

**DEGRADASI ASAM HUMAT MENGGUNAKAN
FOTOKATALIS TiO_2 DOPING NITROGEN**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar
Sarjana Sains*



Oleh:

SYIFA RAHMA AYUNDA

NIM/TM. 17036061/2017

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2022

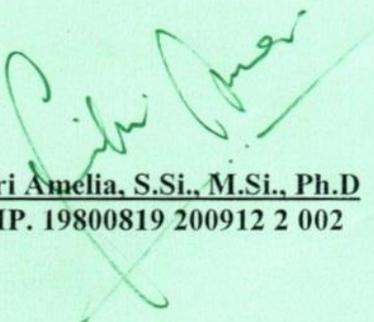
PERSETUJUAN SKRIPSI

**DEGRADASI ASAM HUMAT MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2
DOPING NITROGEN**

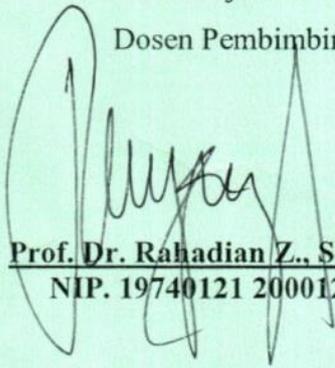
Nama : Syifa Rahma Ayunda
NIM : 17036061
Program Studi : Kimia (NK)
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 25 Mei 2022

Mengetahui:
Ketua Jurusan


Fitri Amelia, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 19800819 200912 2 002

Disetujui oleh:
Dosen Pembimbing


Prof. Dr. Rahadian Z., S.Pd., M.Si
NIP. 19740121 200012 1 001

PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

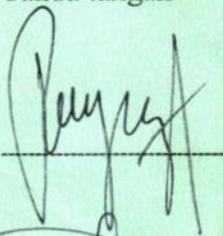
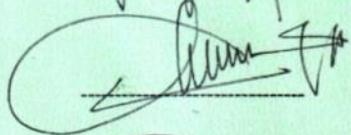
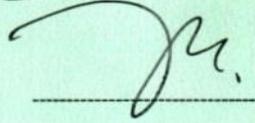
Nama : Syifa Rahma Ayunda
NIM : 17036061
Program Studi : Kimia (NK)
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

DEGRADASI ASAM HUMAT MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2 DOPING NITROGEN

Dinyatakan Lulus Setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 25 Mei 2022

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
Ketua	: Prof. Dr. Rahadian Z., S.Pd., M.Si	
Anggota	: Ananda Putra, M.Si., Ph.D	
Anggota	: Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Syifa Rahma Ayunda
NIM : 17036061
Tempat/Tanggal lahir : Padang/ 13 April 1999
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Degradasi Asam Humat Menggunakan Fotokatalis TiO₂ Doping Nitrogen**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi

Padang, 25 Mei 2022

Yang menyatakan



Syifa Rahma Ayunda

NIM : 17036061

DEGRADASI ASAM HUMAT MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO₂ DOPING NITROGEN

Syifa Rahma Ayunda

ABSTRAK

Asam humat adalah suatu molekul zat organik heterogen yang terdapat pada air rawa gambut, yang bersifat karsinogenik yang sangat sulit untuk terdegradasi. Asam humat terdiri dari berbagai macam bahan organik yang berasal dari residu hasil dekomposisi tanaman dan hewan yang apabila dikonsumsi oleh masyarakat akan menyebabkan berbagai penyakit. Maka dari itu penelitian ini bertujuan untuk melakukan degradasi pada asam humat dengan menggunakan metode fotokatalis yang merupakan metode ramah lingkungan. Fotokatalis yang digunakan pada degradasi asam humat ini adalah TiO₂ doping nitrogen 8%, memiliki band gap sebesar 2,96 eV dan memiliki ukuran partikel 22,87-40,09nm yang telah diukur dengan instrumen UV-DRS dan XRD. Penelitian ini menggunakan reaktor *mobile hexagonal* dengan variasi kecepatan pengadukan yaitu 500, 1000, dan 1500 rpm dan juga dilakukan tanpa pengadukan. Proses degradasi pada asam humat ini dilakukan dengan menggunakan cahaya luar ruangan atau cahaya matahari langsung karena intensitas cahaya yang dihasilkan lebih baik dari pada cahaya di dalam ruangan. Intensitas cahaya diukur menggunakan *light meter* pada bagian depan dan belakang reaktor. Proses degradasi asam humat ini juga menggunakan variasi waktu 1 sampai dengan 4 jam. Hasil degradasi asam humat diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk melihat absorbansi sebelum dan sesudah dilakukannya degradasi. Absorbansi yang telah diukur digunakan untuk menghitung konsentrasi akhir degradasi dan juga persentase degradasi. Hasil dari penelitian ini memiliki konsentrasi akhir yaitu 9,492 ppm dengan persentase degradasi sebesar 76,27%. Kecepatatan pengadukan dan waktu penyinaran berpengaruh terhadap hasil degradasi yang didapatkan.

Kata kunci: Asam humat, fotokatalis, TiO₂ doping nitrogen, konsentrasi degradasi

DEGRADATION OF HUMIC ACID USING PHOTOCATALYST

TiO₂ DOPED NITROGEN

Syifa Rahma Ayunda

ABSTRACT

Humic acid is a heterogeneous molecule of organic substances found in peat swamp water, which is carcinogenic and difficult to degrade. Humic acid consists of various kinds of organic materials derived from residues from the decomposition of plants and animals when consumed by the public will cause various diseases. Therefore, this study aims to carry out the degradation of humic acid using the photocatalyst method which is an environmentally friendly method. Photocatalysts used in the degradation of humic acid are TiO₂ doping nitrogen 8%, has a bandgap of 2.96 eV, and has a particle size of 22.87 to 40.09 nm have been measured with instruments UV-DRS and XRD. The study used hexagonal mobile reactors with variations in stirring speeds of 500, 1000, and 1500 rpm and was also conducted without stirring. The degradation process in humic acid is done using outdoor light or direct sunlight because the intensity of light produced is better than the light in the room. The intensity of light is measured using light meters at the front and back of the reactor. This humic acid degradation process also uses a time variation of 1 to 4 hours. Humic acid degradation results are measured using a UV-Vis spectrophotometer to see the absorbance before and after degradation. The absorbance that has been measured is used to calculate the final concentration of degradation as well as the percentage of degradation. The results of this study have a final concentration of 9.492 ppm with a degradation percentage of 76.27%. The speed of stirring and the timing of the irradiation affect the results of the degradation that is intercepted.

Keywords: Humic acid, photocatalyst, TiO₂ doped nitrogen, the concentration of degradation

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT atas kehadiran-Nya yang telah memberikan rahmat serta karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul **“Degradasi Asam Humat Menggunakan Fotokatalis TiO₂ Doping Nitrogen”**. Shalawat dan salam untuk Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan tauladan serta pengajaran dalam setiap aktivitas kita.

Skripsi ini diajukan untuk memenuhi persyaratan untuk matakuliah pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Rahadian Z, S.Pd., M.Si sebagai pembimbing dan penasehat akademik.
2. Bapak Ananda Putra, S.Si., M.Si., Ph.D dan Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D sebagai dosen pembahas.
3. Ibu Fitri Amelia, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
4. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D sebagai Ketua Program Studi Kimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
5. Bapak dan Ibu Dosen, serta Tenaga Administrasi Jurusan Kimia Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

6. Orang tua dan teman-teman Kimia 17.

Semoga bimbingan dan bantuan yang Bapak, Ibu dan teman-teman berikan dapat menjadi amal kebaikan dan memperoleh balasan yang lebih baik dari Allah SWT.

Penulis menyadari penyusunan skripsi ini belum sempurna, oleh karena itu penulis mohon masukan dan saran yang membangun dari segala pihak agar skripsi ini bisa lebih sempurna. Terima kasih atas masukan serta saran yang diberikan, penulis ucapkan terima kasih.

