

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM LAMA PENYINARAN DAN
JUMLAH PELAPISAN DEGRADASI ZAT WARNA *CONGO RED*
PADA KOLOM GELAS TiO₂**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai Salah Satu Persyaratan Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Sains*



Oleh
RILA KURNIATI
NIM. 73295

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2011**

PERSETUJUAN SKRIPSI

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM LAMA PENYINARAN DAN
JUMLAH PELAPISAN DEGRADASI ZAT WARNA *CONGO RED*
PADA KOLOM GELAS TiO₂**

Nama : Rila Kurniati
NIM : 73295
Program Studi : Kimia
Jurusa : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 4 Februari 2011

Disetujui Oleh :

Pembimbing I



Dr. Hardeli, M.Si
NIP. 19640113 1991031001

Pembimbing II



Dra. Andromeda, M.Si
NIP. 196405181987031002

PENGESAHAN

Dinyatakan Lulus setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Judul : Penentuan kondisi Optimum Lama Penyinaran
Dan Jumlah Pelapisan Degradasi Zat Warna
Congo Red Pada Kolom Gelas TiO_2

Nama : Rila Kurniati

NIM/BP : 73295/2006

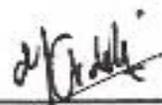
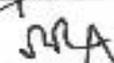
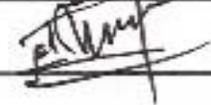
Program Studi : Kimia

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 4 Februari 2011

Tim Penguji

Nama	Tanda Tangan
1. Ketua : Dr. Hardeli, M.Si	1. 
2. Sekretaris : Dra. Andromeda, M.Si	2. 
3. Anggota : Drs. Ali Amran, M.Pd, M.A, Ph.D	3. 
4. Anggota : Dra. Da'mah Agus	4. 
5. Anggota : Drs. Bahrizal, M.Si	5. 

ABSTRAK

Rila Kurniati, 2011 : Penentuan Kondisi Optimum Lama Penyinaran dan Jumlah Pelapisan Degradasi Zat Warna *Congo Red* pada Kolom Gelas TiO₂.

Munculnya limbah berbahaya seperti zat warna *Congo Red* yang berasal dari limbah industri tekstil menyebabkan lingkungan sekitar menjadi tercemar yang memberikan efek buruk bagi manusia, tumbuhan, dan hewan. Sehingga diperlukan pengolahan limbah lebih lanjut. Salah satu cara pengolahan limbah tekstil tersebut adalah dengan menggunakan semikonduktor TiO₂ yang diimobilisasikan pada bagian dalam kolom gelas. Proses degradasi *Congo Red* dipengaruhi oleh intensitas sinar UV, konsentrasi, jumlah kolom gelas, laju alir, lama penyinaran dan jumlah pelapisan sol TiO₂. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum lama penyinaran dan jumlah pelapisan sol TiO₂ untuk mendegradasi senyawa *Congo Red*. Penelitian ini menggunakan rancangan acak lengkap dengan dua variabel. Variabel pertama adalah lama penyinaran yaitu : 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Variabel kedua adalah jumlah pelapisan yaitu : 4, 6, 8, 10, dan 12 kali. Dalam penelitian ini digunakan sinar UV yang berasal dari cahaya matahari dan katalis yang digunakan adalah TiO₂ Degussa P-25. *Congo Red* yang telah didegradasi dianalisa menggunakan UV-Vis. Hasil penelitian menunjukkan kondisi optimum lama penyinaran dicapai pada waktu 60 menit dan pada jumlah pelapisan 10 kali. Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa TiO₂ Degussa P-25 memiliki struktur kristal *anatase* dan *rutile*. Karakterisasi dengan SEM menunjukkan pada pembesaran 20.000 kali morfologi permukaan film TiO₂ telah rata.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul *”Penentuan Kondisi Optimum Lama Penyinaran dan Jumlah Pelapisan Degradasi Zat Warna Congo Red Pada Kolom Gelas TiO₂”*.

Seluruh kegiatan ini tidak terlepas dari dukungan berbagai pihak yang telah memberikan dorongan, bantuan moril serta bimbingan. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Hardeli, M.Si., selaku pembimbing I.
2. Ibu Dra. Andromeda, M.Si., selaku pembimbing II sekaligus penasehat akademik (PA).
3. Bapak Drs. Ali Amran, M.Pd, M.A, Ph.D., Bapak Drs. Bahrizal, M.Si., dan Ibu Dra. Da'mah Agus sebagai Dosen Pembahas.
4. Bapak Drs. Zul Afkar, M.S., selaku Ketua Jurusan Kimia.
5. Bapak Drs. Nazir K.S., M.Pd., M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia.
6. Ibu-ibu dan bapak-bapak dosen staf pengajaran jurusan kimia FMIPA UNP.
7. Operator SEM di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Laut (P3GL) Bandung dan Operator Karakterisasi XRD di Universitas Islam Syarif Hidayatullah Jakarta.
8. Karyawan dan Laboran Jurusan Kimia Unversitas Negeri Padang.

9. Rekan-rekan mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA UNP serta semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung.

Dengan bantuan semua pihak skripsi ini dapat penulis selesaikan, semoga segala bantuan, dorongan, dan pengorbanan yang telah diberikan menjadi amal ibadah dan dibalas oleh Allah SWT, Amin.

Akhirnya penulis mengharap kritik dan saran dari semua pihak yang bersifat membangun demi tercapainya kesempurnaan skripsi ini.

