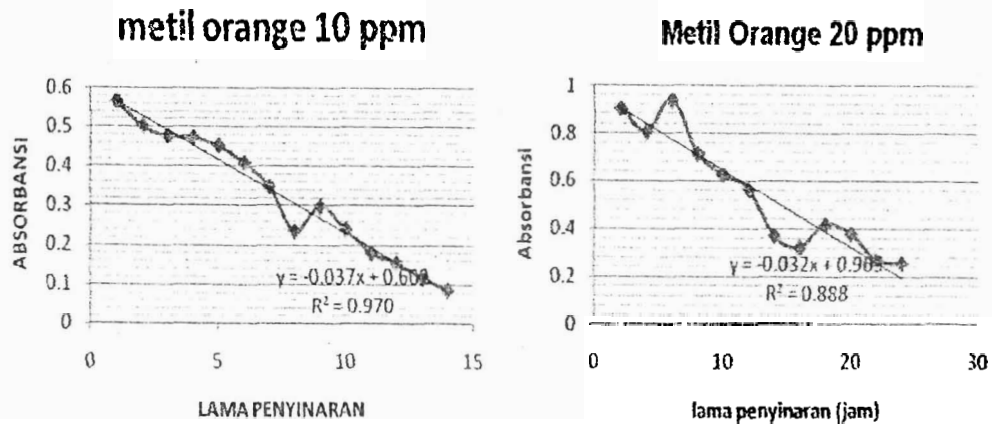
Gambar 5.8 Pelapisan kolom gelas untuk reaktor luar ruangan



Gambar 5.9 Reaktor Fotokatalitik dengan Sumber UV dari Cahaya Matahari

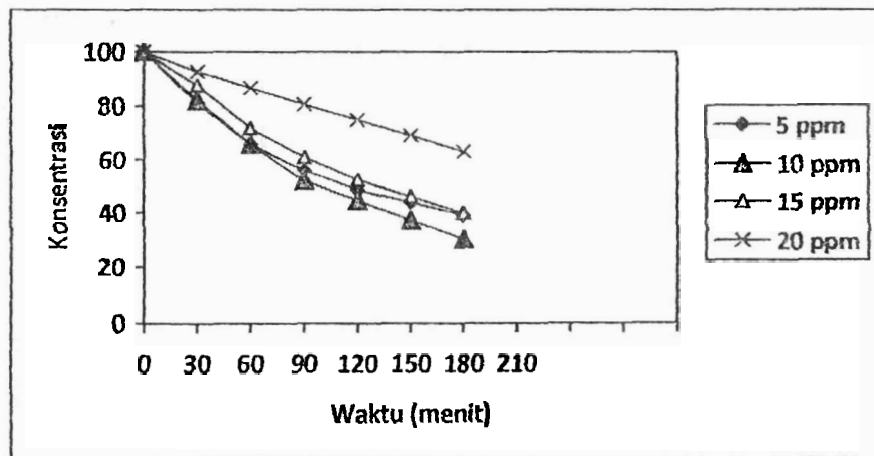
Polutan-polutan organik yang akan didegradasi dengan reaktor yang memakai sumber sinar UV dari cahaya matahari merupakan senyawa-senyawa organik yang ada sebagai polutan dalam limbah pabrik tekstil atau pabrik sawit. Diambil sebagai contoh polutan adalah fenol dan metil orange.

Aktivitas reaktor fotokatalitik dicobakan untuk mendegradasi senyawa metil orange dengan konsentrasi 10 ppm dan 20 ppm. Data yang dianalisis adalah penurunan absorbansi versus lama penyinaran UV yang dilakukan. Dari grafik Gambar 5.10 terlihat relatif terjadi penurunan absorbansi dari senyawa metil orange



Gambar 5.10 Penurunan konsentrasi metil orange terhadap lama penyinaran UV

baik pada 10 ppm maupun pada konsentrasi 20 ppm. Pada konsentrasi 10 ppm diperlukan waktu penyinaran sampai 15 menit sementara konsentrasi 20 ppm memerlukan waktu sampai 25 menit. dari data ini dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi semakin lama pula waktu yang diperlukan untuk mendegradasi senyawa metil orange.



Gambar 5.11 Penurunan konsentrasi fenol terhadap waktu iradiasi UV

Grafik pada Gambar 5.11 memperlihatkan kecenderungan menurunnya konsentrasi zat organik bila diiradiasi dengan lampu UV sampai 180 menit.

Penurunan konsentrasi terbesar yang didapat dalam penelitian ini sebesar 10 ppm dan akan terus menurun bila iradiasi UV diteruskan. Semakin konsentrasi zat organik, semakin lama waktu yang diperlukan untuk mendegradasinya.

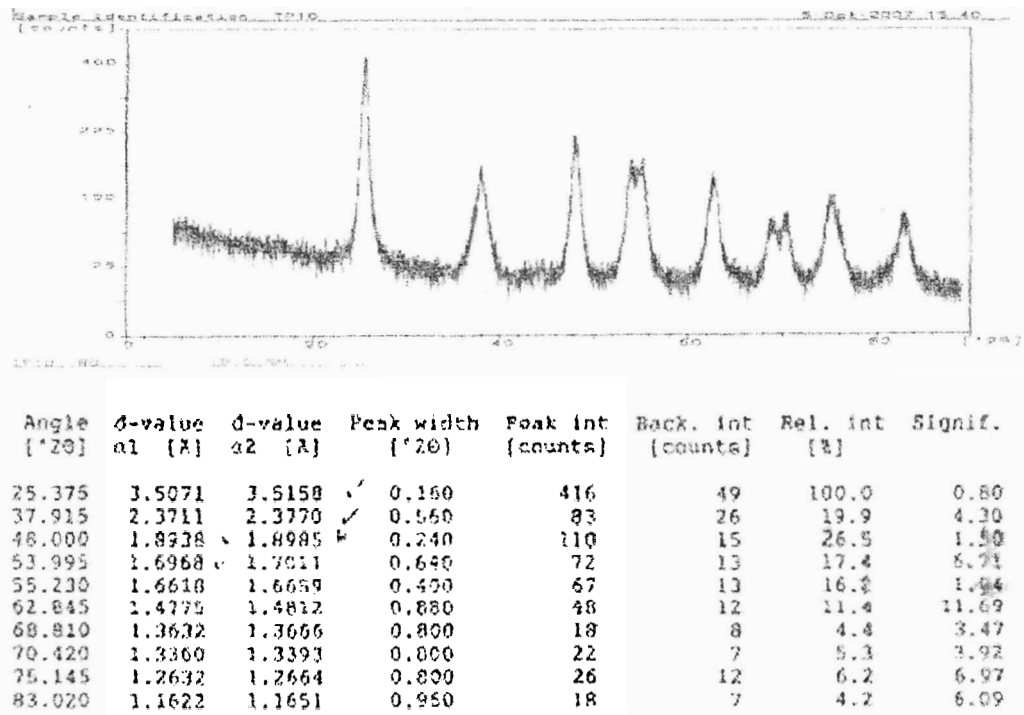
Lebih besarnya penurunan konsentrasi pada degradasi 10 ppm dibandingkan 5 ppm dapat dijelaskan sebagai berikut. Reaksi degradasi fotokatalitik pada film TiO_2 ini merupakan suatu sistem heterogen. Untuk terjadinya proses degradasi, maka zat organik harus bermigrasi dari larutan ke permukaan katalis dan kemudian terdifusi ke dalam katalis tersebut. Apabila konsentrasi zat organik dalam larutan itu sangat kecil, maka transfer massa dari larutan ke permukaan katalis akan menjadi sedikit. Hasil serupa juga dikemukakan oleh Cunningham dan Alsaved (dikutip dari Surahman, H. 2004) yang menyatakan bahwa laju degradasi menjadi lebih cepat apabila konsentrasi zat organik lebih besar pula. karena dengan semakin tinggi konsentrasi zat organik maka akan semakin banyak konsentrasi zat organik yang teradsorpsi ke permukaan katalis dan semakin banyak yang akan terdegradasi.