Padang, November 2021

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	x
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Batasan Masalah.....	5
D. Rumusan Masalah	5
E. Tujuan Penelitian.....	6
F. Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
A. Air Rawa Gambut.....	7
B. Asam Humat.....	8
C. Fotokatalis	12
D. Fotokatalis TiO ₂ Doping Nitrogen	15
E. Metode Sol-Gel	19
F. Spektrofotometer UV-Vis	21
G. X-Ray Diffraction (XRD)	23
H. Spektrofotometer UV-Diffuse Reflectance (UV-DRS)	25
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	27
A. Waktu dan Tempat Penelitian	27
B. Objek Penelitian	27

C. Variable Penelitian	27
D. Alat dan Bahan Penelitian	27
E. Prosedur Kerja.....	28
1) Sintesis TiO ₂ doping Nitrogen dengan Metoda Sol-Gel	28
2) Preparasi Asam Humat 40 ppm.....	28
3) Degradasi Asam Humat	29
4) Karakterisasi Fotokatalis.....	29
F. Skema Alat	31
G. Desain Penelitian.....	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	33
A. Karakteristik Fotokatalis	33
1) Karakterisasi Katalis TiO ₂ -N 8% Menggunakan XRD.....	33
2) Karakterisasi Katalis TiO ₂ -N 8% Menggunakan Spektrofotometer UV- DRS	35
B. Panjang gelombang yang digunakan untuk pengukuran absorban	37
C. Penentuan Kurva Kalibrasi.....	38
D. Degradasi Asam Humat Menggunakan Reaktor Mobile Hexagonal dan Fotokatalis TiO ₂ Doping Nitrogen	39
E. Degradasi Asam Humat Menggunakan Reaktor Mobile dan Fotokatalis TiO ₂	49
F. Degradasi Asam Humat Menggunakan Reaktor Mobile	50
BAB V PENUTUP.....	51
A. Kesimpulan.....	51
B. Saran.....	52
DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN.....	60

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	HALAMAN
1. Hubungan antara warna dan sifat-sifat kimia zat humat.....	8
2. Struktur hipotetik asam humat menurut Fuchs	10
3. Struktur hipotetik asam humat menurut Dragunov	10
4. Struktur hipotetik asam humat menurut Flaig.....	11
5. Struktur hipotetik asam humat menurut stevenson	11
6. Mekanisme fotokatalis	15
7. TiO ₂ Berwarna putih dan berbentuk padat.....	16
8. Bentuk kristal TiO ₂	17
9. Model ikatan nitrogen terhadap TiO ₂	18
10. Tahapan pembentukan sol dan pembentukan gel.....	20
11. Reaktor segienam yang digunakan.....	31
12. Pola XRD pada katalis TiO ₂ doping Nitrogen 8%	33
13. Grafik band gap katalis TiO ₂ -N 8% dengan menggunakan spekrofotometer UV-DRS	36
14. Spektrum panjang gelombang maksimum asam humat 40 ppm.....	38
15. Kurva standar larutan asam humat	39
16. Grafik degradasi asam humat 0 rpm	42
17. Grafik asam humat dengan pengadukan 500 rpm.....	43
18. Grafik degradasi asam humat dengan pengadukan 1000 rpm	45
19. Grafik degradasi asam humat dengan pengadukan 1500 rpm	46

20. Perbandingan fotodegradasi asam humat menggunakan TiO ₂ doping Nitrogen 8%	47
---	----

DAFTAR TABEL

TABEL	HALAMAN
1.Parameter proses sol-gel	21
2. Keuntungan dan kerugian spektrofotometer UV-Vis	23
3.Analisa XRD pada katalis TiO ₂ -N 8%	34
4.Nilai band gap dari katalis TiO ₂ dan TiO ₂ -N 8%	36

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	HALAMAN
1. Preparasi Katalis TiO ₂ doping Nitrogen 8%	60
2. Skema Pembuatan Larutan Asam Humat 40 ppm	61
3. Skema Degradasi Asam Humat menggunakan TiO ₂ doping N sebagaikatalis...	62
4. Difraktogram XRD katalis TiO ₂ -N 8%	63
5. Perhitungan penentuan ukuran partikel kristal TiO ₂ -N 8% menggunakan persamaan Scherrer	64
6. Data reflektan TiO ₂ -N menggunakan spektrofotometer UV-DRS.....	70
7. Penentuan kurva standar larutan asam humat	75
8. Perhitungan Konsentrasi Akhir dan Persentase Degradasi	76
9. Data degradasi asam humat.....	79
10. Dokumentasi Hasil Penelitian	81

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Air merupakan salah satu kebutuhan pokok manusia. Dalam kehidupan sehari-hari, manusia memerlukan air untuk minum, mandi, mencuci, memasak, dan sebagainya. Pemenuhan kebutuhan air bersih sudah menjadi masalah yang sangat umum. Di daerah-daerah yang belum mendapatkan air bersih, biasanya menggunakan air sumur galian, air sungai yang kadang airnya tidak memenuhi standar air bersih.

Sumber air bersih saat ini sangat sulit untuk didapatkan, sedangkan populasi manusia semakin bertambah. Sehingga kebutuhan air bersih juga semakin meningkat. Salah satu sumber air di Indonesia adalah air gambut. Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki lahan gambut terluas di antara negara tropis lainnya, yaitu seluas 21 juta hektar yang tersebar di Sumatera, Kalimantan, dan Papua. Saat ini, sebagian besar lahan gambut dimanfaatkan dalam bidang pertanian. Masyarakat yang berada di wilayah gambut masih mengalami kesulitan air bersih, karena air gambut sendiri memiliki sifat asam dan memiliki warna yang kecoklatan. Berdasarkan peraturan pemerintah No.82 tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air mendefinisikan air gambut tidak layak untuk dikonsumsi sehingga harus dilakukan pengolahan terlebih dahulu agar menjadi layak untuk dikonsumsi oleh masyarakat (Juhra *et al.*, 2016).

Lahan gambut merupakan salah satu sumber daya lahan yang mempunyai fungsi hidrologis yang sangat potensial menyimpan air yang berupa air gambut. Air gambut mempunyai ciri-ciri berwarna merah kecoklatan, memiliki pH yang rendah, kandungan zat organik yang tinggi, kekeruhan dan kandungan partikel yang tersuspensi dan kandungan kation yang rendah, warna merah kecoklatan pada air gambut merupakan akibat dari tingginya zat organik terlarut terutama dalam bentuk asam humus dan turunannya (Kusnaedi, 2006). Asam humus tersebut berasal dari dekomposisi bahan organik seperti daun, pohon atau kayu dengan berbagai tingkat dekomposisi. Umumnya, air dengan nilai pH rendah akan asam, mengandung padatan rendah dan korosif, kondisi ini dapat menyebabkan air berasa asam atau berasa logam.

Air gambut dapat mengganggu kesehatan jika dikonsumsi, namun merupakan salah satu sumber air yang potensial karena ketersediannya yang melimpah. Keasaman yang terdapat pada air gambut dapat menyebabkan rusaknya gigi dan juga dapat menyebabkan sakitnya perut jika dikonsumsi. Sementara tingginya kandungan zat organik dari air gambut menyebabkan bau pada air (Wenten, 2010). Zat organik pada air gambut didominasi oleh senyawa humat yang sulit untuk dirombak oleh mikroorganisme yang menyebabkan warna, bau, dan juga rasa pada air. Selain senyawa humat secara alami dapat membentuk senyawa trihalometan ketika bereaksi dengan senyawa klorin yang dicurigai dapat bersifat karsinogenik, yang dapat menyebabkan kanker (Andayani *et al*, 2011). Untuk itu maka perlu dilakukan pengolahan air gambut terlebih dahulu sebelum dikonsumsi dan dimanfaatkan.