Padang, Februari 2011

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
 BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	5
C. Batasan Masalah	5
D. Pertanyaan Penelitian	5
E. Tujuan Penelitian	6
F. Manfaat Penelitian	6

BAB II KAJIAN PUSTAKA

A. Kondisi Optimum	7
B. Kolom Gelas TiO ₂	8
C. Fotokatalisis	9
D. Fotokatalis TiO ₂	12
E. Zat Warna <i>Congo Red</i>	14
F. Proses Degradasi Zat Warna <i>Congo Red</i>	15
G. Spektrofotometer UV-Vis	18
H. Karakterisasi Fotokatalis TiO ₂	19
1. Difraksi Sinar-X	19
2. Scanning Electron Microscope SEM / EDX	21

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian	23
B. Objek Penelitian	23
C. Variabel Penelitian	23
D. Rancangan Penelitian	24
E. Analisa Variabel Penelitian	25
F. Alat dan Bahan	25
G. Prosedur Penelitian	26

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Optimasi Kolom Gelas TiO₂ 29

B. Karakterisasi Katalis TiO₂ Degussa P-25 27

 1. Karakterisasi Dengan XRD..... 40

 2. Karakterisasi Dengan SEM/EDX 44

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan 49

B. Saran 49

DARTAR PUSTAKA 50

LAMPIRAN 52-71

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Posisi Energi Celah Pita Beberapa Semikonduktor	
Dalam Larutan pH 1	11
2. Skema Proses Fotoeksitasi dan Deeksitasi	12
3. Struktur Senyawa <i>Congo Red</i>	14
4. Difraksi Sinar X	20
5. Kurva Standar Larutan <i>Congo Red</i>	30
6. Kurva Hubungan Absorbansi Dengan Lama Penyinaran	31
7. Kurva Hubungan Lama Penyinaran Dengan Konsentrasi sisa	34
8. Kurva Hubungan Lama Penyinaran Dengan	
Persentase Degradasi	36
9. Kurva Hubungan Lama Penyinaran Dengan Hasil	
Perbandingan C_t/C_0	39
10. Hasil Pengukuran Katalis TiO_2 Degussa P-25 Dengan XRD.....	41
11. Hasil SEM Tampak Atas Pada Pembesaran 20.000 dan 40.000	44
12. Hasil SEM Tampak Samping	45
13. Analisis EDX	47

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Rancangan Penelitian Pengaruh Variasi Lama Penyinaran dan Jumlah Pelapisan Kolom Gelas	24
2. Hasil Pengukuran Absorbansi Larutan Standar <i>Congo Red</i>	29
3. Hasil Pengukuran Absorbansi <i>Congo Red</i> pada Kolom Gelas TiO ₂ Dengan Berbagai Jumlah Pelapisan dan Lama Penyinaran	31
4. Konsentrasi Sisa <i>Congo Red</i> yang Telah Didegradasi Pada Jumlah Pelapisan dan Lama Penyinaran	33
5. Persentase Degradasi Zat Warna <i>Congo Red</i> yang Telah Didegradasi	35
6. Perbandingan Konsentrasi <i>Congo Red</i> (C_t/C_0) pada Berbagai Lama Penyinaran dan Jumlah Pelapisan TiO ₂	38
7. Nilai d(A) dari Hasil Pengukuran dan Kartu Interpretasi Data Kristal Sintesis TiO ₂	42
8. Hubungan Tingkat Pengisian TiO ₂ dan Ketebalan Lapisan TiO ₂	46
9. Persentase Unsur dan Senyawa Yang Terkandung Dalam Lapisan TiO ₂	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Pembersihan Kolom Gelas	52
2. Pembuatan Sol TiO ₂ Degussa P-25	53
3. Immobilisasi Katalis TiO ₂	54
4. Pembuatan Kolom Gelas TiO ₂	55
5. Pembuatan Larutan Sampel <i>Congo Red</i>	56
6. Proses Degradasi Larutan <i>Congo Red</i>	57
7. Berat Kolom Gelas TiO ₂	58
8. Data Hasil Pengukuran XRD dan Perhitungan Ukuran Kristal TiO ₂ Degussa P-25	62
9. Data Pengukuran UV-Vis	64
10. Data SEM dan EDX	70
11. Hasil Rangkaian Kolom Gelas TiO ₂	71

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Air adalah materi esensial untuk kehidupan. Tidak ada satupun makhluk hidup di dunia ini yang tidak membutuhkan air. Sel hidup misalnya, baik dari tumbuh-tumbuhan ataupun hewan, sebagian besar tersusun dari air yaitu lebih dari 75 % isi sel tumbuh-tumbuhan atau lebih dari 67 % sel hewan tersusun oleh air (Suriawiria, 1996: 5).

Selain digunakan untuk kebutuhan rumah tangga, air juga berkaitan erat dengan kesehatan lingkungan. Suatu lingkungan apabila kurang baik kualitas air minumnya akan sangat berpengaruh terhadap penyakit-penyakit yang mungkin timbul akibat penduduk menggunakan air yang tidak memenuhi syarat kesehatan. Salah satu faktor yang dapat mencemari kualitas air adalah keberadaan senyawa organik, khususnya haloaromatik dalam air yang dapat membahayakan lingkungan, hewan, dan manusia. Senyawa ini bersifat persisten di lingkungan, dapat terakumulasi dalam rantai makanan, beracun, mutagenik, dan karsinogenik (Rappe, C., 1976). Penggunaan dalam industri sangat luas yang menyebabkan meningkatnya jumlah buangan industri yang mencemari air dan tanah.

Munculnya limbah zat warna reaktif yang berasal dari proses industri tekstil menyebabkan lingkungan sekitar semakin tercemar sehingga perlu pengolahan lebih

lanjut. Beberapa macam perlakuan yang dilakukan untuk pengolahan air limbah yaitu proses filtrasi, flokulasi, penghilangan warna (*decoloring*), dan adsorpsi. Cara lain untuk pengolahan limbah yang digunakan akhir-akhir ini adalah penggunaan semikonduktor. Semikonduktor yang bisa digunakan adalah Titanium Dioksida (TiO_2). Semikonduktor TiO_2 digunakan secara luas sebagai fotokatalis karena bersifat inert secara kimia maupun biologi, nontoksik dan tidak mahal. Fotokatalis TiO_2 banyak digunakan dalam bentuk lapisan tipis yaitu dengan mengimmobilisasikan TiO_2 pada material pendukung, salah satunya adalah bahan gelas (Kamat, 1993 : 267-300).

