

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM LAMA PENYINARAN DAN JUMLAH
KOLOM GELAS PADA REAKTOR FOTOKATALITIK TiO_2 UNTUK
MENDEGRADASI ZAT WARNA METIL ORANGE**

SKRIPSI

*Diajukan Kepada Tim Penguji Skripsi Jurusan kimia
Sebagai Salah Satu Persyaratan Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Sains*



Oleh:
ADE ARASID
73297/2006

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

PENGESAHAN SKRIPSI

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Judul : Penentuan Kondisi Optimum Lama Penyinaran dan Jumlah Kolom Gelas Pada Reaktor Fotokatalitik TiO_2 Untuk Mendegradasi Zat warna Metil Orange

Nama : Ade Arasid

NIM : 73297

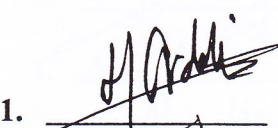
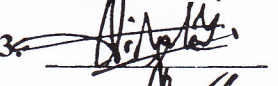
Program Studi : Kimia

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 1 Februari 2011

Tim Penguji

Nama	Tanda Tangan
1. Ketua : Dr. Hardeli, M.Si	1. 
2. Sekretaris: Drs. Bahrizal, M.Si	2. 
3. Anggota : Dra. Da'mah Agus	3. 
4. Anggota : Dra. Bayharti, M.Sc	4. 
5. Anggota : Yerimadesi, S.Pd, M.Si	5. 

PERSETUJUAN SKRIPSI

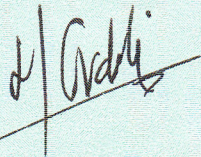
PENENTUAN KONDISI OPTIMUM LAMA PENYINARAN DAN JUMLAH KOLOM GELAS PADA REAKTOR FOTOKATALITIK TiO_2 UNTUK MENDEGRADASI ZAT WARNA METIL ORANGE

Nama : Ade Arasid
NIM : 73297
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 1 Februari 2011

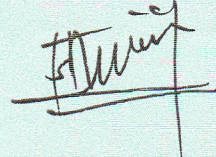
Disetujui oleh :

Pembimbing I



Dr. Hardeli, M.Si
NIP. 19640113 199103 1 001

Pembimbing II



Drs. Bahrizal, M.Si
NIP. 19551231 198903 1 002

ABSTRAK

Ade Arasid, 2011 : Penentuan Kondisi Optimum Lama Penyinaran dan Jumlah Kolom Gelas Pada Reaktor Fotokatalitik TiO₂ Untuk Mendegradasi Zat Warna Metil Orange

Pencemaran lingkungan perairan oleh senyawa organik berwarna dapat berasal dari limbah industri maupun limbah laboratorium. Salah satu senyawa organik berwarna yang terdapat dalam limbah tersebut adalah metil orange yang bersifat toksik. Dalam dunia industri, metil orange digunakan sebagai zat pewarna tekstil, sementara itu di laboratorium metil orange digunakan sebagai indikator pada titrasi basa lemah dengan asam kuat. Penanganan limbah merupakan suatu keharusan, guna menjaga kesehatan lingkungan dan manusia. Salah satu cara untuk mengolah metil orange menjadi ramah lingkungan adalah metode fotokatalis dengan melapiskan TiO₂ pada tabung kaca pada reaktor fotokatalitik. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan mengetahui kondisi optimum lama penyinaran dan jumlah kolom gelas yang digunakan untuk mendegradasi zat warna Metil Orange pada reaktor fotokatalitik TiO₂. Penelitian ini adalah termasuk penelitian eksperimen yang dilakukan dengan menggunakan Rancangan Acak lengkap (RAL) dengan dua variabel yaitu variabel pertama adalah lama penyinaran, dengan 5 variasi waktu (1, 2, 3, 4 dan 5 jam). variabel kedua adalah jumlah kolom gelas yang digunakan pada reaktor fotokatalitik TiO₂ dengan 5 variasi kolom gelas (3, 5, 7, 9 dan 11 buah). Dalam penelitian ini digunakan sinar UV yang berasal dari cahaya matahari dan fotokatalis yang digunakan adalah TiO₂ Degussa P-25. Metil orange yang telah didegradasi dianalisa dengan Spektrofotometer UV-Vis. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa kondisi yang paling baik untuk mendegradasi zat warna metil orange dicapai pada jumlah kolom gelas 9 buah dan lama penyinaran selama 1 jam. Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan TiO₂ Degussa P-25 merupakan campuran *anatase* dan *rutile*. Karakterisasi dengan SEM menunjukkan pada pembesaran 20.000 kali struktur nanopori telah terlihat.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul *”Penentuan Kondisi Optimum Lama Penyinaran dan Jumlah Kolom Gelas Pada Reaktor Fotokatalitik TiO₂ Untuk Mendegradasi Zat Warna Metil Orange ”*.