Telah banyak penelitian untuk mengatasi tentang pengolahan air gambut tersebut. Dari beberapa cara yang dapat dilakukan, penggunaan fotokatalis merupakan salah satu cara yang efektif dalam pengolahan air gambut. Fotokatalis merupakan salah satu metode yang digunakan dalam proses degradasi asam humat dengan menggunakan katalis yang dibantu oleh cahaya (Oskoei *et al.*, 2016). Fotokatalis merupakan energi cahaya yang diubah menjadi energi kimia dan di dalam prosesnya akan menghasilkan radikal hidroksil yang bereaksi redoks dengan senyawa organik (polutan), sehingga air akan kembali jernih karena terpisah dari limbah cair (Emin *et al.*, 2015). Kemudian polutan itu akan diubah menjadi O_2 dan H_2 yang lebih ramah lingkungan (Wang, 2015). Selain caranya yang efektif dalam pengolahan air gambut, metode ini juga menggunakan peralatan yang sederhana dan juga mudah dalam pengerjaannya.

Pada penelitian ini, katalis yang digunakan adalah TiO_2 . Karena TiO_2 memiliki sifat yang tidak beracun (Chen, 2012), sifat optik yang baik (Wei *et al.*, 2013), merupakan material yang murah (Smith *et al.*, 2010), memiliki aktivitas fotokatalis yang baik (Habib *et al.*, 2013). Metode fotokatalik TiO_2 dalam beberapa aplikasi komersial, termasuk pemurnian air, unit pembersih udara, pelapis antimikroba dan kaca self-cleaning. Jumlah paten yang berkaitan dengan degradasi senyawa organik yang berbahaya menggunakan teknik fotokatalitik terus meningkat. Namun, kebanyakan masih menggunakan sumber sinar dari lampu UV yang dikarenakan energi celah pita dari TiO_2 cukup besar, yaitu 3,2 eV. Sehingga jika menggunakan sinar matahari kurang efisien karena hanya menggunakan 5-8% dari spektrum sinar matahari. Penggunaan lampu UV saat ini menimbulkan masalah yang serius karena konsumsi energi yang tinggi sehingga

meningkatkan biaya operasi sistem terhadap fotokatalis TiO_2 yang lebih besar. Modifikasi terhadap fotokatalis TiO_2 yang dapat menggunakan sinar tampak untuk aktivasinya akan menghilangkan keterbatasan dari penggunaan TiO_2 untuk mendegradasi polutan organik (Fujishima, 2008). Sehingga saat ini sedang dikembangkan titanium dioksida yang dapat secara efisien menggunakan sinar matahari atau cahaya luar ruangan (Anpo, 2000).

Pendekatan yang paling menjanjikan untuk penggunaan TiO_2 pada daerah sinar tampak adalah dengan modifikasi struktur kimia dari fotokatalis TiO_2 sehingga terjadi pergeseran penyerapan spektrum sinar ke dalam sinar tampak. Modifikasi fotokatalis TiO_2 melibatkan pengantar (doping) dari logam dan spesies bukan logam. Urea merupakan hidrokarbon dengan kandungan nitrogen yang tinggi, mudah didapat serta relatif murah sehingga cukup potensial digunakan sebagai sumber nitrogen untuk pembuatan TiO_2 -dopan-N yang diharapkan aktif pada daerah sinar tampak dan efisien menggunakan sinar matahari sebagai sumber cahaya (Riyani *et al.*, 2012).

Berdasarkan pernyataan di atas, maka peneliti mengangkat judul yakni Degradasi Asam Humat menggunakan Fotokatalis TiO_2 doping Nitrogen.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka didapatkan identifikasi masalah sebagai berikut:

- 1) Partikel TiO_2 memiliki nilai *band gap* energi yang kurang efisien ketika diaplikasikan pada daerah sinar tampak. Oleh sebab itu dilakukan

pendopingan dengan nitrogen untuk meningkatkan sifat fotokatalitik pada TiO_2 .

- 2) Asam humat merupakan zat organik yang berada pada lahan gambut yang jika dikonsumsi akan menyebabkan gangguan pada kesehatan sehingga diperlukan pengolahan terlebih dahulu.
- 3) Beberapa metode telah diupayakan dalam pengolahan air gambut, salah satu cara yang efektif adalah dengan penggunaan fotokatalis.

C. Batasan Masalah

Dari identifikasi masalah tersebut, maka peneliti membatasi masalah pada penelitian ini sebagai berikut:

- 1) Fotokatalis yang digunakan adalah TiO_2 doping Nitrogen 8% yang disintesis dengan metode sol-gel.
- 2) Waktu yang digunakan untuk proses degradasi adalah dari 1 sampai dengan 4 jam.
- 3) Kecepatan putaran yang digunakan adalah 0, 500, 1000, 1500 rpm.
- 4) Cahaya yang digunakan adalah cahaya di luar ruangan atau cahaya matahari langsung.
- 5) Larutan asam humat yang digunakan sebagai model pengolahan air gambut dengan konsentrasi 40 ppm.

D. Rumusan Masalah

Dari batasan masalah tersebut, maka didapatkan rumusan masalah sebagai berikut:

- 1) Bagaimana efisiensi fotokatalis TiO_2 doping Nitrogen untuk degradasi asam humat?
- 2) Bagaimana pengaruh waktu pada degradasi asam humat?
- 3) Bagaimana pengaruh kecepatan putaran pengadukan pada degradasi asam humat?
- 4) Bagaimana karakteristik katalis TiO_2 doping Nitrogen menggunakan XRD dan spektrofotometer UV-DRS?

E. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- 1) Untuk mengetahui efisiensi fotokatalis TiO_2 doping Nitrogen untuk degradasi asam humat.
- 2) Untuk mengetahui pengaruh waktu dan kecepatan putaran pengadukan pada degradasi asam humat.
- 3) Untuk menganalisis karakteristik katalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ menggunakan XRD dan spektrofotometer UV-DRS.

F. Manfaat Penelitian

Melalui penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi ilmiah mengenai karakteristik material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ yang disintesis dengan metode sol-gel. Serta dapat memberikan informasi ilmiah mengenai aktivitas katalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ terhadap degradasi asam humat secara efektif dan efisien.

Selain itu juga dapat membantu pengembangan ilmu dalam menangani pengolahan air gambut dan dapat dijadikan sebagai sumber referensi untuk penelitian selanjutnya.

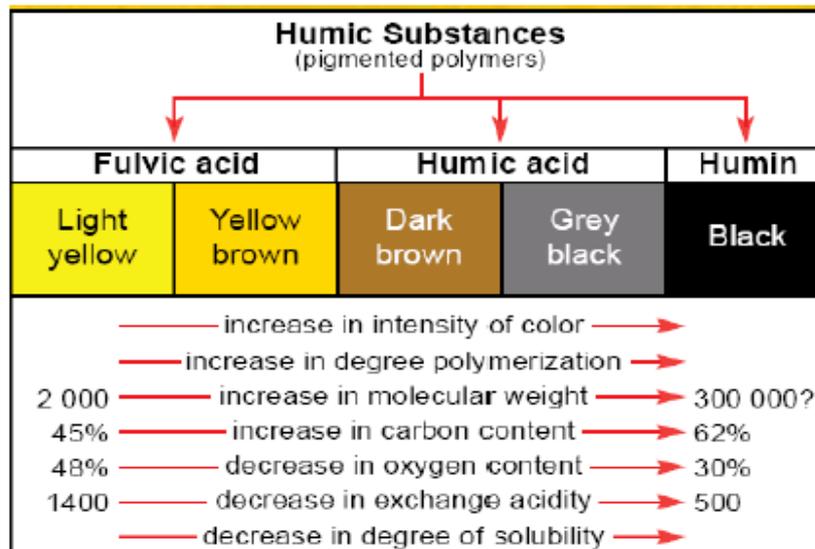
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Air Rawa Gambut

Lahan gambut adalah lahan yang memiliki lapisan tanah yang kaya bahan organik (C-organik > 18), dengan ketebalan 50 cm atau lebih (F. Agus *et al.*, 2008). Menurut (Murdiyarso *et al.*, 2004) lahan gambut merupakan ekosistem lahan basah (*wetlands*) yang dicirikan dengan tingginya akumulasi bahan organik dengan laju dekomposisi yang sangat rendah, tingginya kandungan zat organik, dan rendahnya konsentrasi dari partikel tersuspensi. Karakteristik air gambut mempunyai intensitas warna yang tinggi (berwarna merah kecoklatan), derajat keasaman yang tinggi (nilai pH rendah), kandungan zat organik yang tinggi, sementara konsentrasi partikel tersuspensi dan ion rendah (Samosir, 2009).