Sebagai fotokatalis, ketika semikonduktor TiO_2 mengadsorpsi sinar UV ($\lambda \leq 380$) yang berenergi sama atau lebih besar dari energi celah pita ($3 - 3,2 \text{ eV}$) maka akan terjadi pemisahan muatan atau fotoeksitasi dalam molekul TiO_2 . Elektron (e^-) akan tereksitasi ke pita konduksi meninggalkan lubang positif (h^+) pada pita valensi. Lubang positif yang terbentuk berinteraksi dengan air atau ion OH^- menghasilkan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$). Radikal hidroksil ini merupakan spesies yang sangat reaktif menyerang molekul-molekul organik dan dapat mendegradasinya menjadi CO_2 dan H_2O (dan ion-ion halida jika molekul organik mengandung halogen (Linsebigler, 1995: 748). Sifat ini bisa digunakan untuk mendegradasi zat warna yang terdapat pada limbah industri tekstil.

Kisworo (2007) telah melakukan fotodegradasi senyawa *Congo Red* dengan menggunakan lapis tipis TiO_2 dengan radiasi sinar UV yang hasilnya menunjukkan

konsentrasi optimum dari *Congo Red* yaitu 5 ppm. Wijaya (2006) juga telah melakukan fotodegradasi *Congo Red* dengan $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ dengan radiasi sinar UV yang menggunakan sistem suspensi, yang mana hasilnya menunjukkan bahwa 99 % dari *Congo Red* dapat didegradasi oleh sistem $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$, setelah diiradiasi dengan sinar UV selama 60 menit.

Proses degradasi zat warna dalam fasa air dengan menggunakan katalis TiO_2 dalam bentuk suspensi dengan partikel yang halus, menghasilkan proses fotokatalitik yang tidak dibatasi oleh transfer massa karena jarak difusi maksimum molekul organik dengan permukaan katalis sangat kecil. Akan tetapi, sistem suspensi juga mempunyai kelemahan. Kelemahan utama yaitu pada akhir reaksi harus dilakukan penyaringan vakum sebelum dilakukan pengujian absorbansi dari larutan yang diuji. Kedua, daya tembus sinar UV yang terbatas, karena adsorpsi yang kuat oleh TiO_2 dan spesies organik terlarut. Jadi untuk mengatasi kelemahan ini, maka dilakukan cara pengimmobilisasian katalis TiO_2 pada material pendukung yang sesuai. Immobilisasi ini mempunyai dua keuntungan yang pertama yaitu mengurangi masalah pemisahan partikel katalis sehingga dapat digunakan dalam sistem kontinu. Kedua, katalis TiO_2 dalam bentuk lapis tipis memberikan porous yang dapat memberikan luas permukaan yang lebih besar untuk degradasi molekul organik. Namun sistem immobilisasi juga mempunyai kelemahan yaitu terbatasnya kemampuan foton dalam penetrasi pada permukaan katalis dan keterbatasan proses transfer massa. (Fujishima, Kashimoto, dan Watanabe, 1999).

Usaha untuk mengatasi masalah ini adalah dengan mengembangkan sebuah sistem kontinu dengan menggunakan katalis TiO_2 yang dilapisi pada bagian dalam kolom gelas, dimana jumlah pelapisan kolom gelas bervariasi dalam berbagai lama penyinaran zat warna diazo (*Congo Red*), yang diharapkan dapat mengatasi keterbatasan pada sistem immobilisasi, sehingga dapat digunakan untuk keperluan degradasi zat warna *Congo Red*.

Pada proses degradasi zat warna *Congo Red* sangat dipengaruhi oleh jumlah pelapisan TiO_2 , dan lama penyinaran zat warna *Congo Red*. Pengaruh dari jumlah pelapisan TiO_2 pada proses degradasi yaitu semakin tebal pelapisan bukan berarti semakin banyak zat warna yang didegradasi, ini disebabkan karena ketebalan lapisan TiO_2 akan mempengaruhi daya tembus sinar UV pada kolom gelas. Kemudian waktu penyinaran yang tidak lama mengakibatkan waktu kontak fotokatalis TiO_2 dengan sinar UV juga tidak lama, maka radikal $\cdot\text{OH}$ yang dihasilkan juga sedikit sehingga laju degradasi semakin kecil, tetapi apabila waktu penyinaran semakin lama maka waktu kontak fotokatalis TiO_2 dengan sinar UV juga semakin lama, sehingga menghasilkan radikal $\cdot\text{OH}$ yang banyak untuk meningkatkan proses degradasi zat warna *Congo Red* (Wijaya, 2006).

Berdasarkan uraian di atas, maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian yang berjudul **"Penentuan Kondisi Optimum Lama Penyinaran Dan Jumlah Pelapisan Degradasi Zat Warna *Congo Red* Pada Kolom Gelas TiO_2 "**.

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, maka perumusan masalah dalam penelitian ini adalah "Bagaimana kondisi optimum lama penyinaran dan jumlah pelapisan sol TiO₂ untuk mendegradasi zat warna *Congo Red* dengan menggunakan sinar UV cahaya matahari".

C. Batasan Masalah

Pada penelitian ini masalah yang diangkat dibatasi pada aspek-aspek yaitu:

1. Variasi lama penyinaran adalah 30, 60, 90, 120, dan 150 menit
2. Variasi jumlah pelapisan TiO₂ adalah 4, 6, 8, 10, dan 12 kali.
3. Konsentrasi larutan *Congo Red* yang digunakan adalah 5 ppm.
4. Jenis TiO₂ yang digunakan adalah TiO₂ Degussa P-25.
5. Kolom gelas yang digunakan adalah kolom gelas TiO₂.
6. Sumber sinar UV yang digunakan berasal dari cahaya matahari.