5.3. Karakterisasi Hasil Immobilisasi Katalis TiO_2

Karakterisasi hasil immobilisasi dalam kolom gelas menggunakan alat SEM/EDAX untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi permukaan yang terbentuk. Alat SEM yang digunakan adalah Philips 515 yang dilengkapi dengan EDAX PV9000 Philips dengan operasi tegangan 15 dan 20 kV. Untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dikarakterisasi dengan alat XRD Philips PW 1710. Analisis dilakukan dengan menggunakan X-Ray $\text{CuK}\alpha$, tegangan 40 kV, arus 30 mA dan jangkauan sudut difraksi $2\theta = 20^\circ - 80^\circ$ dengan kecepatan pengamatan $0,5^\circ / \text{menit}$.

5.3.1 Karakterisasi dengan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mendapatkan informasi tentang struktur kristal TiO₂ yang digunakan. Hasil analisis XRD dari katalis dapat dilihat pada Gambar 12.



Gambar 5.12. Pola difraksi data sudut 2θ dari film katalis TiO₂

Untuk mengetahui ukuran kristal yang terbentuk pada film TiO₂ di permukaan kaca SLP dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$L = \frac{K\lambda}{(\beta \cos \theta)}$$

dimana : L = ukuran kristal dalam nm

λ = panjang gelombang radiasi sinar-X (Cu K_α = 0,154439 nm)

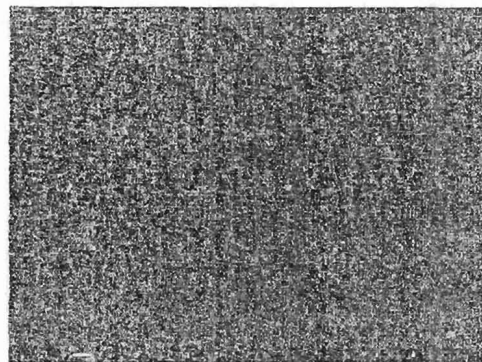
K = 0,89

β = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi (°)

Pada Gambar 5.12 terlihat adanya puncak yang dapat memberikan informasi identitas dari bentuk kristal *anatase* dan *rutile*. Bentuk kristal TiO_2 dapat diketahui dengan membandingkan nilai 2θ atau d (Å) hasil pengukuran dengan kartu interpretasi. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa katalis TiO_2 yang digunakan dalam penelitian ini merupakan campuran kristal *anatase* dan *rutile*. Struktur kristal *anatase* lebih dominan karena puncak tertinggi berada pada sudut difraksi sekitar 25° . Puncak tertinggi mempunyai sudut $2\theta = 25,375$ atau nilai d (Å) = 3,5158 yang merupakan sudut dari kristal *anatase*. Ukuran kristal *anatase* yang terbentuk adalah 19 nm.

5.3.2 Karakterisasi SEM/EDAX

Analisis dengan alat SEM-EDX digunakan untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur-unsur penyusun pada permukaan katalis. Hasil analisis permukaan penyangga gelas silika yang dilapisi dengan TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 5.4. Data yang ditampilkan adalah data hasil pengukuran di mana arah sinar-x tegak lurus dari depan terhadap posisi lapisan tipis TiO_2 di atas penyangga gelas Sehingga informasi yang diberikan adalah berasal dari "coverage" sinar x yang melewati matrik lapisan tipis TiO_2 dan penyangga gelas.



Gambar 5.13. Foto SEM tampak atas lapisan TiO_2

7. Komposisi zat di permukaan film katalis di bagian dalam kolom gelas adalah 31,91 % Ti dan Si 12,59 %,

6.2 Saran

Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dilakukan, maka dikemukakan saran-saran sebagai berikut :

1. Melakukan penelitian lebih lanjut tentang kemampuan film katalis dalam mendegradasi polutan-polutan organik lain dan polutan anorganik yang terdapat dalam air limbah industri
2. Melakukan penelitian lebih lanjut tentang kemampuan film katalis dalam mendegradasi sampel real berupa air limbah industri
3. Melakukan penelitian lebih lanjut untuk membuat reaktor fotokatalitik dalam skala industri.

DAFTAR PUSTAKA

- Arana, J., et. al., *FTIR Study of Gas – Phase Alcohol Photocatalytic Degradation with TiO₂ and AC - TiO₂*, **Applied Catalysis B: Environmental**, 53, 221-232, 2004
- Blount, M. C., Kim, D. H., and Falconer, J. L., *Transparent Thin-Film TiO₂ Photocatalysts with High Activity*, **Environ Sci. Technol**, 35, 2988-2994, 2001
- Chan, Alex H.C., et. al., *Effect of Thermal Treatment on The Photocatalytic Activity of TiO₂ Coatings for Photocatalytic Oxidation of Benzoic Acid*, **J. Mater. Res**, Vol. 17, No. 7, 1758-1765, 2002
- Comparelli, R., et. al., *Photocatalytic Degradation of Azo Dyes by Organic-Caped Anatase TiO₂ Nanocrystals Immobilized onto Substrates*, **Applied Catalysis B: Environmental**, 55, 755-85, 2004
- Ermirio, Jose, et. al., *Utilization of Solar Energy in The Photodegradation of Gasolin in Water and Oil-Field-Produced Water*, **Environ Sci. Technol**, 38, 3746-3751, 2004
- Fujishima, A., Hashimoto, K., and Watanabe, T., *TiO₂ Photocatalysis: Fundamentals and Applications*, BKC, Inc., Tokyo, Japan, 66-74, 1999
- Fujishima, A., Rao, T. N. and Tryk D.A., *Titanium Dioxide Photocatalysis*, **Journal of Photochemistry and Photobiology Review**, 1, 1-21, 2000
- Gao, Y., et. al., *Tribological Properties of Oleic Acid – Modified TiO₂ Nanoparticle in Water*, **Materials Science and Engineering**, A 286, 149-151, 2000
- Gunlazuardi, J., *Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂ : Aspek Fundamental dan Aplikasinya*, Seminar Nasional Kimia Fisika II, 1-15, 2001
- Guo, Bing, et.al., *Photocatalytic Effect of the Sol-Gel Derived Nanoporous TiO₂ Transparent Thin Films*, **Thin Solid Films**, 479, 310-315, 2005
- Hoffmann, M. R., et. al., *Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis*, **Chem. Rev.**, vol. 95, 69-96, 1995
- Lee, D. and Condrate, R. A. Sr., *Infrared Reflectance Spectral Characterization of Various Organic Coatings on Glasses*, **Journal of Non-Crystalline Solids**, 222, 435-441, 1997
- Linsebigler, A. L., Lu Guangguan and Yates Jr, J. T., *Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results*, **Chem. Rev.**, 95, 735-758, 1995

- Manahan, S. E., *Environmental Chemistry*, Willard Grand-Press, Boston, ed. 2, 172, 1992
- Parkin, I. P., and Clark, R. J. H., *Self Cleaning Coatings – Tungsten Substituted Titania*, IGR Report on Grants GR/M95059/01 and GR/M95042/01
- Pelizzetti, E., et. al., *Photocatalytic Processes for Surfactant Degradation, Photocatalytic Purification and Treatment of Water and Air*, (Editors: D.F. Ollis and Al-Ekabi), 261-273, 1993
- Rappe, C., *The Handbook of Environmental Chemistry*, Hutzinger O., ed. Springer Verlag, Berlin, Vol. 3, 157, 1980
- Ray, A. K., and Beenackers, A. A. C. M., *Development of a New Photocatalytic Reactor for Water Purification*, **Catalysis Today**, 40, 73-83, 1998
- Romeas, V., et al., 1999, *Degradation of Palmitic (hexadenoic) Acid Deposited on TiO₂-Coated Self-cleaning Glass: Kinetics of Disappearance, Intermediate Products and Degradation Pathways*, **New J. Chem.**, 23, 365-373
- Serpone, N., *Encyclopedia of Chemical Technology*, ed. 14, vol. 18, Jhon Wiley & Sons, USA, 820-837, 1994
- Serrano, B., and de Lasa, H., *Photocatalytic Degradation of Water Organic Pollutants. Kinetic Modelling and Energy Efficiency*, **Ind. Eng. Chem. Res.**, 36, 4705-4711, 1997
- Sofyan, I., *Fotokatalisis Film TiO₂ untuk Aplikasi Lingkungan*, **Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia**, vol. 2, No. 6, 19-25, 2000
- Sonawane, R.S., et. al., *Preparation and Photocatalytic Activity of Fe-TiO₂ Thin Films Prepared by Sol-Gel Dip Coating*, **Materials Chemistry and Physics**, 85, 52-57, 2004
- Su, C., et al., 2004, *Sol-gel Preparation and Photocatalysis of Titanium Dioxide*, **Catal. Today**, 96, 119-126.
- Theurich, J., Lindner, M., and Bahnemann, D. W., *Photocatalytic Degradation of 4-Chlorophenol in Aerated Aqueous Titanium Dioxide Suspensions: A Kinetic and Mechanistic Study*, **Langmuir**, 12, 6368-6376, 1996
- Watanabe, T., et. al., *Photocatalytic Activity and Photoinduced Hydrophilicity of Titanium Dioxide Coated Glass*, **Thin Solid Film**, 351, 260-261, 1999
- Yamashita, H., et. al., *Photocatalytic Degradation of Organic Compounds Diluted in Water Using Visible Light – Responsive Metal Ion-Implanted TiO₂ Catalysis: Fe Ion – Implanted TiO₂*, **Catalysis Today**, 84, 191-196, 2003