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

1. Bapak Dr. Hardeli, M.Si., selaku pembimbing I.
2. Bapak Drs.Bahrizal,M.Si, selaku pembimbing II sekaligus penasehat akademik (PA).
3. Ibu Dra. Da'mah Agus, Ibu Dra.Hj.Bayharti,M.Sc. dan Ibu Yerimadesi, S.Pd, M.Si sebagai Dosen penguji.
4. Bapak Drs. Zul Afkar, M.S sebagai Ketua Jurusan Kimia.
5. Bapak Drs. Nazir K.S., M.Pd., M.Si sebagai Ketua Program Studi Kimia Jurusan Kimia FMIPA UNP.
6. Operator SEM di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Laut (P3GL) Bandung dan operator karakterisasi XRD di Universitas Islam Syarif Hidayatullah Jakarta.
7. Karyawan dan Laboran Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.

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

Dengan bantuan semua pihak tugas akhir ini dapat penulis selesaikan, semoga segala bantuan, dorongan dan pengorbanan yang telah diberikan menjadi amal ibadah dan dibalas oleh Allah SWT, Amin. Akhirnya penulis mengharapkan 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	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
 BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	4
C. Batasan Masalah	4
D. Tujuan penelitian.....	5
E. Manfaat penelitian	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Reaktor Fotokatalitik TiO ₂	6
B. Kondisi Optimum	7
C. Metil Orange.....	8
D. Fotokatalis	
1. Pengertian Fotokatalis.....	9
2. Prinsip Dasar Fotokatalitik.....	10
3. Fotokatalis TiO ₂	12
E. Degradasi Senyawa Organik.....	14
F. Spektrofotometer UV-Vis.....	17
G. Karakterisasi Fotokatalis TiO ₂	
1. Difraksi Sinar X.	18
2. SEM (Scanning Electron Microscope).....	19

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian	21
B. Objek Penelitian	21
C. Variabel Penelitian	21
D. Rancangan Penelitian	21
E. Alat dan Bahan	22
F. Prosedur Penelitian	23

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pengukuran Dengan Spektrofotometer UV – Vis	26
B. Karakterisasi Katalis TiO ₂ Degussa P – 25.....	33

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	41
B. Saran	41

DAFTAR PUSTAKA	42
-----------------------------	----

LAMPIRAN	43
-----------------------	----

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pesatnya perkembangan sektor industri, selain memberikan berbagai kemudahan bagi manusia, misalnya: efisiensi waktu, tenaga, dan biaya, ternyata juga telah memberikan dampak negatif bagi kehidupan manusia itu sendiri, misalnya pencemaran air oleh senyawa-senyawa organik berwarna ataupun ion-ion logam berat. Pencemaran lingkungan perairan oleh senyawa organik berwarna dapat berasal dari limbah industri maupun limbah laboratorium. Salah satu senyawa organik berwarna yang terdapat dalam limbah tersebut adalah metil orange yang bersifat toksik. Dalam dunia industri, metil orange digunakan sebagai zat pewarna tekstil, sementara itu di laboratorium metil orange digunakan sebagai indikator pada titrasi basa lemah dengan asam kuat. (Dhamayanti, 2005)

Upaya penanganan masalah pencemaran lingkungan telah dilakukan dengan berbagai cara. Mulai dari metoda konvensional, misalnya adsorpsi menggunakan karbon aktif atau zeolit hingga metoda mutakhir, misalnya; biodegradasi, klorinasi, ozonisasi, radiasi pengion, ataupun teknologi plasma. Namun metoda itu masing-masing memiliki kelemahan. Metoda konvensional tidak cukup efektif mendegradasi zat pencemar lingkungan, sedangkan metoda mutakhir tidak cukup efisien karena memerlukan biaya yang relatif tinggi. Pada akhirnya penggunaan semikonduktor fotokatalis diharapkan dapat menjadi alternatif. Keunggulan penggunaan semikonduktor

fotokatalis diantaranya adalah dapat melakukan mineralisasi total terhadap polutan organik, biaya murah, proses relatif cepat, tidak beracun dan punya kemampuan penggunaan jangka panjang.(Dhamayanti, 2005)

Pada proses fotokatalitik, ketika semikonduktor TiO_2 mengadsorpsi sinar UV ($\leq 380 \text{ nm}$) 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).