Konsentrasi zat organik di dalam air gambut terlihat dari warnanya, semakin pekat warnanya semakin tinggi kandungan zat organiknya seperti yang diperlihatkan pada gambar 1. Senyawa utama yang terdapat pada air gambut adalah asam humat, asam fulvat, dan humin yang merupakan zat pewarna di dalam air gambut. Ketiga jenis senyawa tersebut adalah hasil pelarutan dari humus yang terdapat di dalam lahan gambut. Asam humat mempunyai berat molekul yang tinggi dan berwarna coklat hingga hitam. Asam fulvat adalah bagian dari zat humat yang memiliki sifat larut dalam air, baik dalam suasana asam maupun suasana basa. Asam fulvat memiliki warna kuning emas hingga kuning coklat. Sedangkan humin merupakan bagian dari zat humat yang tidak larut di dalam air dan memiliki warna hitam.



Gambar 1. Hubungan antara warna dan sifat-sifat kimia zat humat (Zadow,2009)

Komposisi zat organik pada air gambut didominasi oleh senyawa humat yang memiliki ikatan aromatik kompleks yang memiliki gugus fungsional seperti $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ fenolat maupun $-\text{OH}$ alkohol dan bersifat nonbiodegradable. Sifat ini juga menyebabkan sebagian besar zat organik pada air gambut sulit untuk terurai secara alamiah sehingga dapat menyebabkan warna gelap pada air gambut (Kuokkanenet *al.*, 2015).

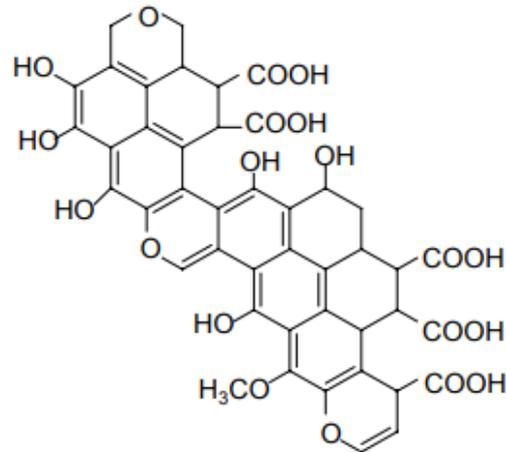
Zat organik pada air gambut adalah senyawa humat yang sulit dirombak oleh mikroorganisme yang menyebabkan warna, bau, dan rasa pada air. Selain itu senyawa humat secara alami dapat membentuk senyawa trihalometan ketika bereaksi dengan klorin yang dicurigai bersifat karsinogenik, yang dapat menyebabkan kanker (Andayani *et al.*, 2011).

B. Asam Humat

Asam humat adalah senyawa organik heterogen yang memiliki berat molekul tinggi dan sulit untuk mengalami degradasi serta secara umum berwarna

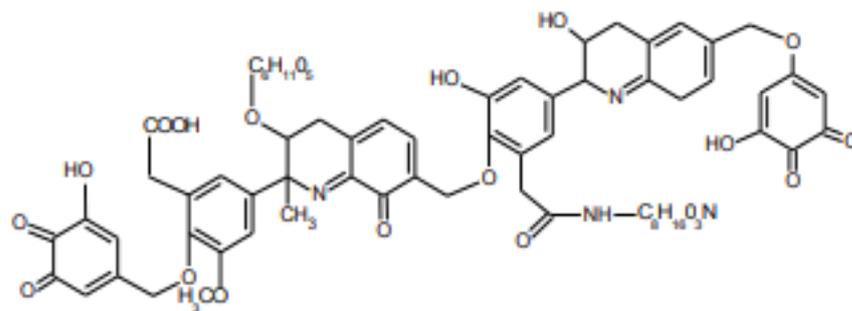
kuning hingga hitam. Warna ini akan semakin meningkat intensitasnya apabila terdapat logam besi yang terikat pada asam organik tersebut. Asam humat merupakan komponen utama dari material organik tanah, gambut, batu bara, sedimen dan bahan organik terlarut. Struktur dari asam humat dipengaruhi oleh kondisi lingkungan, konsentrasi dan kekuatan ion. Zat humat terutama asam humat dan asam fulvat adalah senyawa organik yang sering ditemukan di lingkungan. Asam humat adalah konstituen terbesar yang ditemukan dari bahan organik tanah (60-80%) serta asam humat banyak terlibat dalam proses biologis di tanah seperti nutrisi tanaman, degradasi dan transformasi bahan kimia organik hidrofilik (J. K. Kim *et al.*, 2013). Asam humat merupakan fraksi asam humat yang tidak larut pada pH 3 tapi larut pada pH yang lebih tinggi (Aiken, 1985).

Struktur kimia asam humat dan karakteristik psikokimia dipengaruhi oleh lokasi geografis dan zona iklim sumbernya (Peña-Méndez *et al.*, 2005). Berdasarkan laporan beberapa peneliti, gambaran struktur asam humat masih berbeda-beda (struktur hipotetik), namun mereka sepakat menjelaskan bahwa struktur asam humat terdiri dari cincin aromatis dan rantai alifatik yang mengikat gugus karboksilat (-COOH) dan hidroksil (-OH) baik fenolat ataupun alkoholat, serta kuinon. Beberapa struktur hipotetik asam humat diantaranya dikemukakan oleh Fuch, Dragunov, Flaig, dan Stevenson. Menurut Fuchs, struktur asam humat terdiri dari sistem aromatik yang memiliki gugus -COOH dan -OH (Stevenson, 1994).



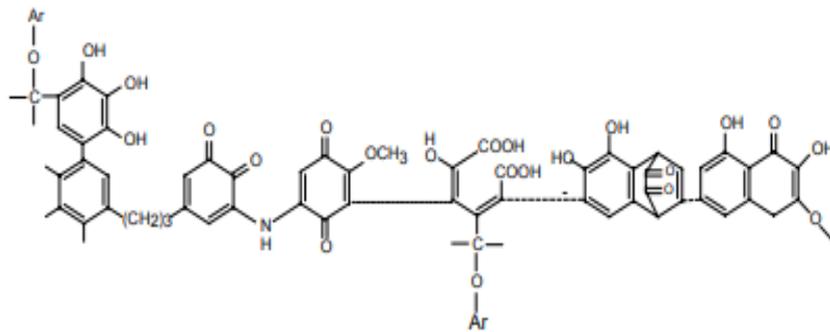
Gambar 2. Struktur hipotetik asam humat menurut Fuchs (Stevenson, 1994)

Menurut Dragunov, struktur asam humat tersebut terlihat bahwa asam humat terdiri dari cincin aromatis dari di- dan trihidroksilbenzena, nitrogen dalam bentuk siklis, nitrogen pada rantai samping dan residu karboksilat (Stevenson, 1994).



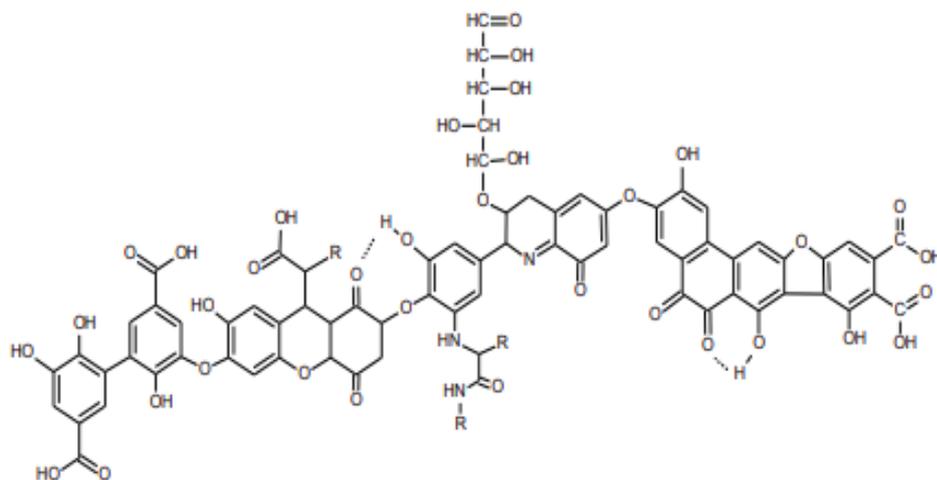
Gambar 3. Struktur hipotetik asam humat menurut Dragunov (Stevenson, 1994)

Struktur lain dikemukakan oleh Flaig, dimana asam humat mengandung gugus -OH fenolat dalam jumlah yang cukup melimpah, akan tetapi gugus karboksilatnya relatif sedikit (Stevenson, 1994).