Yu, Jianguo, et. al., *Effect of Structure on photocatalytic Activity of TiO₂ Thin Films prepared by Sol-Gel Method*, **Thin Solid Films**, 379, 7-14, 2000

Yu, Jianguo, et. al., *Preparation and Characterization of Super-hydrophilic porous TiO₂ Coating Films*, **Materials Chemistry and Physics**, 68, 253-259, 2001

B. DRAF ARTIKEL ILMIAH

REAKTOR FOTOKATALITIK UNTUK PURIFIKASI AIR LIMBAH

Andromeda dan Hardeli¹

¹Jurusan kimia FMIPA UNP Padang, 25131

E-mail : andromeda1@yahoo.com

hardeli1@ui.edu

Abstrak

Reaktor fotokatalitik untuk purifikasi air limbah baik dengan sumber sinar UV dari lampu maupun dari cahaya matahari telah dibuat dengan mengimmobilisasikan katalis TiO_2 di bagian dalam kolom gelas. Karakterisasi dari film TiO_2 dilakukan dengan XRD dan SEM-EDX. Tujuan utama adalah menentukan aktivitas fotokatalitik dari reaktor dalam mendegradasi polutan-polutan organik yang ada dalam air limbah. Hasil yang diperoleh adalah tingkat pengisian TiO_2 adalah $0,00702 \text{ mg/cm}^2$ dan ketebalan yang diperoleh sebesar $0,043 \text{ }\mu\text{m}$ untuk reaktor dalam ruangan, sedangkan tingkat pengisian katalis TiO_2 pada kolom gelas reaktor untuk pemakaian luar ruangan adalah $0,10165 \text{ mg/cm}^2$ dan ketebalan sebesar $0,62 \text{ }\mu\text{m}$. Jumlah pelapisan optimum kolom gelas yang diperoleh adalah 6 kali dan lama penyinaran optimum adalah 45 menit. Reaktor fotokatalitik bisa menurunkan jumlah bakteri *E.coli* sampai 77,31 % setelah iradiasi UV selama 30 menit. Reaktor fotokatalitik dapat mendegradasi senyawa metil orange dan fenol dengan memakai sumber sinar UV dari cahaya matahari. Semakin besar konsentrasi zat organik, semakin lama waktu yang diperlukan untuk mendegradasinya. Struktur Kristal film katalis di bagian dalam kolom gelas adalah lebih dominan anatase dari rutil dan ukuran Kristal yang terbentuk sebesar 19 nm serta komposisi zat di permukaan film katalis di bagian dalam kolom gelas adalah 31,91 % Ti dan Si 12,59 %.

Kata kunci : Reaktor fotokatalitik, purifikasi, air limbah, katalis TiO_2

1. Pendahuluan

Air merupakan salah satu kebutuhan utama bagi kehidupan manusia. Perkembangan industri dan pertanian yang semakin meningkat menyebabkan pencemaran air bertambah pula. Pencemaran air oleh bahan kimia berbahaya dapat berasal dari limbah industri, penggunaan produk-produk industri pertanian seperti pupuk, pestisida, fungisida, herbisida dan lain-lain. Secara umum polutan yang sering terdapat dalam air meliputi: pelarut senyawa organik yang mudah menguap,

dioksin, dibenzofuran, pestisida, poliklorobifenil, klorofenol, asbestos, logam-logam berat dan senyawa-senyawa arsenat (Manahan 1992 dan Hoffmann, 1995).

Keberadaan senyawa organik, khususnya haloaromatik dalam air dapat membahayakan lingkungan, hewan dan manusia. Senyawa ini bersifat persisten di lingkungan, dapat terakumulasi dalam rantai makanan, beracun, mutagenik dan karsinogenik (Rappe, C., 1980). Penggunaan dalam industri sangat luas yang menyebabkan meningkatnya jumlah buangan industri yang mencemari air dan tanah.

Untuk mencegah terjadinya kontaminasi yang lebih serius, diperlukan sistem penanganan air limbah yang memadai. Teknologi yang telah banyak dipakai meliputi perlakuan biologis, adsorpsi karbon aktif, *air stripping* dan insinerasi. Kelemahan dari proses-proses ini adalah bahwa polutan tidak dihancurkan melainkan hanya dipindahkan fasanya sehingga masih memerlukan penanganan lanjutan untuk menghilangkan polutan itu dari lingkungan baru yang terkontaminasi. Penghancuran secara insinerasi bahkan memerlukan pengawasan yang sangat ketat karena dapat menghasilkan senyawa-senyawa yang lebih berbahaya seperti dioksin dan furan terklorinasi (Serpone, 1994).

Salah satu teknologi yang sedang berkembang pesat dan sangat menjanjikan adalah proses oksidasi lanjutan (*Advanced oxidation Processes*, AOP). Proses ini didasarkan pada oksidasi total senyawa-senyawa organik berbahaya menjadi CO₂ dan H₂O dengan memakai fotokatalis TiO₂.

Sebagai fotokatalis, saat TiO₂ disinari dengan cahaya UV maka akan terbentuk pasangan *electron-hole* (e⁻ dan h⁺, elektron-lubang positif). Lubang positif yang terbentuk berinteraksi dengan air atau ion OH⁻ menghasilkan radikal hidroksil (•OH). Radikal hidroksil ini merupakan spesies yang sangat reaktif menyerang molekul-molekul organik dan dapat memineralisasinya menjadi CO₂ dan H₂O dan ion-ion halida jika senyawa organik mengandung atom-atom halogen (Linsebigler et al., 1995). Sifat ini bisa digunakan untuk mendegradasi berbagai macam polutan organik, seperti herbisida, pestisida, aromatik, alifatik, pewarna, mikroorganisme dan lain-lain menjadi produk yang tidak berbahaya bagi lingkungan.

Dari sisi konfigurasi katalis, ada dua model yang digunakan untuk fotoreaktor pengolahan limbah, yaitu katalis TiO₂ dalam sistem suspensi dan katalis TiO₂ dalam sistem immobilisasi. Sistem suspensi mempunyai efisiensi yang lebih tinggi

dibandingkan sistem immobilisasi. Hal ini disebabkan oleh tidak terbatasnya transfer massa dalam sistem suspensi. Akan tetapi aplikasi TiO_2 sistem suspensi secara komersial kurang menguntungkan, karena sistem ini mempunyai kelemahan, yaitu pemisahan partikel TiO_2 terjadi sangat lambat, prosesnya memerlukan biaya yang banyak dan daya tembus sinar UV sangat terbatas karena absorpsi yang kuat oleh TiO_2 dan spesies organik terlarut. Masalah di atas dapat diatasi dengan menggunakan katalis yang diimmobilisasikan. Dengan sistem immobilisasi, sebuah fotoreaktor dapat dirancang dimana semua permukaan katalis dapat dikenai oleh radiasi UV. Kelemahan sistem immobilisasi adalah terbatasnya proses transfer massa.