Dari sisi konfigurasi katalis, ada dua metoda yang digunakan untuk fotoreaktor pengolahan limbah, yaitu katalis TiO_2 dalam sistem suspensi dan katalis TiO_2 dalam sistem immobilisasi. Sistem suspensi mempunyai efisiensi yang lebih tinggi dibanding sistem immobilisasi. Hal ini disebabkan oleh tidak terbatasnya transfer massa dalam sistem suspensi. Akan tetapi aplikasi TiO_2 sistem suspensi secara komersial kurang menguntungkan, karena sistem ini mempunyai kelemahan, yaitu pemisahan partikel TiO_2 terjadi sangat lambat, prosesnya memerlukan biaya dan daya tembus sinar UV sangat terbatas karena absorpsi yang sangat kuat oleh TiO_2 dan spesies organik yang terlarut. Masalah tersebut dapat diatasi dengan menggunakan katalis yang

diimmobilisasikan. Dengan sistem immobilisasi, sebuah fotoreaktor dapat dirancang dimana semua permukaan katalis dapat dikenai oleh radiasi UV. Kelemahan sistem immobilisasi adalah terbatasnya proses transfer massa (Hardeli, 2009)

Usaha untuk mengatasi kelemahan-kelemahan di atas adalah dengan mengembangkan sebuah sistem reaktor fotokatalitik mengalir dengan TiO_2 yang dilapiskan pada bagian dalam kolom gelas, dimana jumlah kolom gelas yang digunakan bervariasi, yang diharapkan dapat mengatasi keterbatasan kemampuan penetrasi foton pada permukaan katalis dan keterbatasan transfer massa, sehingga dapat digunakan untuk keperluan degradasi zat warna metil orange.

Degradasi metil orange dengan reaktor fotokatalitik TiO_2 dipengaruhi oleh lama penyinaran, dimana semakin lama penyinaran maka waktu kontak antara metil orange dengan fotokatalis TiO_2 semakin lama sehingga radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) yang terbentuk pada permukaan katalis TiO_2 semakin banyak, hal ini akan meningkatkan efektivitas proses fotodegradasi dari metil orange. Selain lama penyinaran, degradasi metil orange dengan reaktor fotokatalitik TiO_2 juga dipengaruhi oleh jumlah kolom gelas yang digunakan, dimana jumlah kolom gelas mempengaruhi banyaknya metil orange yang kontak dengan fotokatalis TiO_2 yang menyebabkan semakin banyak metil orange yang kontak dengan TiO_2 maka proses degradasi akan meningkat (Fujishima, 1999).

Berdasarkan uraian tersebut, maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian yang berjudul **"Penentuan Kondisi Optimum Lama Penyinaran dan Jumlah Kolom Gelas Pada Reaktor Fotokatalitik TiO_2 Untuk Mendegradasi Zat Warna Metil Orange."**

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah Berapakah kondisi optimum lama penyinaran dan jumlah kolom gelas yang digunakan untuk mendegradasi zat warna Metil Orange ?

C. Batasan Masalah

Dari perumusan masalah di atas, maka ruang lingkup penelitian ini di batasi pada:

1. Variasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah jumlah kolom gelas dan lama penyinaran..
2. TiO_2 yang digunakan adalah TiO_2 Degussa P-25.
3. Reaktor yang digunakan berupa reaktor fotokatalitik TiO_2 yang terdiri dari 11 buah kolom gelas yang dilapisi dengan film TiO_2 .
4. Sumber sinar UV yang digunakan berasal dari cahaya matahari.

D. Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan mengetahui kondisi optimum lama penyinaran dan jumlah kolom gelas yang digunakan untuk mendegradasi zat warna Metil Orange pada reaktor fotokatalitik TiO_2 .

E. Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumbangan bagi ilmu pengetahuan, dan dapat memberikan cara alternatif untuk menanggulangi limbah organik yang ramah lingkungan.