Gambar 4. Struktur hipotetik asam humat menurut Flaig (Stevenson, 1994)

Struktur asam humat yang saat ini dianggap memenuhi konsep-konsep yang telah ada dikemukakan oleh (Stevenson, 1994). Pada struktur hipotetik ini, asam humat mengandung gugus $-OH$ fenolat, $-COOH$ yang terikat pada cincin aromatik dan kuinon yang dijembatani oleh nitrogen dan oksigen (Stevenson, 1994).



Gambar 5. Struktur hipotetik asam humat menurut Stevenson (Stevenson, 1994)

Berat molekul dari asam humat adalah 10.000 hingga 100.000 g/mol. Asam humat sangat sulit untuk terdegradasi secara biologis di alam. Asam humat dapat dikarakterisasi karena adanya gugus fungsional yang kaya akan oksigen seperti –

COOH, fenolik/enolik -OH, alkohol -OH, dan kuinon -C=O (Zainul, 2016). Salah satu penyebab dari coklat kehitamannya air gambut adalah fraksi utama dari asam humat, sehingga diperlukan suatu metode untuk mentransformasikan asam humat dari air gambut tersebut. Asam humat terdiri dari gugus-gugus yang kaya elektron (seperti jembatan -O, -N, -S, dan gugus fungsional -COOH, dan -OH), maka dapat diprediksi bahwa asam humat dapat bertindak sebagai donor elektron dalam reaksi fototransformasi yang dikatalis oleh semikonduktor dalam suatu sel (Stevenson, 1994).

C. Fotokatalis

Istilah fotokatalis merupakan gabungan dari dua kata, yaitu foto dan katalis. Sehingga dapat diartikan sebagai suatu proses kombinasi reaksi fotokimia yang memerlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat terjadinya transformasi kimia. Transformasi tersebut terjadi pada permukaan katalis yang katalisnya disebut fotokatalis (Malato *et al.*, 2003). Fotokatalis mengubah energi cahaya menjadi energi kimia dan dalam prosesnya menghasilkan radikal hidroksil yang akan bereaksi redoks dengan senyawa organik (polutan), sehingga air akan kembali jernih karena terpisahkan dari limbah cair (Suahya *et al.*, 2016).

Fotokatalis sering digunakan dalam degradasi polutan organik karena tingginya efisiensi, kesederhanaan, reproduktifitas yang baik, dan penanganan yang mudah. Dalam prosedurnya, elektron dan *hole* dihasilkan dari semikonduktor di bawah cahaya iradiasi molekul organik dioksida oleh *hole* menjadi oksidan kuat yang akan mengubah sebagian besar bahan organik menjadi karbon dioksida dan air (Robertson, 1996). Reaksi fotokatalis pada permukaan partikel, sehingga efektivitas reaksi fotokatalis dapat dipengaruhi oleh berbagai

hal, diantaranya adalah ukuran dan bentuk partikel yang digunakan. Reaksi fotokatalis akan efektif apabila ukuran partikel berada pada ukuran nano yaitu 1-100 nm. Semakin kecil ukuran partikel maka akan memperlebar luas permukaan partikel, sehingga interaksi antara reaktan pada permukaan partikel akan semakin besar (Naimah *et al*, 2011).

Fotokatalis merupakan suatu material yang dapat meningkatkan laju reaksi dengan cahaya sebagai pengaktifnya. Fotokatalis ini biasanya berupa semikonduktor dengan besar energi band gapnya berkisar antara 1-4 eV. Band gap merupakan celah pita energi antara pita valensi dan pita konduksi sedangkan energi yang dibutuhkan untuk elektron dapat tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi adalah energi band gap dari suatu semikonduktor. Material semikonduktor ini memiliki sifat yang menarik diantaranya mobilitas elektron yang tinggi, tahan pada temperatur yang tinggi, dan dapat memendarkan cahaya. Salah satu alasan utama kegunaan semikonduktor adalah sifat elektroniknya dapat diatur melalui pengontrolan sifat-sifat optiknya (Yuwono, 2015).

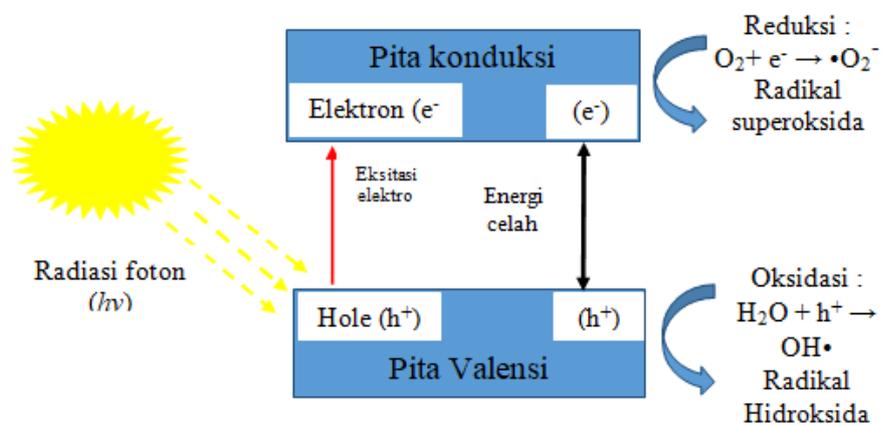
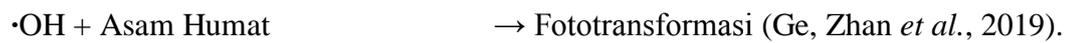
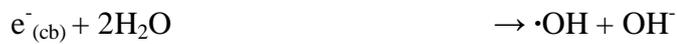
Dewasa ini telah banyak dilakukan penelitian mengenai semikonduktor yang dapat dijadikan bahan untuk meningkatkan suatu reaksi kimia. Semikonduktor yang biasa digunakan diantaranya adalah ZnO, TiO₂, CdS, ZnS, SrTiO₃, CuO, dan Fe₂O₃ (Umar *et al.*, 2013). Salah satu fotokatalis yang sering diaplikasikan dalam proses fotokatalis polutan adalah TiO₂ (Maurani *et al.*, 2020). TiO₂ memiliki celah pita 3,2 eV lebih unggul dari semikonduktor lainnya karena stabilitas kimianya yang tinggi, biayanya rendah dan tidak beracun (Rehman *et al*, 2009).

Jika suatu fotokatalis terkena sinar, maka energi foton yang terdapat pada sinar akan diserap. Penyerapan ini akan menyebabkan terjadinya eksitasi elektron pada fotokatalis dari pita valensi ke pita konduksi pada energi yang sesuai. Sumber foton yang biasa diaplikasikan untuk aktivasi pada fotokatalis adalah cahaya UV karena memiliki panjang gelombang yang pendek tetapi energi yang diperlukan cukup besar. Salah satu sumber cahaya alami yang bisa diaplikasikan pada fotokatalis adalah cahaya matahari. Karena cahaya matahari mudah didapatkan, diperoleh dengan cara yang gratis dan merupakan sumber energi yang terbesar di bumi. Cara lain yang dapat digunakan untuk meningkatkan aktivitas dari suatu material semikonduktor adalah dengan melakukan pendopingan pada material semikonduktor tersebut. Sementara itu semikonduktor sudah banyak dipakai untuk pengolahan limbah cair.