Untuk memperoleh fotokatalis film dengan sifat-sifat yang diinginkan, yakni melekat erat dan sangat aktif, maka perlu diteliti tentang teknis pelapisan fotokatalis pada substrat serta kuantitas-kuantitas yang mendukung, seperti struktur kristal, porositas yang terbentuk, morfologi permukaan dan ketebalan lapisan.

2. Percobaan

2.1. Penyiapan Reaktor Fotokatalitik

2.1.1 Pembuatan Lapisan Immobilisasi TiO_2 pada Dinding Kolom Gelas

a. Pembersihan Tubing Gelas

Kolom gelas dipotong-potong ± 30 cm dan dicuci dengan aquades, kemudian direndam dalam larutan asam kromat (1 gram K_2CrO_4 / 50 mL H_2SO_4 pekat) suhu 500°C selama 1 jam dan didinginkan. Kolom gelas yang telah bersih disimpan dalam pelarut etanol selama 12 jam lalu direndam dalam aquades, ditiriskan dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 30 menit dan dikalsinasi dalam tanur pada suhu 400°C selama 1 jam.

b. Pembuatan Larutan Prekursor TiO_2 Degusa P-25

Dibuat larutan TiO_2 dengan konsentrasi 0,1 % (b/v) dalam metanol p.a sebanyak 100 mL lalu distirer selama 2 jam sampai semua larut.

2.2. Immobilisasi Katalis TiO_2

a. Lapisan tipis TiO_2 terimmobilisasi pada dinding kolom gelas dibuat dengan cara mengisi larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas dan didiamkan

selama 4 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu 100°C selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Berat lapisan TiO_2 dalam kolom gelas ditentukan dengan cara gravimetri.

- b. Lapisan tipis TiO_2 terimmobilisasi pada dinding kolom gelas dibuat dengan cara mengalirkan larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas secara kontinu selama 15 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu 100°C selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Berat lapisan TiO_2 dalam kolom gelas ditentukan dengan cara gravimetri.

2.3 Karakterisasi Hasil Immobilisasi TiO_2

Karakterisasi hasil immobilisasi dalam kolom gelas menggunakan alat SEM/EDAX untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi permukaan yang terbentuk. Alat SEM yang digunakan adalah Philips 515 yang dilengkapi dengan EDAX PV9000 Philips dengan operasi tegangan 15 dan 20 kV. Untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dikarakterisasi dengan alat XRD Philips PW 1710. Analisis dilakukan dengan menggunakan X-Ray $\text{CuK}\alpha$, tegangan 40 kV, arus 30 mA dan jangkauan sudut difraksi $2\theta = 20^{\circ} - 80^{\circ}$ dengan kecepatan pengamatan $0,5^{\circ} / \text{menit}$.

2.4 Pembuatan Reaktor Fotokatalitik

Reaktor fotokatalitik yang dibuat terdiri dari 2 jenis, yaitu reaktor untuk mencari kondisi operasional optimum dan reaktor untuk pemakaian dengan sumber sinar UV dari cahaya matahari.

2.4.1 Reaktor Untuk Mencari Kondisi Operasional Optimum

Reaktor dibuat dengan cara menghubungkan secara seri dua kolom gelas yang telah dilapisi TiO_2 berukuran 30 cm dan diameter 0,2 cm menggunakan selang karet transparan dan dibuat sebanyak 5 buah mengelilingi 1 lampu UV Black Light 10 watt. Jumlah lampu divariasikan sebanyak 1, 3, 5, dan 7 buah. Kolom gelas

disambungkan dengan selang plastik ke reservoir berkapasitas 2,5 L yang dilengkapi dengan pompa sirkulasi

2.4.2 Reaktor Untuk Pemakaian dengan Sumber Sinar UV dari Cahaya Matahari

Reaktor dibuat dengan cara menyusun secara seri kolom gelas yang telah dilapisi TiO_2 dengan jumlah pelapisan optimum berukuran 1 m dan diameter 5 cm menggunakan selang karet transparan dan disusun sebanyak jumlah kolom gelas optimum. Susunan kolom gelas ini dihubungkan dengan reservoir berkapasitas 10 L yang dilengkapi pompa sirkulasi. Susunan kolom gelas ini diletakkan di luar ruangan agar terpapar cahaya matahari. Reaktor ini digunakan untuk mendegradasi polutan organik dalam air limbah.

2.5. Pembuatan Larutan Sampel Klorofenol

Larutan sampel dibuat dengan melarutkan 1 gram klorofenol dalam aquades dan volume dicukupkan hingga 500 mL. Larutan ini disebut larutan induk. Untuk mendapatkan larutan 15 ppm, 7,5 mL larutan induk dipipet ke dalam labu ukur 1 liter, diencerkan dengan aquades hingga tepat batas.

Larutan untuk pengukuran spektrofotometer UV-Vis dibuat dengan mengambil 6,25 mL larutan induk lalu diencerkan dengan aquades hingga 250 mL. Dari larutan ini diambil 25 mL, 40 mL, 60 mL dan 75 mL untuk diencerkan dengan aquades hingga masing-masing 1 L dan diperoleh larutan standar 5, 10, 15 dan 20 ppm.

2.6 Penentuan Kondisi Operasional Optimum Reaktor Fotokatalitik

Larutan 4-klorofenol digunakan untuk mengetahui kondisi optimum operasional reaktor fotokatalitik, yaitu jumlah kolom gelas optimum, laju alir optimum dan jumlah lampu UV optimum. Jumlah kolom gelas divariasikan dengan jumlah 1, 3, 5 dan 7 buah. Laju alir optimum berguna untuk menentukan waktu kontak TiO_2 dengan larutan sampel, dan diperoleh dengan cara memperhitungkan diameter kolom gelas dan lamanya waktu sirkulasi sampel, yaitu 15, 30, 45 dan 60 menit. Jumlah lampu UV optimum diperoleh dengan memvariasikan jumlah lampu yang dipakai, yaitu 1, 3, 5 dan 7 buah.

Untuk masing-masing larutan sampel sebanyak 1 L ditempatkan dalam reservoir, lalu disirkulasi melalui unit reaktor selama waktu tertentu. Setiap selang waktu, sebanyak 10 mL larutan diambil untuk dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

2.7 Proses Degradasi Polutan Organik pada Reaktor Fotokatalitik

Degradasi polutan-polutan organik dalam air dilakukan dengan membuat larutan sebanyak 1 L dengan konsentrasi optimum lalu ditempatkan dalam reservoir dan disirkulasi melalui unit reaktor selama waktu optimum. Larutan diambil sebanyak 10 mL lalu dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

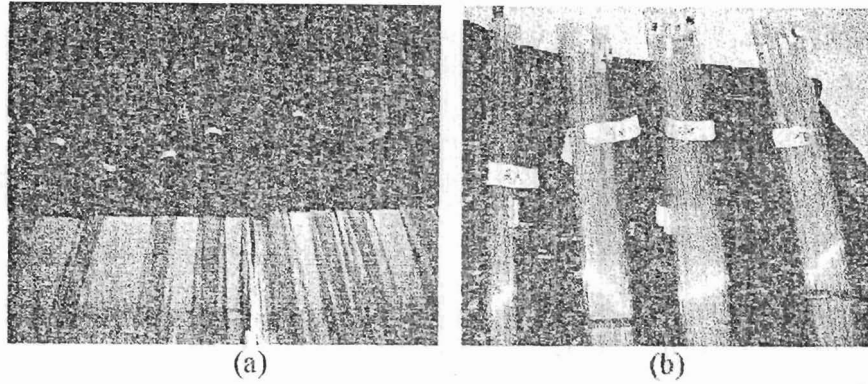
Proses degradasi juga dilakukan dengan meletakkan reaktor di luar ruangan agar terpapar cahaya matahari. Sampel dari air limbah sebanyak 10 L disirkulasi lalu dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Immobilisasi Katalis TiO_2

Immobilisasi katalis TiO_2 pada kolom gelas dilakukan dengan 2 cara, yaitu pertama dengan cara mengisi larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas dan didiamkan selama 4 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu $100^{\circ}C$ selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Cara kedua adalah dengan cara mengalirkan larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas secara kontinu selama 15 menit, selanjutnya dikeluarkan. Kolom gelas dihidrolisis pada suhu $100^{\circ}C$ selama 1 jam. Pelapisan diulang dengan variasi sebanyak 2, 4, 6, 8, dan 10 kali agar didapat pelapisan optimum. Berat lapisan TiO_2 dalam kolom gelas ditentukan dengan cara gravimetri.