D. Pertanyaan Penelitian

Berdasarkan batasan masalah di atas, maka yang menjadi pertanyaan penelitian ini adalah:

1. Berapakah kondisi optimum lama penyinaran pada kolom gelas TiO₂ untuk mendegradasi zat warna diazo (*Congo Red*)

2. Berapakah jumlah pelapisan sol TiO_2 yang digunakan pada kolom gelas TiO_2 .

E. Tujuan Penelitian

Penelitian dilakukan dengan tujuan untuk:

1. Mengetahui kondisi optimum lama penyinaran pada kolom gelas TiO_2 untuk mendegradasi zat warna *diazo (Congo Red)*.
2. Mengetahui kondisi optimum jumlah pelapisan pada kolom gelas TiO_2 untuk mendegradasi zat warna *diazo (Congo Red)*.

F. Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumbangan bagi ilmu pengetahuan khususnya pada bidang fotokatalis untuk menemukan alternatif penanggulangan limbah organik yang ramah lingkungan.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

A. Kondisi optimum

Kondisi optimum adalah penentuan adanya suatu keadaan yang tepat dalam sebuah kerja yang maksimal, sehingga akan diperoleh pula hasil yang maksimal. Untuk memperoleh kondisi optimum kolom gelas TiO₂ untuk mendegradasi *Congo Red* dapat dilakukan dengan bervariasi lama waktu penyinaran dan jumlah pelapisan TiO₂ pada kolom gelas.

Dalam proses fotokatalisis diperlukan bantuan cahaya untuk melangsungkan atau mempercepat transformasi kimia. Penentuan kondisi optimum lama penyinaran berguna untuk mencari waktu dimana terjadi pendegradasian paling banyak. Waktu penyinaran yang tidak lama mengakibatkan waktu kontak fotokatalis TiO₂ dengan sinar UV juga tidak lama, maka radikal •OH yang dihasilkan juga sedikit sehingga laju degradasi semakin kecil, tetapi apabila waktu penyinaran semakin lama maka waktu kontak fotokatalis TiO₂ dengan sinar UV juga semakin lama, sehingga menghasilkan radikal •OH yang banyak untuk meningkatkan laju degradasi zat warna *Congo Red* (Wijaya, 2006).

Pengaruh tingkat pelapisan TiO₂ berpengaruh terhadap optimasi fotokatalitik. Ketika lapisan film TiO₂ terlalu tipis jumlah foton yang mengenai lapisan tidak semuanya diabsorpsi. Sehingga radikal •OH yang terbentuk menjadi lebih sedikit.

Bila ketebalan lapisan film TiO_2 ditingkatkan, maka jumlah foton yang terabsorpsi semakin banyak, sehingga dapat lebih mengaktifkan katalis untuk menghasilkan radikal $\bullet\text{OH}$ yang lebih banyak. Tetapi ketika lapisan film terlalu tebal maka bagian sisi katalis yang kontak dengan bagian larutan sampel tidak mendapat penetrasi foton yang optimal dan kemungkinan juga akan terjadi rekombinasi *elektron* dan *hole* sebelum sampai pada permukaan katalis (Dingwang, et. al, 2001). Keadaan ini bisa mengakibatkan penurunan laju degradasi *Congo Red*.

B. Kolom Gelas TiO_2

Saat sekarang TiO_2 lebih banyak digunakan dalam aplikasi fotokatalisis khususnya pengolahan limbah cair, karena mempunyai celah pita (*band gap*) yang besar (3.2 eV), mempunyai sifat stabil terhadap cahaya, tidak beracun, kemampuan untuk mengoksidasi yang tinggi dan tidak larut dalam kondisi eksperimen (Linsebigler, 1995). Salah satu hal yang mempengaruhi efektifitas metode fotokatalisis adalah kolom gelas. Dengan kolom gelas yang sesuai maka kontak antara limbah, katalis, dan energi foton akan optimal, kontak lebih bagus, penyebaran cahaya yang merata (Slamet, 2007).

Kolom Gelas TiO_2 merupakan sebuah alat yang digunakan untuk mendegradasi limbah cair menjadi ramah lingkungan. Rangkaian reaktor kolom gelas TiO_2 terdiri dari 11 buah kolom gelas (diameter ± 2 cm dan panjang ± 60 cm) yang disusun seri. Pada bagian dalam dinding setiap kolom gelas tersebut diimobilisasikan lapisan tipis TiO_2 . Lalu dihubungkan dengan selang plastik transparan dan diletakan

diatas sebuah kerangka besi yang telah dilapisi dengan aluminium foil. Larutan sampel disirkulasikan dari reservoir melalui kolom gelas dengan menggunakan pompa sirkulasi. Pendegradasian larutan sampel menggunakan sinar UV dari cahaya matahari.

C. Fotokatalis

Fotokatalis merupakan gabungan dari 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 untuk menyerap foton, dan umumnya dimiliki oleh bahan semikonduktor (Linsebigler, et. Al., 1995). Dengan demikian fotokatalis dapat juga didefinisikan sebagai suatu proses yang terjadi dengan mendasarkan kemampuan ganda dari suatu fotokatalis untuk mengabsorpsi foton secara bersamaan.

Fotokatalis 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 fotokatalis semikonduktor dengan sinar UV seperti titanium dioksida (TiO_2), seng oksida (ZnO_2), dan kadmium sulfida (CdS) (Linsebigler Et. Al., 1995).