Suatu fotokatalis akan menghasilkan suatu radikal hidroksida dengan berinteraksi dengan molekul air. Hal ini akan terjadi karena suatu elektron pada pita valensi berpindah ke pita konduksi, sehingga elektron yang berada pada kedua pita tidak stabil. Elektron pada pita valensi akan berinteraksi langsung dengan molekul air membentuk ion hidroksida radikal sedangkan elektron yang berada pada pita konduksi akan bereaksi terlebih dahulu dengan oksigen, sehingga akan membentuk anion radikal superoksida.

Reaksi yang terjadi sebagai berikut:





Gambar 6. Mekanisme fotokatalis

D. Fotokatalis TiO_2 Doping Nitrogen

Titanium dioksida atau yang dikenal dengan Titania, merupakan oksida dari titanium yang dibentuk secara alami, merupakan senyawa organik berwarna putih padat, tidak berbau dan tidak larut dalam air. TiO_2 memiliki massa molar 79,866 g/mol, titik leburnya 1843°C dan titik didihnya 2972°C .

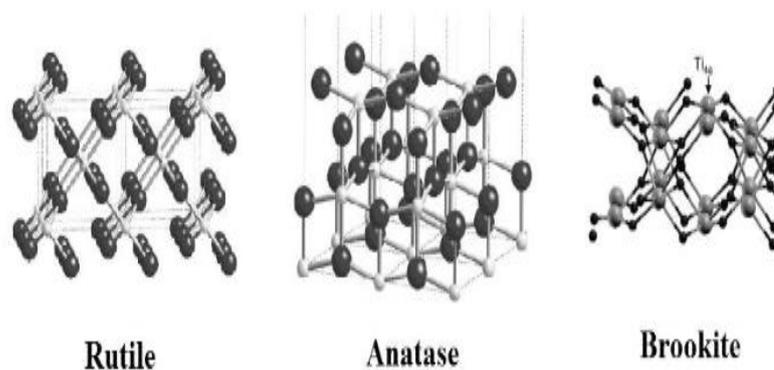


Gambar 7. TiO_2 Berwarna putih dan berbentuk padat

Keunggulan yang dimiliki titania adalah mempunyai sifat optik yang baik (Wei *et al.*, 2013), tidak bersifat racun, merupakan material yang murah, memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, merupakan semikonduktor dengan band gap yang lebar dan ketersediaannya yang banyak dan berlimpah (Smith *et al.*, 2010), memiliki luas permukaan yang besar fotosensitif (T. Kim *et al.*, 2005), ramah lingkungan, dan juga memiliki stabilitas mekanik tinggi (Sudha *et al.*, 2015).

Titania mempunyai tiga jenis bentuk Kristal yakni rutile, anatase, dan brookite. Pada umumnya, bentuk anatase memiliki struktur yang paling stabil (Rahman *et al.*, 2014). Hal itu disebabkan oleh energi gap TiO_2 jenis anatase ini yang lebih tinggi yaitu sebesar 3,2 eV sedangkan rutile sebesar 3,0 eV. Luas permukaan aktif yang lebih besar disebabkan oleh energi gap yang lebih tinggi sehingga menghasilkan fotoaktivitas yang lebih efektif. Pada anatase, umumnya akan stabil pada ukuran partikel kurang dari 11 nm, sedangkan brookite umumnya pada ukuran partikel 11-35 nm, dan pada rutile pada ukuran di atas 35 nm. Dengan ukuran partikel yang lebih kecil, anatase memiliki mobilitas yang tinggi pada elektron, tetapan dielektriknya rendah dan berat jenisnya lebih rendah (Carpet *al.*, 2004). Anatase memiliki luas permukaan yang lebih besar dari rutile sehingga sisi aktif anatase lebih besar dibandingkan rutile, sedangkan brookite

merupakan yang paling tidak stabil (Narayan, 2012). Titania dalam bentuk anatase merupakan titania yang paling baik digunakan untuk fotokatalis UV, dikarenakan titania hanya dapat menyerap sinar UV (Mano *et al.*, 2015).

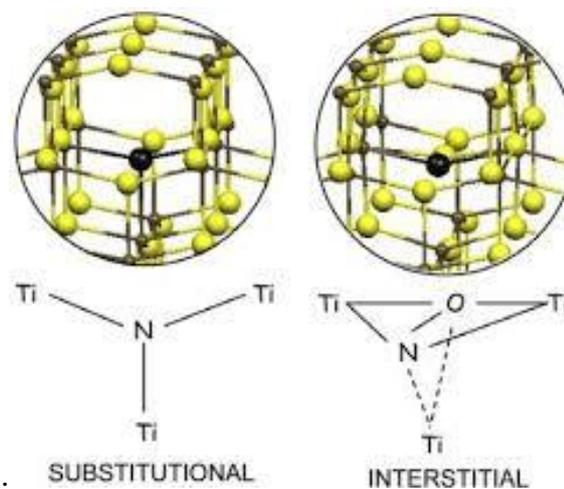


Gambar 8. Bentuk kristal TiO₂
(Fujishima, 2008)

Selain berpotensi sebagai katalis, titania juga berfungsi dalam sel surya, *sun block*, penjernihan air, material yang dapat meregenerasi diri, sebagai penghalang UV (Pan *et al.*, 2013). TiO₂ sebagai katalis kurang maksimal jika digunakan dalam keadaan murni karena mempunyai luas permukaan yang relative rendah. Oleh karena itu, TiO₂ perlu diimbangkan oleh adsorben (Slamet *et al.*, 2008). Agar proses fotodegradasi terjadi, TiO₂ murni yang memiliki celah pita sebesar 3,2 eV memerlukan panjang gelombang lebih besar dari 387 nm yaitu sinar UV untuk eksitasi foto. Namun, hanya 5%-8% dari sinar matahari alami adalah UV, TiO₂ menunjukkan batasan detoriasi polutan organik. Sehingga untuk mencapai peningkatan produktivitas katalitik akativitas menggunakan cahaya tampak, rekayasa celah pita dapat meningkatkan kinerja katalitik dengan secara tepat mengubah celah pita semikonduktor dengan penambahan dopan (C, N, Ag, Au,

Ni, Pt, dll) yang menghasilkan pergeseran cahaya pada TiO_2 (Chakraborty *et al.*, 2020).

Gas nitrogen (N_2) di udara sebanyak 78,1%. Nitrogen mempunyai nomor atom 7 dengan konfigurasi elektron $1s^2 2s^2 2p^3$. Ketiga elektron yang berada pada subkulit 2p digunakan untuk membentuk ikatan kovalen rangkap 3 dengan atom nitrogen yang lain. Ikatan rangkap 3 pada nitrogen sangat pendek yaitu 0,070 nm sehingga ikatan ini sangat kuat. Pada TiO_2 dapat disisipkan nitrogen, karena jari-jari ionik dari nitrogen dan oksigen tidak jauh berbeda. Selain itu, orbital 2p dari nitrogen dekat dengan orbital 2p dari oksigen sehingga dapat membentuk level energi baru di atas pita valensi TiO_2 sehingga energi gap dari TiO_2 dapat dipersempit sehingga aktivitasnya bisa bergeser ke daerah sinar tampak serta meningkatkan efisiensi fotokatalis TiO_2 (Rohmah, 2015)



Gambar 9. Model ikatan nitrogen terhadap TiO_2

Substitusi dan *interstitial* merupakan bentuk dari struktur titanium dioksida dalam bentuk anatase. Atom nitrogen akan mengikat tiga atom titanium pada bentuk substitusi, dan atom nitrogen akan mengikat satu atom oksigen pada bentuk

interstitial(Karimet *al.*, 2016). Penambahan Nitrogen pada TiO₂ menyebabkan terjadinya penurunan energi band gap TiO₂ degussa P25 dari 3,28 eV. Hal ini akan berimplikasi pada daerah kerja dari fotokatalis dalam mengolah limbah mengalami pergeseran dari daerah sinar UV menjadi sinar tampak (S. A. Agus *et al.*, 2016).