Hasil yang diperoleh dari kedua cara immobilisasi ini dibandingkan dan disajikan pada Gambar 5.1. Dari gambar terlihat bahwa immobilisasi dengan cara mendiamkan larutan prekursor dalam kolom gelas lebih merata dibandingkan dengan cara immobilisasi dengan cara mengalirkan larutan prekursor secara kontinu. Hal ini disebabkan oleh karena bila larutan prekursor didiamkan dalam kolom gelas, maka waktu kontak antara larutan



Gambar 1 Perbandingan Hasil immobilisasi dengan cara didiamkan dan cara dialirkan pada pelapisan 2 kali (a) dan Tabung gelas hasil immobilisasi pada pelapisan 2x, 4x, 6x dan 8x (b)

dengan dinding gelas lebih lama sehingga lebih mudah menempel pada dinding kolom gelas. Di lain pihak, cara immobilisasi dengan mengalirkan larutan prekursor walau dengan waktu lebih lama (4 menit berbanding 15 menit) waktu kontak antara larutan prekursor dengan dinding kolom gelas lebih pendek sehingga lapisan katalis tidak merata. Hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa cara immobilisasi katalis TiO_2 pada kolom gelas adalah dengan cara mendinginkan larutan prekursor selama 4 menit dalam kolom gelas lalu dikeluarkan.

3.1.1 Penentuan Tingkat Pengisian dan Ketebalan Kolom Gelas Dalam Ruangan

Dari hasil gravimetri penelitian, yaitu menimbang kolom gelas sebelum dan sesudah pelapisan akan diperoleh tingkat pengisian. Rata-rata berat pelapisan = $0,00013666 \text{ gram} = 0,13666 \text{ mgr}$. Luas permukaan kolom gelas = $\pi d t = 3,14 \times 0,2 \text{ cm} \times 31 \text{ cm} = 19,468 \text{ cm}^2$. Tingkat pengisian untuk kaca dengan pelapisan 4x diperoleh sebesar $0,00702 \text{ mg/cm}^2$. Tingkat pengisian kolom gelas dengan pelapisan 4x diperoleh sebesar $0,00702 \text{ mg/cm}^2$. Tingkat pengisian TiO_2 sebesar $0,00702 \text{ mg/cm}^2$ ini lalu dimasukkan ke persamaan yang diperoleh Triandi, R.T (2001), yaitu $Y = 6,0876 x - 0,0002$. $Y = 6,0876 \times 0,00702 - 0,0002 = 0,04253 \text{ } \mu\text{m}$. Jadi ketebalan film TiO_2 di permukaan kolom gelas adalah $0,043 \text{ } \mu\text{m}$.

3.1.2 Penentuan Tingkat Pengisian dan Ketebalan Kolom Gelas Luar Ruangan

Dari hasil gravimetri penelitian, yaitu menimbang kolom gelas sebelum dan sesudah pelapisan akan diperoleh tingkat pengisian. Rata-rata berat pelapisan =

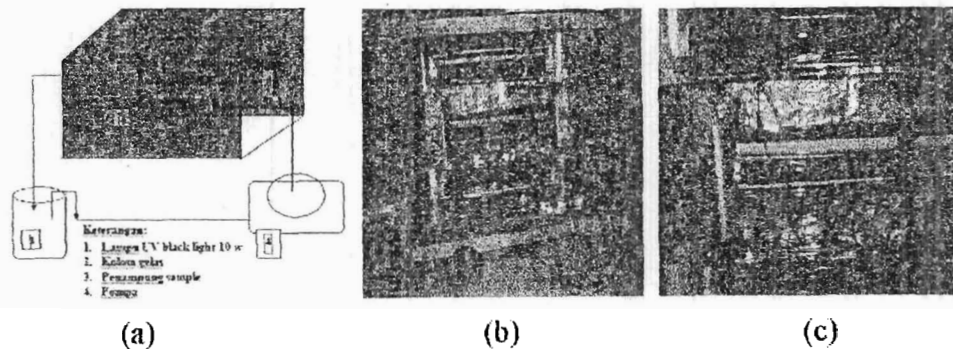
0,0383 gram = 38,30 mgr. Luas permukaan kolom gelas = $\pi d t = 3,14 \times 2 \text{ cm} \times 60 \text{ cm} = 376,8 \text{ cm}^2$. Tingkat pengisian untuk kolom gelas dengan pelapisan 4x diperoleh sebesar 0,10165 mg/cm². Tingkat pengisian ini TiO₂ sebesar 0,10165 mg/cm² lalu dimasukkan ke persamaan yang diperoleh Triandi, R.T (2001), yaitu $Y = 6,0876 x - 0,0002$. $Y = 6,0876 \times 0,10165 - 0,0002 = 0,61858 \text{ } \mu\text{m}$. Jadi ketebalan film TiO₂ di permukaan kolom gelas adalah 0,62 μm .

3.2. Reaktor Fotokatalitik

Reaktor fotokatalitik yang dibuat terdiri dari 2 jenis, yaitu reaktor untuk mencari kondisi operasional optimum dan reaktor untuk pemakaian dengan sumber sinar UV dari cahaya matahari.

3.2.1. Reaktor Untuk Mencari Kondisi Operasional Optimum

Reaktor dibuat dengan cara menghubungkan secara seri dua kolom gelas yang telah dilapisi TiO₂ berukuran 31 cm dan diameter 0,2 cm menggunakan selang karet transparan dan dibuat sebanyak 4 buah mengelilingi 1 lampu UV *Black Light* 10 watt. Jumlah lampu divariasikan sebanyak 1, 3, 5, dan 7 buah. Pada bagian bawah dan samping lampu di letakkan lembaran aluminium foil agar cahaya UV bisa mengenai semua permukaan kolom gelas. Kolom gelas disambungkan dengan selang plastik transparan ke reservoir berkapasitas 2,5 L yang dilengkapi dengan pompa sirkulasi. Larutan sampel diletakkan dalam reservoir lalu disirkulasi dengan bantuan pompa melalui kolom gelas yang berada disekeliling lampu UV *black light* selama beberapa waktu. Setiap waktu tertentu larutan sampel diambil sebanyak 5 mL lalu dianalisis dengan alat UV-Vis.

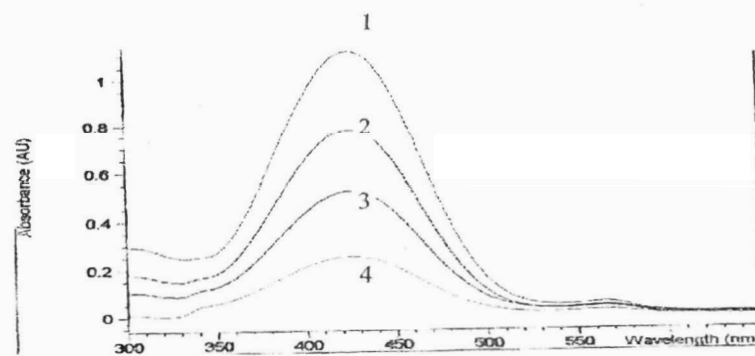


Gambar 2. Reaktor fotokatalitik untuk mencari kondisi optimum, (a) bagan reaktor, (b) tampak samping dan (c) tampak atas

Reaktor fotokatalitik yang telah dibuat digunakan untuk mendegradasi senyawa organik fenol red untuk mengetahui kemampuan fotokatalitiknya dan dianalisis dengan UV-Vis. Hasil yang diperoleh disajikan di bawah ini.

3.2.1.1. Spektra Fenol Red tanpa Perlakuan

Spektra fenol red dalam pelarut etanol 98% tanpa perlakuan yang diukur dengan UV-Vis pada konsentrasi 5, 10, 15 dan 20 ppm memperlihatkan hanya ada satu puncak pada panjang gelombang 427 nm dan tidak ada muncul puncak lain yang mengindikasikan adanya spesi intermediet. Dari Gambar 5.7 di bawah terlihat bahwa semakin kecil konsentrasi fenol red, semakin kecil intensitas absorbansinya. Dari data ini, maka konsentrasi fenol red dalam pelarut etanol yang akan dipakai untuk pengukuran berikutnya adalah konsentrasi 20 ppm.