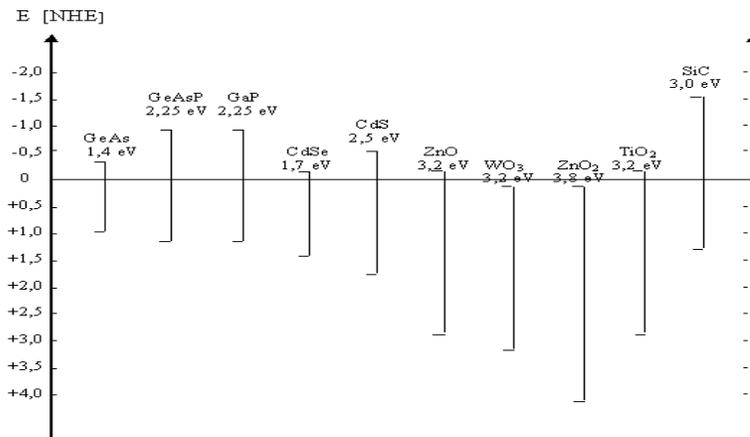
Proses fotokatalitik heterogen secara umum dapat didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Satu atau lebih langkah reaksi melibatkan pasangan *electron-hole* (e^- dan h^+), elektron dan lubang

positif) pada permukaan bahan semikonduktor. Definisi umum tersebut mempunyai implikasi bahwa beberapa langkah-langkah fotokatalisis adalah merupakan reaksi redoks yang melibatkan pasangan e^- dan h^+ .

Sistem fotokatalisis heterogen terdiri dari partikel semikonduktor (fotokatalis) yang kontak dengan medium gas dan cair. Penyinaran katalis dengan cahaya UV akan menimbulkan keadaan tereksitasi yang biasa di mulai dengan proses lanjutan seperti reaksi redoks dan transformasi molekuler.

Bahan semikonduktor memiliki daerah energi kosong (*void energy region*). Dalam daerah tersebut tidak tersedia tingkat-tingkat energi untuk rekombinasi *hole*. Daerah kosong tersebut memanjang dari pita valensi yang terisi (*filled valency bond*) hingga dasar pita konduksi kosong (*vacant conduction band*) yang disebut celah pita (*band gap*). Celah pita tersebut menentukan sensitifitas panjang gelombang dari semikonduktor yang bersangkutan terhadap radiasi (Linsebigler, 1995:739).

Banyak semikonduktor logam oksida dan sulfida yang memiliki energi celah yang cukup untuk mengkatalisis reaksi kimia, seperti TiO_2 ($E_g = 3,2$ eV), CdS ($E_g = 2,5$ eV), $SrTiO_3$ ($E_g = 2,0$ eV) dan lain-lain. Besarnya energi celah, posisi pita valensi, pita konduksi dan perbandingan dengan besarnya potensial redoks relatif terhadap hidrogen (potensial hidrogen Nerst) Posisi energi celah pita beberapa semikonduktor dalam larutan pada pH 1 dari beberapa semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 1.

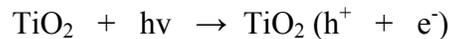


Gambar 1. Posisi energi celah pita beberapa semikonduktor dalam Larutan pada pH 1 (Linsebigler, 1995 : 740).

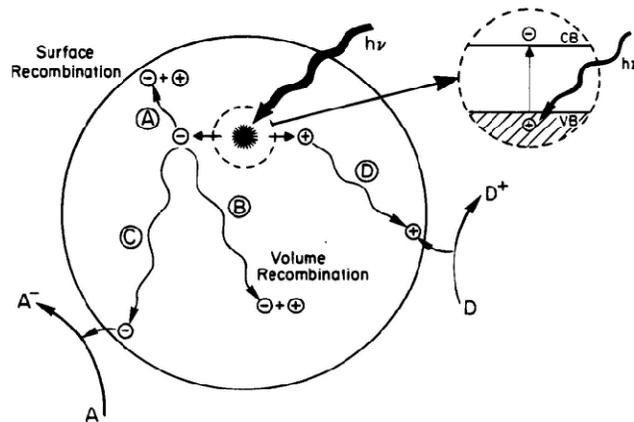
Hampir semua material yang terdapat pada Gambar 3 dapat digunakan dalam reaksi fotokatalitik. Namun beberapa semikonduktor tersebut kurang cocok digunakan sebagai katalis karena sifatnya yang kurang menguntungkan. Semikonduktor logam sulfida bersifat tidak stabil dan mudah mengalami korosi fotoanoda. Besi oksida memiliki energi celah yang terlalu besar dan dapat mengalami korosi fotoanoda. Seng 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, 1995 : 740)

D. Fotokatalis TiO₂

Fotokatalisis TiO₂ telah banyak dipakai untuk mengatasi masalah-masalah lingkungan seperti detoksifikasi udara dan air. Sebagai semikonduktor, TiO₂ mempunyai celah pita (*band gap*) sebesar 3,2 eV yang bila disinari sinar UV berenergi > 3,2 eV atau panjang gelombang < 388 nm akan menghasilkan pasangan elektron (e⁻) dan *hole* (h⁺), seperti pada persamaan berikut.



Mekanisme terbentuknya pasngan elektron-*hole* pada partikel semikonduktor TiO₂ dapat diilustrasikan seperti Gambar 2 di bawah ini.



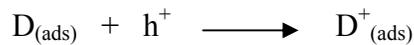
Gambar 2. Skema proses fotoeksitasi dan deeksitasi (Linsebigler, et al., 1995)

Bila partikel TiO₂ disinari UV, maka elektron pada pita valensi (*valence band, VB*) akan mengadsorpsi sinar tersebut dengan energi \geq *band gap* TiO₂. Energi tersebut digunakan untuk berpindah ke pita konduksi (*conduction band, CB*) dan meninggalkan *hole* positif pada VB. Pasangan elektron-*hole* yang terbentuk sebagian

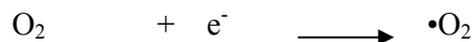
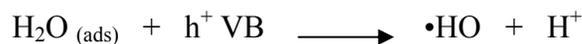
berkombinasi di dalam partikel (jalur B), sebagian lagi berkombinasi di permukaan partikel (jalur A), dan sebagian lagi sampai ke permukaan partikel tanpa mengalami rekombinasi. Reaksi rekombinasi pasangan e^- atau h^+ dapat dilihat pada persamaan berikut ini (Linsebigler, et. al., 1995).