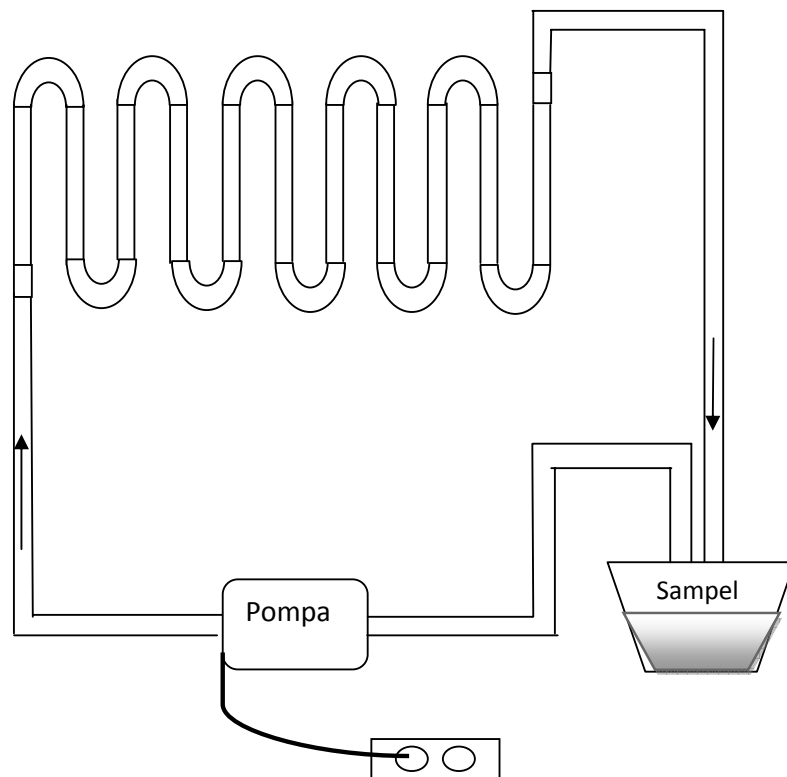
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Reaktor Fotokatalitik TiO₂

Saat ini TiO₂ lebih sering digunakan dalam aplikasi fotokatalisis khususnya pengolahan limbah, 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 reaktor. Dengan reaktor yang sesuai maka kontak antara limbah, katalis, dan energi foton akan optimal, kontak lebih bagus, penyebaran cahaya yang merata, dan penguapan yang kecil (Slamet, 2003).

Reaktor fotokatalitik TiO₂ merupakan sebuah alat yang digunakan untuk mendegradasi limbah menjadi ramah lingkungan. Satu unit rangkaian reaktor fotokatalik TiO₂ terdiri dari kolom gelas (diameter $\pm$ 2 cm dan panjang $\pm$ 60 cm) yang disusun seri. Pada bagian dalam dinding setiap kolom gelas tersebut diimobilisasikan lapisan tipis TiO₂. Lalu disusun melingkar dihubungkan dengan selang plastik dan diletakkan di atas sebuah kerangka besi / kayu yang telah dilapisi dengan aluminium foil. Larutan sampel disirkulasikan dari reservoir melalui kolom gelas dengan menggunakan pompa sirkulasi.



Gambar 1. Skema reaktor fotokatalitik

B. Kondisi Optimum Lama Penyinaran dan Jumlah Kolom Gelas

Kondisi optimum adalah suatu keadaan yang tepat dalam sebuah kerja yang maksimal, sehingga akan diperoleh pula hasil yang maksimal. Untuk memperoleh kondisi yang optimum pada reaktor fotokatalitik, dapat dilakukan dengan variasi jumlah kolom gelas dan variasi lama penyinaran.

Dalam proses metode fotokatalisis diperlukan bantuan cahaya untuk melangsungkan atau mempercepat transformasi kimia. Penentuan kondisi optimum lama penyinaran berguna untuk mencari waktu dimana terjadi pendegradasian paling banyak.