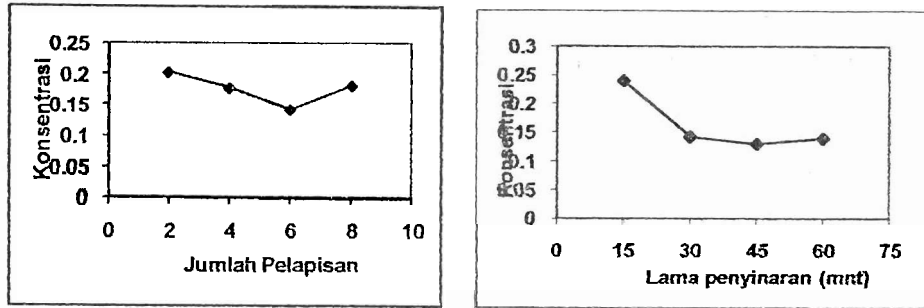


Gambar 3 Spektra UV-Vis fenol red tanpa perlakuan pada konsentrasi (1) 20 ppm, (2) 15 ppm, (3) 10 ppm, dan (4) 5 ppm

3.2.1.2. Fotodegradasi Fenol Red pada Reaktor Fotokatalitik kontinu

Fotodegradasi zat organik fenol red dalam pelarut etanol 98% dengan konsentrasi 20 ppm dilakukan dengan cara menepatkan sebanyak 2,5 L larutan dalam reservoir lalu disirkulasi dengan bantuan pompa. Setiap selang waktu 15 menit, 10 mL larutan diambil untuk dianalisis dengan alat UV-Vis.

Fotodegradasi fenol red dilakukan pada pelapisan katalis sebanyak 2, 4, 6 dan 8 kali dengan lama penyinaran UV 15, 30, 45 dan 60 menit. Penurunan absorbansi hasil degradasi ditampilkan pada gambar di bawah ini.

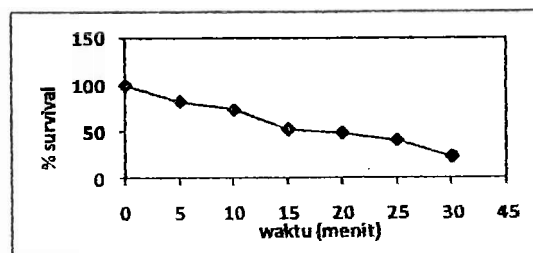


Gambar 4 Penurunan konsentrasi fenol red pada film TiO₂ pada pelapisan 2, 4, 6 dan 8x (a) dan lama penyinaran 15, 30, 45 dan 60 menit (b)

Dari Gambar 4 terlihat penurunan konsentrasi fenol red terendah pada lama penyinaran 45 menit. Naiknya absorbansi pada menit ke-60 kemungkinan disebabkan oleh terbentuknya fraksi intermediet hasil degradasi dari zat tersebut. Jumlah pelapisan yang memberikan penurunan absorbansi fenol red optimum terjadi pada pelapisan 6 kali. Pada pelapisan 8 kali, absorbansi naik. Hal ini disebabkan oleh keterbatasan penetrasi foton pada permukaan katalis yang kontak dengan larutan fenol. Teibatasnya penetrasi foton dapat dimengerti, karena dengan semakin bertambahnya tingkat pengisian TiO₂ akan meningkatkan ketebalan lapisan TiO₂, sehingga tidak semua permukaan TiO₂ dapat berinteraksi dengan sinar UV.

3.3.2 Aktivitas Reaktor dalam Proses Inaktivasi Bakteri *E.coli*

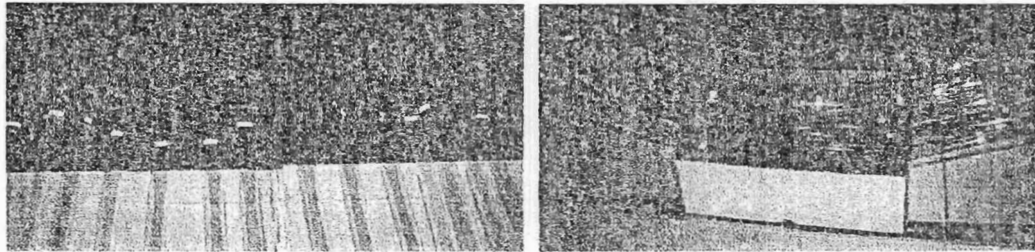
Aktivitas fotokatalitik dari reaktor dicobakan untuk mendegradasi bakteri *E.coli*, dan hasilnya disajikan pada grafik di bawah ini. Penurunan jumlah sel *E.coli* pada saat katalis TiO₂ di kenai sinar UV telah diamati. Penelitian ini berhasil menurunkan jumlah sel *E.coli* sampai 77,31 % setelah iradiasi UV selama 30 menit. Hasil yang diperoleh ini menunjukkan bahwa reaktor fotokatalitik mampu mendegradasi bakteri yang terdapat dalam air.



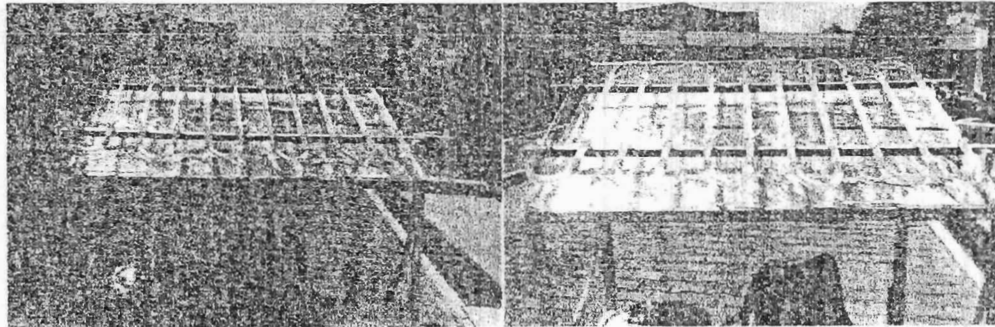
Gambar 5 Plot pengamatan inaktivasi bakteri pada reaktor fotokatalitik

3.3.3 Reaktor Untuk Pemakaian dengan Sumber Sinar UV dari Cahaya Matahari

Reaktor dibuat dengan cara menyusun secara seri kolom gelas yang telah dilapisi TiO_2 dengan jumlah pelapisan optimum berukuran 60 cm dan diameter 2 cm menggunakan selang karet transparan dan disusun sebanyak jumlah kolom gelas optimum. Susunan kolom gelas ini dihubungkan dengan reservoir berkapasitas 10 L yang dilengkapi pompa sirkulasi. Susunan kolom gelas ini diletakkan di luar ruangan agar terpapar cahaya matahari. Reaktor ini digunakan untuk mendegradasi polutan-polutan organik yang ada dalam air limbah.



Gambar 6 Pelapisan kolom gelas untuk reaktor luar ruangan

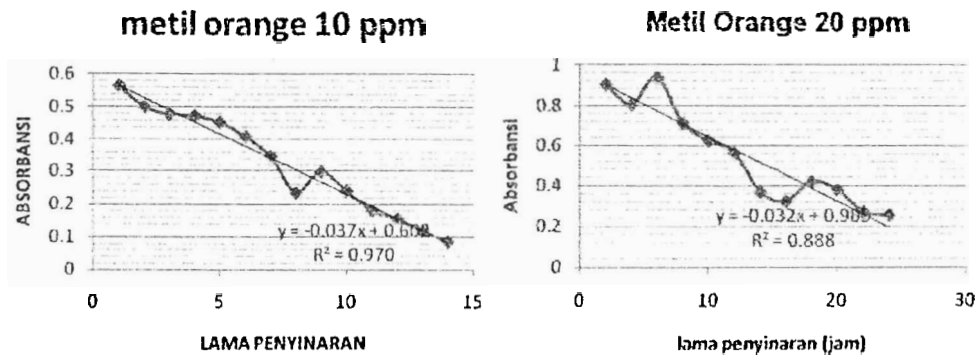


Gambar 7 Reaktor Fotokatalitik dengan Sumber UV dari Cahaya Matahari

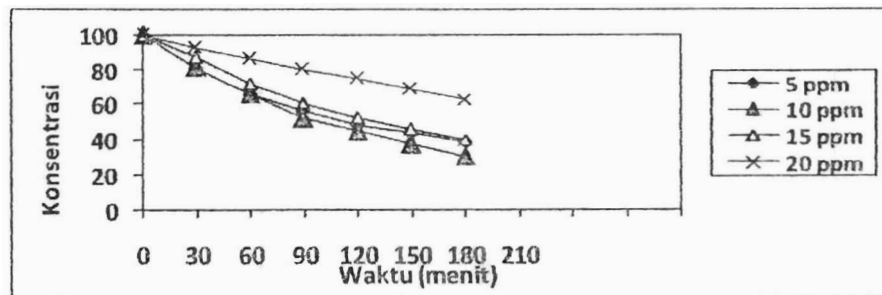
Polutan-polutan organik yang akan didegradasi dengan reaktor yang memakai sumber sinar UV dari cahaya matahari merupakan senyawa-senyawa organik yang ada sebagai polutan dalam limbah pabrik tekstil. Polutan-polutan tersebut diantaranya adalah fenol dan metil orange.