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

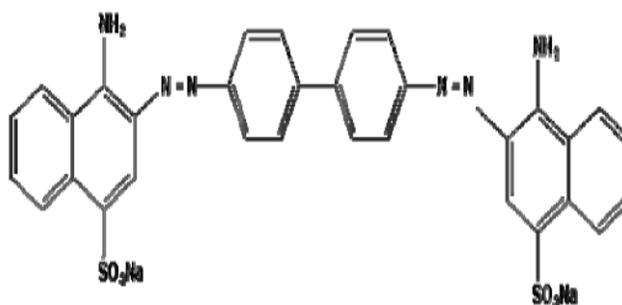


Air teradsorpsi di permukaan TiO_2 dioksidasi oleh *hole* sehingga terbentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil bereaksi dengan molekul-molekul organik dan mendegradasi menjadi CO_2 dan H_2O dan ion-ion halida jika molekul organik mengandung atom-atom halogen. Sedangkan elektron akan bereaksi dengan oksigen dengan membentuk ion superoksida.



E. Zat Warna Congo Red

Congo Red adalah garam sodium dari benzidinediazo-bis-1-naphthilamina-4-sulfonik asam, senyawa ini pertama kali disintesis pada tahun 1883 oleh Paul Bottiger, dengan rumus kimia $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ dan memiliki berat molekul 696,66 g/mol. Zat ini merupakan pewarna *diazo* sekunder. *Congo Red* larut dalam air yang menghasilkan larutan koloid merah.



Gambar 3. Struktur senyawa *Congo Red*
(Tapalad, 2008 :63-68)

Congo Red memiliki sifat *spektrofotometrik* dan aktivitas *fluorescent* yang digunakan sebagai alat diagnosis sensitif untuk amiloidosis. Dalam ilmu biokimia dan histologi, *Congo Red* juga digunakan untuk preparasi noda *mikroskopik*, terutama sebagai noda *eritrosit* dan *sitoplasma*.

Zat warna *Congo Red* merupakan salah satu pewarna azo yang sangat penting, yang memiliki struktur kimia yang kompleks, memiliki berat molekul yang tinggi, dan memiliki kelarutan yang tinggi dalam air. Zat warna ini bersifat perisisten, dan dapat merusak lingkungan (Tapalad, 2008 : 63-68).

F. Proses Degradasi Zat Warna Congo Red

Proses degradasi merupakan suatu proses untuk menyederhanakan atau memecah molekul menjadi bagian-bagian yang lebih kecil. Zat organik terdegradasi baik secara langsung oleh lubang positif (*hole*) maupun tidak langsung oleh radikal hidroksil. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi berantai, sehingga zat organik termineralisasi secara sempurna menjadi CO₂ dan H₂O. Berlangsungnya suatu proses degradasi senyawa organik sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya adalah intensitas sinar UV, jumlah kolom gelas, konsentrasi, laju alir, jumlah pelapisan TiO₂, dan lama penyinaran.

Proses degradasi senyawa organik dengan katalis TiO₂ membutuhkan bantuan sinar UV yang berfungsi untuk mempercepat transformasi kimia. Jika semikonduktor TiO₂ disinari dengan sinar UV yang memiliki intensitas maksimal maka akan mempercepat laju degradasi. Kemudian jumlah kolom gelas yang digunakan sangat mempengaruhi proses degradasi senyawa organik yang mengakibatkan laju degradasi berjalan semakin cepat. Karena semakin banyak jumlah kolom gelas maka luas penampang permukaan katalis yang kontak dengan senyawa organik akan semakin besar, sehingga waktu kontak antara larutan organik dengan katalis semakin lama dan semakin banyak zat organik yang akan terdegradasi. Reaksi degradasi fotokatalitik pada lapis tipis TiO₂ ini merupakan sistem heterogen. Untuk terjadinya proses degradasi, maka molekul-molekul organik harus bermigrasi dan berinteraksi dengan permukaan katalis, kemudian terdifusi ke dalam katalis tersebut. Beberapa studi

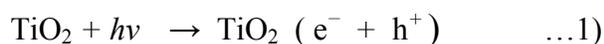
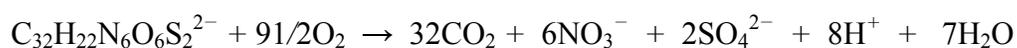
menyatakan bahwa degradasi fotokatalitik dapat terjadi melalui proses absorpsi zat organik ke permukaan katalis. Apabila konsentrasi zat organik dalam larutan itu sangat kecil, maka transfer massa dari larutan ke permukaan katalis akan menjadi sedikit. Hasil serupa juga dikemukakan oleh Cunningham dan alsayed, 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 terabsorpsi ke permukaan katalis dan semakin banyak yang akan terdegradasi. Aktivitas kolom gelas TiO_2 dalam sistem immobilisasi dibatasi oleh transfer massa, yaitu suatu proses dimana molekul-molekul organik bermigrasi dan berinteraksi dengan permukaan katalis. Untuk mendapatkan transfer massa yang optimum dapat dilakukan dengan cara meningkatkan laju alir. Dengan meningkatnya laju alir juga akan meningkatkan laju hilangnya fraksi zat organik dalam larutan. Hal ini dapat dimengerti, karena dengan meningkatkan laju alir maka akan meningkatkan transfer massa. Sehingga dengan meningkatnya transfer massa maka jarak difusi maksimum larutan zat organik dengan permukaan katalis akan semakin dekat, sehingga laju degradasi zat organik dalam larutan semakin cepat.