E. Metode Sol-Gel

Metode sol-gel digunakan dalam pembuatan bahan nano ataupun mikro oksida logam. Sol adalah suspensi koloid dimana fasa pendispersi dalam bentuk cair (*liquid*) dan fasa terdispersi dalam bentuk padat (*solid*). Sedangkan gel (*gelation*) adalah jaringan partikel atau molekul, berupa zat padat maupun cair yang terjadinya polimer dalam larutan sehingga digunakan sebagai tempat tumbuhnya zat anorganik. Nanopartikel koloid tersebut mengikat antar sesama melewati proses polimerisasi membentuk gel, lalu gel tersebut dikeringkan dan dikalsinasi untuk menghasilkan serbuk atau bubuk dalam skala kecil baik nano maupun mikro (Lubis, 2008).

Tahapan proses sol-gel terdiri dari:

Hidrolisis

Perbandingan air dan jenis katalis yang digunakan dapat mempengaruhi proses hidrolisis. Jenis katalis yang dipakai pada reaksi hidrolisis berupa katalis asam maupun katalis basa, namun dapat juga berlangsung tanpa menggunakan katalis dalam proses hidrolisis.

Kondensasi

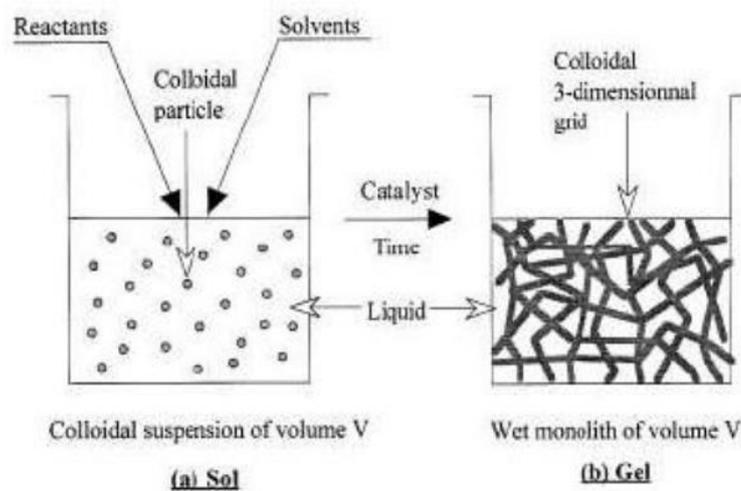
Pada tahapan kondensasi ini terjadi proses perubahan fasa dari sol menjadi gel. Proses ini terbentuk fasa dalam keadaan *amorf*.

Pematangan (Aging)

Pada tahap pematangan terjadi proses terbentuknya gel yang kuat dan kaku serta menyusut di dalam larutan.

Pengeringan

Pada tahap pengeringan ini larutan dan cairan untuk mendapatkan struktur sol-gel dalam skala kecil (Lubis,2008).



Gambar 10. Tahapan pembentukan sol dan pembentukan gel

Kelebihan dari metode sol-gel meliputi:

1. Homogenitas powder yang baik.
2. Kemurnian yang tinggi.
3. Proses pemisahan dan kristalinitas yang cepat.
4. Suhu yang digunakan relative rendah.

5. Ramah lingkungan karena limbah yang dihasilkan cukup sedikit.

Kekurangan dari metode sol-gel adalah waktu proses yang lebih lama (Widodo, 2010)

Tabel 1. Parameter proses sol-gel (Ningsih *et al.*, 2017)

Tahapan proses	Tujuan proses	Parameter proses
Larutan kimia	Membentuk gel	Tipe precursor, tipe pelarut, kadar air, konsentrasi precursor, temperatur, dan pH
<i>Aging</i>	Mendiamkan gel untuk mengubah sifat	Waktu, temperatur, komposisi cairan, lingkungan aging
Pengeringan (Drying)	Menghilangkan air dari gel	Metode pengeringan (<i>ovaporative</i> , <i>supercritical</i> , dan <i>freeze drying</i>), temperatur, tekanan, waktu
Kalsinasi	Mengubah sifat-sifat fisik/kimia padatan, sering menghasilkan kristalisasi dan densifikasi	Temperatur, waktu, gas (inert atau reaktif)

F. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah alat yang digunakan untuk mengukur serapan cahaya yang dihasilkan dari interaksi kimia antara radiasi elektromagnetik dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia pada daerah UV-Vis. Merupakan salah satu alat yang populer, alat ini sering digunakan untuk analisa kuantitatif yaitu pada proses uji kadar suatu analit yang terdapat pada suatu sampel. Spektrofotometer UV-Vis ini didasari oleh hukum *Lambert-Beer* yaitu penentuan konsentrasi analit dengan mengukur absorbansi suatu sampel yang ditembakkan cahaya dengan panjang gelombang tertentu. Besarnya cahaya yang diserap oleh suatu sampel akan berbanding lurus dengan konsentrasi analit yang terdapat dalam sampel uji. Peyerapan didefenisikan sebagai proses dimana intensitas cahaya dari sinar pengukuran berkurang karena molekul dalam sampel mengalami

eksitasi dari keadaan dasar (energi rendah) ke keadaan tereksitasi (energi besar) (Begum *et al.*, 2018).

Spektrofotometer UV-Vis adalah anggota teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrument spektrofotometer (Rance *et al.*, 2010). Spektrofotometer UV-Vis merupakan metoda analisa yang penggunaannya cukup luas, baik untuk analisa kualitatif maupun kuantitatif. Untuk analisa kuantitatif yang diperhatikan adalah:

- a) Membandingkan λ maksimum
- b) Membandingkan serapan (A), daya serap (a)
- c) Membandingkan spektrum serapannya

Prinsip dari spektrofotometri UV-Vis adalah mengukur jumlah cahaya yang diabsorpsi atau ditransmisikan oleh molekul-molekul di dalam larutan. Ketika panjang gelombang cahaya ditransmisikan melalui larutan, sebagian energi cahaya tersebut akan diserap (diabsorpsi). Besarnya kemampuan molekul-molekul zat terlarut untuk mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang tertentu dikenal dengan istilah *absorbansi* (A), yang setara dengan nilai konsentrasi larutan tersebut dan panjang berkas cahaya yang dilaluinya ke suatu point dimana persentase jumlah cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi diukur dengan photube.

Sampel yang dapat diuji pada spektrofotometer UV-Vis berupa larutan, gas, dan uap. Sedangkan sampel padat tidak dapat dilakukan uji. Pada umumnya, untuk sampel larutan digunakan yang jernih atau transparan. Untuk mendapatkan spektrum spektrofotometer UV-Vis yang baik, maka perlu diperhatikan beberapa

hal seperti, pelarut yang digunakan, konsentrasi sampel dan lain-lain. Absorbansi yang didapatkan pada saat pengukuran akan linear dengan konsentrasi analit dalam sampel. Interaksi antara analit dengan sinar pada alat spektrofotometer UV-Vis menyebabkan adanya eksitasi elektron dari keadaan dasar ke keadaan transisi (tereksitasi) (Suhartati, 2017).

Hukum *Lambert-Beer* mengemukakan yaitu jumlah berkas sinar yang diadsorpsi oleh bahan atau media tidak dipengaruhi oleh intensitas berkas sinar yang masuk. Hukum ini hanya berlaku jika tidak terjadi reaksi kimia ataupun proses fisik yang akan dipengaruhi oleh pancaran sinar.

Tabel 2.Keuntungan dan kerugian spektrofotometer UV-Vis

No	Kelebihan spektrofotometer UV-vis	Kekurangan spektrofotometer UV-vis
1	Panjang gelombang dari sinar putih dapat lebih terseleksi.	Absorpsi dipengaruhi oleh pH larutan, suhu adanya zat pengganggu dan kebersihan dari kuvet.
2	Prinsip penggunaan alatnya sederhana.	Pemakaian hanya pada gugus fungsional yang mengandung elektron valensi dengan energi eksitasi rendah.
3	Dapat menganalisa larutan dengan konsentrasi yang sangat kecil.	Sinar yang dipakai harus monokromatis.