Aktivitas reaktor fotokatalitik dicobakan untuk mendegradasi senyawa metil orange dengan konsentrasi 10 ppm dan 20 ppm. Data yang dianalisis adalah penurunan absorbansi versus lama penyinaran UV yang dilakukan. Dari grafik

Gambar 5.8 terlihat relatif terjadi penurunan absorbansi dari senyawa metil orange baik pada 10 ppm maupun pada konsentrasi 20 ppm. Pada konsentrasi 10 ppm diperlukan waktu penyinaran sampai 15 menit sementara konsentrasi 20 ppm memerlukan waktu sampai 25 menit. dari data ini dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi semakin lama pula waktu yang diperlukan untuk mendegradasi senyawa metil orange.



Gambar 8 Penurunan konsentrasi metil orange terhadap lama penyinaran UV



Gambar 9 Penurunan konsentrasi fenol terhadap waktu iradiasi UV

Grafik pada Gambar 9 memperlihatkan kecenderungan menurunnya konsentrasi zat organik bila diiradiasi dengan lampu UV sampai 180 menit. Penurunan konsentrasi terbesar yang didapat dalam penelitian ini sebesar 10 ppm dan akan terus menurun bila iradiasi UV diteruskan. Semakin konsentrasi zat organik, semakin lama waktu yang diperlukan untuk mendegradasinya.

Lebih besarnya penurunan konsentrasi pada degradasi 10 ppm dibandingkan 5 ppm dapat dijelaskan sebagai berikut. Reaksi degradasi fotokatalitik pada film

TiO₂ ini merupakan suatu sistem heterogen. Untuk terjadinya proses degradasi, maka zat organik harus bermigrasi dari larutan ke permukaan katalis dan kemudian terdifusi ke dalam katalis tersebut. Apabila konsentrasi zat organik dalam larutan itu sangat kecil, maka transfer massa dari larutan ke permukaan katalis akan menjadi sedikit. Hasil serupa juga dikemukakan oleh Cunningham dan Alsaved (dikutip dari Surahman, H. 2004) yang menyatakan bahwa laju degradasi menjadi lebih cepat apabila konsentrasi zat organik lebih besar pula. karena dengan semakin tinggi konsentrasi zat organik maka akan semakin banyak konsentrasi zat organik yang teradsorpsi ke permukaan katalis dan semakin banyak yang akan terdegradasi.

3.4. Karakterisasi Hasil Immobilisasi Katalis TiO₂

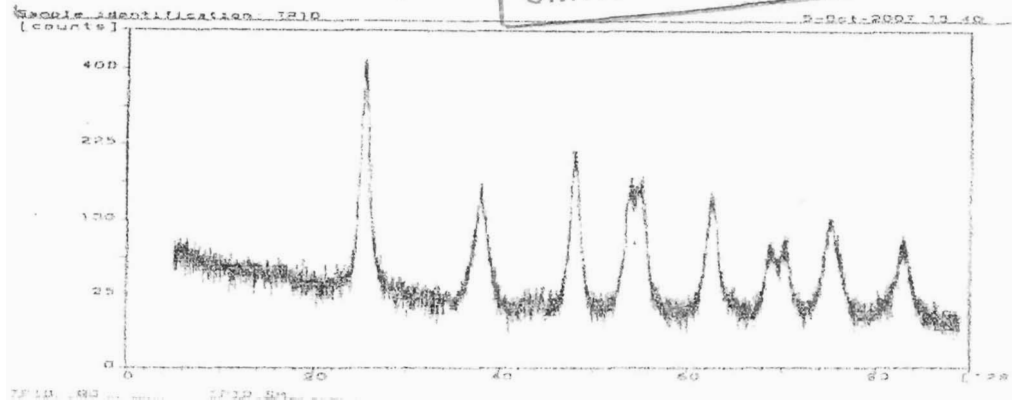
Karakterisasi hasil immobilisasi dalam kolom gelas menggunakan alat SEM/EDAX untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi permukaan yang terbentuk. Alat SEM yang digunakan adalah Philips 515 yang dilengkapi dengan EDAX PV9000 Philips dengan operasi tegangan 15 dan 20 kV. Untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dikarakterisasi dengan alat XRD Philips PW 1710. Analisis dilakukan dengan menggunakan X-Ray CuK α , tegangan 40 kV, arus 30 mA dan jangkauan sudut difraksi $2\theta = 20^{\circ} - 80^{\circ}$ dengan kecepatan pengamatan 0,5^o / menit.

3.4.1 Karakterisasi dengan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mendapatkan informasi tentang struktur kristal TiO₂ yang digunakan. Hasil analisis XRD dari katalis dapat dilihat pada Gambar 10. Untuk mengetahui ukuran kristal yang terbentuk pada film TiO₂ di permukaan kaca SLP dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$L = \frac{K\lambda}{(\beta \cos \theta)}$$

- dimana :
- L = ukuran kristal dalam nm
 - λ = panjang gelombang radiasi sinar-X (Cu K α = 0,154439 nm)
 - K = 0,89
 - β = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi (^o)



Angle [2θ]	d-value d1 [Å]	d-value d2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
25.375	3.5071	3.5158 ✓	0.160	416	49	100.0	0.80
37.915	2.3711	2.3770 ✓	0.560	83	26	19.9	4.30
48.000	1.8938 ✓	1.8985 ✓	0.240	110	15	26.5	1.80
53.995	1.6968 ✓	1.7011	0.640	72	13	17.4	6.91
55.230	1.6619	1.6659	0.400	67	13	16.2	1.84
62.845	1.4775	1.4812	0.880	48	12	11.4	11.69
68.810	1.3632	1.3666	0.800	18	8	4.4	3.47
70.420	1.3360	1.3393	0.800	22	7	5.3	3.92
75.145	1.2632	1.2664	0.800	26	12	6.2	6.97
83.020	1.1622	1.1651	0.950	18	7	4.2	6.09

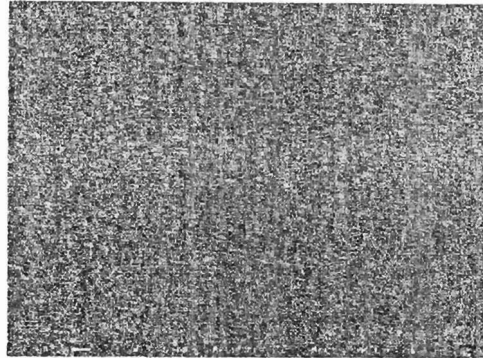
Gambar 10. Pola difraksi data sudut 2θ dari film katalis TiO_2

Pada Gambar 10 terlihat adanya puncak yang dapat memberikan informasi identitas dari bentuk kristal *anatase* dan *rutile*. Bentuk kristal TiO_2 dapat diketahui dengan membandingkan nilai 2θ atau d (Å) hasil pengukuran dengan kartu interpretasi. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa katalis TiO_2 yang digunakan dalam penelitian ini merupakan campuran kristal *anatase* dan *rutile*. Struktur kristal *anatase* lebih dominan karena puncak tertinggi berada pada sudut difraksi sekitar 25° . Puncak tertinggi mempunyai sudut $2\theta = 25,375$ atau nilai d (Å) = 3,5158 yang merupakan sudut dari kristal *anatase*. Ukuran kristal *anatase* yang terbentuk adalah 19 nm.