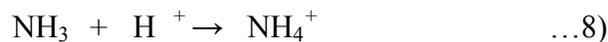
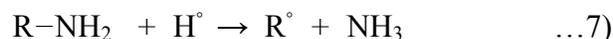
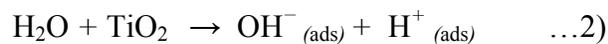
Dalam penelitian ini optimasi kolom gelas TiO_2 untuk mendegradasi zat warna *Congo Red* dilakukan dengan melihat pengaruh jumlah pelapisan sol TiO_2 pada bagian dalam kolom kaca dan melihat pengaruh lama penyinaran. Ketika lapisan film TiO_2 terlalu tipis jumlah foton yang mengenai lapisan tidak semuanya diabsorpsi. Sehingga radikal $\bullet\text{OH}$ yang terbentuk menjadi lebih sedikit. Bila

ketebalan lapisan film TiO₂ ditingkatkan, maka jumlah foton yang terabsorpsi semakin banyak, sehingga radikal •OH yang lebih banyak. Tetapi ketika lapisan film terlalu tebal maka bagian sisi katalis yang kontak dengan bagian larutan zat organik tidak mendapat penetrasi foton yang optimal dan mungkin juga akan terjadi rekombinasi *elektron* dan *hole* sebelum sampai pada permukaan katalis (Dingwang, et. al, 2001). Keadaan ini bisa mengakibatkan penurunan laju degradasi *Congo Red*.

Dalam proses fotokatalisis diperlukan bantuan cahaya untuk melangsungkan atau mempercepat transformasi kimia. Waktu penyinaran yang tidak lama mengakibatkan waktu kontak fotokatalis TiO₂ dengan sinar UV juga tidak lama, maka radikal •OH yang dihasilkan juga sedikit sehingga proses degradasi semakin kecil, tetapi apabila waktu penyinaran semakin lama maka waktu kontak fotokatalis TiO₂ dengan sinar UV juga semakin lama, sehingga menghasilkan radikal •OH yang banyak untuk meningkatkan laju degradasi zat warna *Congo Red* (Wijaya, 2006).

Dalam proses degradasi, senyawa *Congo Red* mengalami proses oksidasi dan lengkap dengan mineralisasi karbon organik menjadi CO₂. Cincin aromatik dari senyawa *Congo Red* secara terus menerus diserang oleh radikal hidroksil. Heteroatom sulfur diubah menjadi ion SO₄²⁻, sedangkan gugus nitrogen juga mengalami mineralisasi kompleks menjadi ion NO₃⁻. Adapun tahap-tahap reaksi dalam fotodegradasi senyawa *Congo Red* ini adalah sebagai berikut.

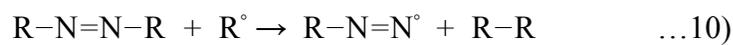




Secara umum mekanisme reaksinya adalah :



Atau :



Kemudian



(Puzenat, 2003)

G. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah sebuah teknik analisis spektroskopi yang memakai radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga Spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif (Sibilia, 1988 ; 24-26). Spektrofotometer digunakan untuk

mengukur energi secara relatif, jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang.

Identifikasi dengan spektroskopi ultraviolet bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan rangkap terkonjugasi yang terdapat dalam suatu molekul. Daerah panjang gelombang dari spektrum ultraviolet berkisar antara 200-400 nm. Spektrum ultraviolet dari senyawa organik berhubungan dengan transisi elektron dari tingkat energi yang lebih rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi. Transisi umumnya terjadi antara orbital ikatan atau orbital pasangan elektron sunyi (n) dengan orbital anti ikatan yang tak terisi elektron (Sastrohamidjoyo, 1991:11).

Pada senyawa *Congo Red* transisi elektron dapat terjadi dari σ ke σ^* , dari π ke π^* , dan dari n ke π^* . Menurut Fessenden (1990:440) daerah yang paling berguna dari spektrum UV adalah daerah dengan panjang gelombang di atas 200 nm yaitu daerah transisi π ke π^* untuk senyawa dengan ikatan rangkap terkonjugasi serta beberapa transisi n ke σ^* dan n ke π^* . Penyerapan senyawa *Congo Red* berada pada panjang gelombang Visibel sekitar 400-750 nm.

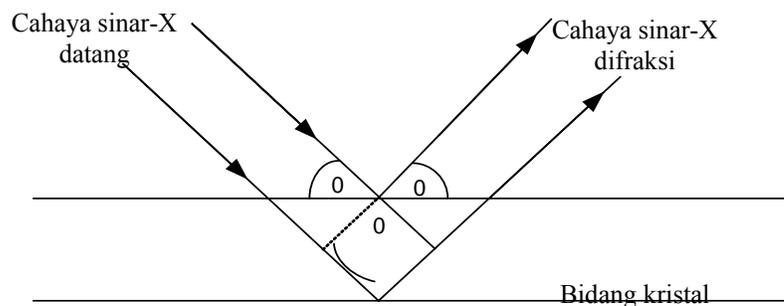
H. Karakterisasi Katalis TiO₂ Degussa P-25

1. Difraksi sinar-X

Sibilia (1988 : 115) menyatakan bahwa difraktometer sinar-X adalah suatu alat yang dapat digunakan untuk melihat difraktogram (pola difraksi sinar-X) suatu padatan kristal. Suatu kristal memiliki bidang yang dibentuk oleh atom-atom

yang tertata secara teratur. Sinar-X yang mengenai bidang kristal akan didifraksikan dengan sudut tertentu sehingga memiliki jarak antar bidang (d) dan sudut difraksi tertentu (2θ). Hubungan antara panjang gelombang sinar-X (λ) pada bidang kristal dengan jarak antara bidang (d) dan sudut difraksi (θ), tingkat difraksi (n), bisa dijelaskan oleh gambar berikut.

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



Gambar 4. Difraksi sinar X (West,.: 1989)

The Joint Committee on Powder Diffraction Standards telah mempublikasikan pola difraksi bubuk lebih kurang 50.000 senyawa. Senyawa yang tidak dikenal diidentifikasi dengan membandingkan jarak interplanar dengan intensitas pola bubuk untuk pola dalam *file* difraksi bubuk. Jika data *fluorescence* sinar-X mendeskripsikan komposisi unsur yang ditambahkan, jumlah pola bisa direduksi. Pencarian sistematis dengan komputer biasanya berperan untuk identifikasi selama satu jam.