G. X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang $0,5 \text{ \AA} - 2,0 \text{ \AA}$. Sinar-X diproduksi dengan menambahkan logam dengan elektron berenergi tinggi. Elektron akan melambat saat memasuki logam dan menyebabkan elektron di kulit atom logam memantul membentuk ruang

hampa. Elektron berenergi tinggi memasuki ruang hampa dengan memancarkan foton sinar-X sebagai kelebihan energinya (Zakaria, 2003).

Teknik difraksi sinar-X bertujuan untuk mengidentifikasi keberadaan fasa kristal dalam materi dan bahan bubuk, serta mengetahui sifat struktur dan cacat kristal pada setiap fasa. Difraksi sinar-X menggunakan sinar-X yang terdifraksi setiap sinar yang dipantulkan dari setiap bidang, yang dibentuk secara berurutan oleh atom kristal material (Zakaria, 2003). Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang terdifraksi jika cahaya jatuh pada jarak atom yang kurang lebih sama dengan panjang gelombang cahaya. Ketika berkas elektron jatuh pada kristal, maka sinar-X yang terbentuk akan tersebar (Sibilia, 1996).

XRD adalah teknik untuk menganalisis bentuk Kristal dari padatan dengan mengukur perbedaan antara bidang kristal. Ketika berkas elektron berenergi tinggi mengenai bahan target, maka akan terjadi interaksi antara elektron. Pancarannya sesuai dengan energi maksimum elektron untuk menembus atom target. Elektron di kulit pada material atom akan memantul lalu kekosongan akan diisi oleh elektron berenergi tinggi sambil memancarkan energinya sebagai foton sinar-X. energi yang hilang akan diubah menjadi radiasi sinar-X disebut *Bremsstrahlung* (Weller, 1994).

Hukum *Bragg* didasarkan pada persamaan:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

n adalah orde difraksi (bilangan bulat), λ panjang gelombang sinar yang sefasa, d adalah jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang hambur dan θ adalah sudut datang terhadap bidang *Bragg* (Waller, 1994).

Persamaan *Bragg* adalah hubungan antara bidang dalam kristal dan sudut yang pantulan radiasinya pada intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Berikut kegunaan difraksi sinar-X yaitu:

1. Untuk mengetahui struktur Kristal material
2. Untuk mendapatkan informasi, komposisi dan keadaan material polikristalin
3. Untuk menentukan ukuran dan derajat kristal serta konstanta kisi kristalografi dengan tepat (Waller, 1994)

H. Spektrofotometer UV-Diffuse Reflectance (UV-DRS)

Spektrofotometer UV-DRS digunakan untuk menganalisis sampel bubuk atau kristal dalam bentuk padatan. Prinsip UV-DRS adalah berdasarkan dengan transisi elektron yang terjadi dalam molekul orbital, atom atau ion dalam bentuk padat (Fiolida, 2016). Spektrofotometer UV-DRS digunakan untuk menganalisis nilai *band gap* pada suatu senyawa berdasarkan pengukuran intensitas UV yang dipantulkan oleh sampel. Prinsip spektrofotometer UV-DRS didasarkan hukum Kubelka-Munk. Berdasarkan hukum Kubelka-Munk, bila suatu lapisan material memiliki ketebalan x , diradiasikan dengan sejumlah energi foton, maka material tersebut akan menyerap atau menghamburkan foton (Fiolida, 2016).

Berikut persamaan reflektansi yaitu:

$$R' = \frac{R'(\text{sampel})}{R'(\text{standar})}$$

Persamaan Kubelka-Munk adalah:

$$FR' = \frac{(1-R')^2}{2 R'}$$

Persamaan yang menyatakan hubungan absorptansi (A) dan reflektansi adalah sebagai berikut:

$$\text{Log} \frac{1}{R'} = A$$

Persamaan untuk mencari energi celah pita (E_g) yaitu:

$$E_g = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

E_g adalah energi celah pita (eV), h adalah konstanta planck ($6,626 \times 10^{-34}$ Js), c adalah kecepatan cahaya (3×10^8 m/s) dan λ adalah panjang gelombang (nm) (Fiolida, 2016).

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka disimpulkan bahwa:

1. Katalis TiO₂-N 8% dikarakterisasi menggunakan XRD didapatkan ukuran partikel 22,8747 – 40,0989nm dan nilai *band gap* diukur dengan spektrofotometer UV-DRS didapatkan 2,96 eV.
2. Konsentrasi degradasi asam humat maksimal menggunakan fotokatalis TiO₂ doping Nitrogen 8% didapatkan pada masing-masing kecepatan pengadukan adalah 500 rpm sebesar 9,492 ppm, pengadukan 1000 rpm adalah 10,797 ppm, dan pada pengadukan 1500 rpm sebesar 10,507 ppm.
3. Hasil maksimum dari variasi kecepatan pengadukan dan lama waktu penyinaran didapatkan konsentrasi akhir sebesar 9,492 ppm dengan persentase degradasi sebesar 76,27%.

B. Saran

1. Melakukan penelitian dengan menggunakan katalis yang berbeda dan dengan doping yang berbeda pada proses degradasi asam humat agar mengetahui katalis dan dopingan apa saja yang efektif untuk degradasi asam humat.
2. Menggunakan alat yang dimodifikasi pada proses degradasi asam humat untuk mendapatkan hasil yang lebih bagus.
3. Menambahkan variabel lain untuk mendapatkan pengaruh dalam mendegradasi asam humat.
4. Melakukan degradasi dengan air gambut langsung yang digunakan sebagai sampel.

DAFTAR PUSTAKA

- Agus, F., & Subiksa, I. M. (2008). Lahan Gambut: Potensi untuk pertanian dan aspek lingkungan. *Balai Penelitian Tanah dan World Agroforestry Centre (ICRAF), Bogor*.
- Agus, S. A., & Sudaryanto, S. (2016). *Penambahan N Pada TiO₂ DAN Pengaruhnya pada Energi Band Gap TiO₂ sebagai Bahan Pengolah Limbah*. Paper presented at the Prosiding Seminar Nasional Teknologi dan Aplikasi Reaktor Nuklir.
- Aji, N. R., Wibowo, E. A. P., Ujiningtyas, R., Wirasti, H dan Widiarti, N. 2016. *Sintesis Komposit TiO₂- Bentonit dan Aplikasinya untuk Penurunan Bod dan Cod Air Embung Unnes*. *Jurnal Kimia Valensi*, 2, 114-199
- Aiken, G. R. (1985). Humic substances in soil, sediment and water. *Geochemistry, isolation and characterization*.
- Andayani, W., & Bagyo, A. N. (2011). *TiO₂ Beads For Phoyocatalytic Degradation of Humic Acid in Peat Water*. *Indonesian Journal of Chemistry*, 11(3), 253-257.
- Anpo, M. (2000). Utilization of TiO₂ photocatalysts in green chemistry. *Pure and Applied Chemistry*, 72(7), 1265-1270.
- Begum, R., Farooqi, Z. H., Naseem, K., Ali, F., Batool, M., Xiao, J., & Irfan, A. (2018). Applications of UV/Vis spectroscopy in characterization and catalytic activity of noble metal nanoparticles fabricated in responsive polymer microgels: a review. *Critical reviews in analytical chemistry*, 48(6), 503-516.
- Beura, R., Rajendran, S., Pinilla, M. G. & Thangadurai, P. 2019. *Enhanced Photo-Induced Catalytic Activity of Cu Ion Doped Zn-Graphene Ternary Nanocomposite for Degrading Organic Dyes*. *Journal of Water Process Engineering*, 32, 100966.
- Carp, O., Huisman, C. L., & Reller, A. (2004). Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Progress in solid state chemistry*, 32(1-2), 33-177.
- Chakraborty, R., Pradhan, M., & Debnath, K. (2020). *Band-gap engineering using metal-semiconductor interfaces for photocatalysis and supercapacitor application: a nanoparticle reinforced ceramic composite perspective*. In