3.4.2 Karakterisasi SEM/EDAX

Analisis dengan alat SEM-EDX digunakan untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur-unsur penyusun pada permukaan katalis. Hasil analisis permukaan penyangga gelas silika yang dilapisi dengan TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 11. Data yang ditampilkan adalah data hasil pengukuran di mana arah sinar-x tegak lurus dari

depan terhadap posisi lapisan tipis TiO_2 di atas penyangga gelas Sehingga informasi yang diberikan adalah berasal dari “coverage” sinar x yang melewati matrik lapisan tipis TiO_2 dan penyangga gelas.



Gambar 11. Foto SEM tampak atas lapisan TiO_2

Dari Gambar 11 terlihat bahwa sebagian besar penyangga gelas telah terlapis katalis TiO_2 dengan merata. Dari data SEM dapat diketahui bahwa kolom gelas dapat digunakan untuk analisis yang akan dilakukan.

Selain itu, komposisi yang terdapat pada film katalis di permukaan kolom gelas dapat diketahui dengan EDX (*Energy Dispersed Sinar-X*) dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 12. Gambar 12 menunjukkan kandungan unsur yang terdapat pada film katalis. Sumbu x merupakan energi dari tiap unsur, sedangkan sumbu y merupakan intensitasnya. Dari Gambar tersebut dapat diketahui bahwa unsur Ti merupakan lapisan TiO_2 pada permukaan kolom gelas. Analisa dengan EDX ini juga dapat memberikan data informasi kuantitatifnya, yaitu terdapat 31,91 % Ti dan Si 12,59 %, selain itu juga bias dilihat pada gambar bahwa ada 2 puncak yang menunjukkan Ti yang berasal dari puncak *anatase* dan puncak *rutile*.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut : 1) Teknik pelapisan film katalis yang memberikan hasil lebih baik adalah dengan cara mendiamkan larutan precursor dalam kolom gelas selama sekitar 4 menit, 2) Tingkat pengisian katalis TiO_2 pada kolom gelas reaktor untuk pemakaian dalam ruangan adalah 0,00702 mg/cm^2 dan ketebalan yang diperoleh

sebesar 0,043 μm . Sementara Tingkat pengisian katalis TiO_2 pada kolom gelas reaktor untuk pemakaian luar ruangan adalah 0,10165 mg/cm^2 dan ketebalan sebesar 0,62 μm , 3) Jumlah pelapisan optimum kolom gelas yang diperoleh adalah 6 kali dan lama penyinaran optimum adalah 45 menit, 4) Reaktor fotokatalitik bisa menurunkan jumlah bakteri *E.coli* sampai 77,31 % setelah iradiasi UV selama 30 menit, 5) Reaktor fotokatalitik dapat mendegradasi senyawa metal orange dan fenol dengan memakai sumber sinar UV dari cahaya matahari. Semakin besar konsentrasi zat organik, semakin lama waktu yang diperlukan untuk mendegradasinya, 6) Struktur Kristal film katalis di bagian dalam kolom gelas adalah lebih dominan anatase dari rutil dan ukuran Kristal yang terbentuk sebesar 19 nm dan 6) Komposisi zat di permukaan film katalis di bagian dalam kolom gelas adalah 31,91 % Ti dan Si 12,59 %,

Ucapan terima kasih :

Penelitian ini dibiayai oleh dana DIPA Universitas Negeri Padang dengan Surat Perjanjian Pelaksanaa Penelitian Nomor : 114/H35/KU/SN/2009 Tanggal 1 September 2009

DAFTAR PUSTAKA

1. Fujishima, A., Hashimoto, K., and Watanabe, T., 1999, ***TiO₂ Photocatalysis: Fundamentals and Applications***, BKC, Inc., Tokyo, Japan, 66-74.
2. Benedix, R., et. al., 2000, *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Create Self-Cleaning Building Materials*, LACER No. 5, 157-162.
3. Gunlazuardi, J., 2001, *Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂ : Aspek Fundamental dan Aplikasinya*, Seminar Nasional Kimia Fisika II, 1-15.
4. Sofyan, I., 2000, *Fotokatalisis Film TiO₂ untuk Aplikasi Lingkungan*, **Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia**, vol. 2, No. 6, 19-25.
5. Linsebigler, A. L., Lu Guanguan and Yates Jr, J. T., 1995, *Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results*, **Chem. Rev.**, 95, 735-758.
6. Guan, K., 2005, *Relationship Between Photocatalytic Aktiviti, Hydrophilicity and Self-Cleaning Effect of TiO₂/SiO₂ Films*, **Survey and Coatings technology**, Volume 191, 155-160.

7. Jung K.Y., Park S.B., 2000, *Enhanced Photoactivity of Silica-Embedded Titania Particles Prepared by Sol-Gel Process for Decomposition of Trichloroethylene*, **Sappl. Catal. Environ**, **B**, 25, 249-256.
8. Yu, Jianguo, et. al., 2000, *Effect of Structure on photocatalytic Activity of TiO₂ Thin Films prepared by Sol-Gel Method*, **Thin Solid Films**, 379, 7-14.
9. Miki, T., et al., 2002, *Preparation of Thick TiO₂ Film With Large Surface Area Using Aqueous Sol with Polyethylene Glycol*, **Ceramics Research Institute**, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology.

UNIVERSITAS NEGERI PADANG
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
JURUSAN KIMIA

Jalan Prof. Dr. Hamka Kampus UNP Air Tawar Padang 25131

BERITA ACARA SEMINAR HASIL PENELITIAN
STRATEGI NASIONAL

Pada hari ini*Selasa*..... tanggal*22*..... bulan
..*Desember*..... tahun 2009, pukul.....*08:00*.....s/d.....*10:00*.....telah
dilaksanakan Seminar Hasil Penelitian Strategi Nasional Dosen Jurusan Kimia
dengan judul : **Reaktor Fotokatalitik untuk purifikasi air limbah**

TIM PENELITI

Ketua : Dra. Andromeda, M.Si
Anggota : Dr. Hardeli, M.Si

Demikianlah berita acara ini dibuat agar dapat digunakan sesuai dengan
keperluannya.

Padang,.....*22 - 12*.....2009

Ketua,



Drs. Zul Afkar, M.S

NIP. 19511029 197710 1 001

UNIVERSITAS NEGERI PADANG
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
JURUSAN KIMIA

Jalan Prof. Dr. Hamka Kampus UNP Air Tawar Padang 25131

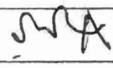
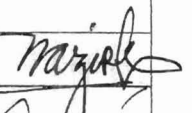
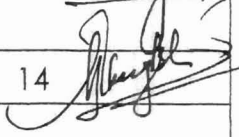
DAFTAR HADIR

Acara : Seminar Hasil Penelitian Strategi Nasional Dosen Jurusan Kimia

Judul Penelitian : **Reaktor Fotokatalitik untuk purifikasi air limbah**

Ketua Peneliti : Dra. Andromeda, M.Si

Anggota : Dr. Hardeli, M.Si

No	Nama	Tanda Tangan
1	Andromeda	1 
2	Zuel Afham	2 
3	Hardeli	3 
4	Usman Bakar	4 
5	Serimadesi	5 
6	Miftahul Khan	6 
7	Bahuzal	7 
8	Rudhi Olatara	8 
9	Mawardi	9 
10	Guspatni	10 
11	Sherly Kasuma W.N	11 
12	Nazir KS	12 
13	Justini Masray	13 
14	Asmi Burha	14 
15	ISWENDI	15 
16	Suryadita	16 
17		17
18		18

19		19	
20			20
21		21	
22			22
23		23	
24			24
25		25	
26			26
27		27	
28			28
29		29	
30			30
31		31	
32			32
33		33	
34			34
35		35	
36			36
37		37	
38			38
39		39	
40			40

Padang.....2009

Ketua,



Drs. Zul Afkar, M.S

NIP. 19511029 197710 1 001