Karakterisasi dengan difraksi sinar-X dilakukan untuk mendapatkan informasi struktur Kristal TiO₂ Degussa P-25 yang digunakan. Selain itu juga untuk mengetahui derajat kristalinitas dengan mengetahui intensitas pola difraksi

sampel. Apabila pola difraksi sampel cukup tinggi menandakan TiO_2 mempunyai derajat kristalinitas yang baik, maka proses difusi elektron pada TiO_2 akan lebih cepat.

Hasil analisis difraksi sinar-X memberikan informasi berupa puncak-puncak pengukuran. Dari puncak-puncak yang didapat memberikan informasi berupa sudut 2θ . Sudut 2θ ini kemudian dibandingkan dengan kartu interpretasi data (ASTM).

2. Scanning Electron Microscope SEM/EDX

Sibilia (1988:142) mengungkapkan bahwa SEM digunakan untuk menyelidiki atau mengungkapkan topografi benda padat. Resolusi dari SEM ini adalah 3 nm, kira-kira dua kali lebih besar daripada mikroskop optikal dan satu kali lebih kecil daripada mikroskop transmisi elektron sehingga SEM memiliki perbedaan antara dua teknik lainnya.

Prinsip dari SEM ini ialah elektron mengisi areal kosong yang difokuskan dengan lensa elektromagnetik pada permukaan bahan. Spesies disinkronkan dengan tabung sinar katoda yang ditunjukkan atau ditampilkan pada layar, ketidakelastisan emisi elektron terpencar-pencar dari permukaan sampel dan bersatu dengan gemerlapan dari signal yang digunakan untuk mengatur kecemerlangan dari tabung sinar katoda. Kamera memberikan catatan gambar yang akan ditampilkan pada layar skematik (bagan) dari SEM.

Tujuan dari SEM adalah untuk melihat penyebaran TiO_2 yang diimmobilisasikan pada kolom kaca apakah rata atau tidaknya. EDX (*Energy*

Disvertive X-Ray) digunakan untuk menentukan atau memberikan informasi komposisi element TiO_2 . Prinsip EDX adalah Identifikasi fasa yang diperoleh dengan analisis difraksi elektron (Silibia, 1988 : 152). Sampel ditembak dengan sejumlah elektron, maka elektron pada sampel tersebut akan mengalami eksitasi, ketika elektron tersebut kembali kekeadaan dasar maka dia akan memancarkan sinar-X. Sinar ini yang digunakan untuk mengidentifikasi komposisi elemen TiO_2 .

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah :

1. Pada penelitian ini telah didapat lama penyinaran optimum degradasi zat warna *diazo Congo Red* pada kolom gelas TiO₂ adalah 60 menit.
2. Pada penelitian ini telah didapat jumlah pelapisan optimum degradasi zat warna *diazo Congo Red* pada kolom gelas TiO₂ adalah pada jumlah pelapisan 10 kali.

B. Saran

Adapun saran dalam penelitian ini adalah :

1. Disarankan dalam pembuatan sol TiO₂, suhu yang digunakan harus mencapai 80 °C karena sangat mempengaruhi rata atau tidaknya pelapisan.
2. Disarankan pada penimbangan kolom gelas tidak pada ruangan terbuka.
3. Disarankan sosialisasi pada industri tekstil tentang proses pendegradasian menggunakan fotokatalis TiO₂, sehingga limbah zat warna yang dihasilkan dapat dimineralisasi menjadi zat yang ramah lingkungan.

DAFTAR PUSTAKA

- Chen Dingwang, Li Fengmei, and Ray A.K. 2001. *External and Internal Mass Transfer Effect on Photocatalytic Degradation*. *Catalysis Today* 66 (475-485).
- Fessenden and Fessenden. 1986. *kimia Organik*, Edisi Ketiga, Jilid 2. Jakarta: Erlangga
- Fujishima, A., Hashimoto, and T. Watanabe. 1999. *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications*, BKC, Inc . Japan.
- Juang, Shin. 2007. *Photocatalytic Degradation of Phenol in Aqueous Solution by Pre-doped TiO₂ Nanoparticles*. Departemen of Chemical Engineering and Material Science, Yuan Ze University. Taiwan.
- Kamat, P. V. 1993. *Photochemistry on Nonreactive and Reactive (Semiconductor Surfaces)*. *Chem.Rev*, 93(267300). (<http://www.nd.edu/pkamat/mostened.html>, diakses tanggal 9 Desember 2009)
- Kisworo, Lina Riskiyanti. 2007. *Degradasi Zat Warna Tekstil Congo Red Secara Fotokatalitik Dengan teknik Lapis Tipis TiO₂ Degussa P-25 Pada Kolom Gelas*. Surabaya. Perpustakaan Universitas Airlangga
- Linsebigler, A. L., Lu Guangguan and Yates Jr, T. 1995. *Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selection Result*, *Chem,Rev.*, 95, 735-758.
- Loaoufi, N.A. 2008. *The Degradation of Phenol in Water Wolution by TiO₂ Photocatalysis in a Helical Reactor*. *Global nest journal* Vol 10, 405-406 No. 3 departement de cryogenie et de genie chimique (diakses 30 November 2010)
- Matsunaga. T., R. Tomoda, t. Nakajima, N. Nakamura, T. Komine. 1998. *Continous Sterilization Systemthat Uses Photosemiconductor Powders*. *Appl. Env. Microbiology*. 54: 1330-1333.
- Puzenat,E. H. Lachheb, M. Karkmaz, A. Houas, C. Guillard, and J. M. Herrmann. 2003 *Fate of Nitrogen Atoms in the Photocatalytic Degradation of Industrial (Congo-Red) and Alimentary (Amaranth) Azo Dyes. Evidence for Mineralization into gaseous Dinitrogen*. ENIG. Tunisia
- Rappe, C. 1976. *Use Of Clorophenol As Fungidies In Sawmills*. (71-81)