Pengaruh dari semakin lama penyinaran adalah semakin lama pula waktu kontak metil orange dengan katalis dan semakin banyak pula foton dan metil orange yang teradsorpsi di permukaan TiO_2 . Sehingga dapat meningkatkan pembentukan *elektron* dan *hole* untuk memproduksi radikal hidroksil. Dengan banyaknya radikal hidroksil yang bereaksi dengan metil orange, maka proses degradasi akan semakin meningkat (Hardeli, 2009)

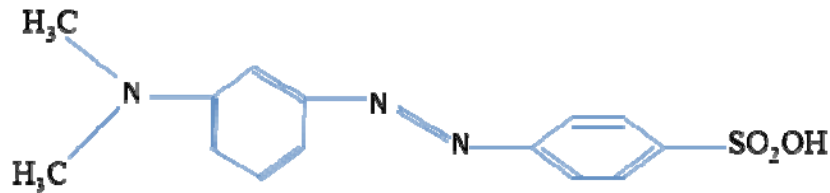
Aktivitas fotokatalitik TiO_2 dengan reaktor mengalir dipengaruhi juga oleh jumlah kolom gelas yang digunakan. Penentuan kondisi optimum jumlah kolom gelas berguna untuk mencari jumlah kolom gelas dimana terjadi pendegradasian paling banyak.

Dari variasi jumlah kolom gelas dapat diketahui bahwa jumlah kolom gelas berpengaruh terhadap banyak nya metil orange yang kontak dengan TiO_2 dan cahaya matahari, sehingga semakin banyak metil orange yang kontak dengan TiO_2 maka degradasi dari metil orange juga semakin meningkat. (Fujishima, 1999).

C. Metil Orange

Zat warna azo adalah senyawa yang paling banyak terdapat dalam limbah tekstil, yaitu sekitar 60% - 70%. Senyawa azo memiliki struktur umum $\text{R}-\text{N}=\text{N}-\text{R}'$, dengan R dan R' adalah rantai organik yang sama atau berbeda. Senyawa ini memiliki gugus $-\text{N}=\text{N}-$ yang dinamakan struktur azo (Marjanto, 2007).

Nama azo berasal dari kata azote, merupakan penamaan untuk nitrogen bermula dari bahasa Yunani α (bukan) + *zoe* (hidup). Salah satu contoh senyawa azo adalah metil orange.



Gambar 2. Metil Orange (Marjanto, 2007)

Zat warna azo ini merupakan zat warna tekstil yang merupakan salah satu pencemar organik yang bersifat *non biodegradable*. Apabila senyawa azo ini terlalu lama berada di lingkungan, akan menjadi sumber penyakit karena sifatnya yang karsinogenik dan mutagenik (Marjanto, 2007).

D. Fotokatalis

1. Pengertian Fotokatalis.

Fotokatalis merupakan gabungan dari proses fotokimia dan katalis. Dalam hal ini diperlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat suatu transformasi kimia. Katalis pada proses ini lebih khas disebut fotokatalis dan memiliki kemampuan untuk menyerap foton, dan umumnya dimiliki oleh bahan-bahan semikonduktor. Fotokatalis merupakan suatu proses kimia yang mempercepat suatu transformasi kimia yang memiliki kemampuan untuk menyerap foton (Linsebigler, 1995).

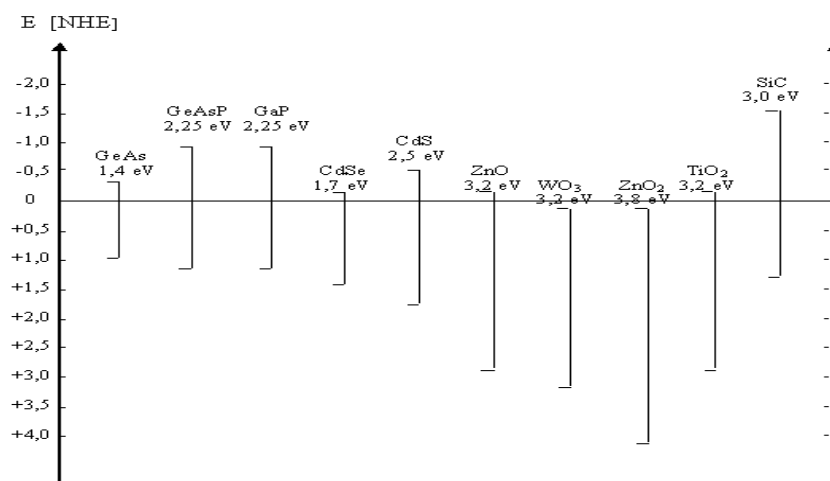
Fotokatalis dibagi menjadi dua macam, yaitu fotokatalis homogen dan fotokatalis heterogen. Fotokatalis homogen adalah proses fotokatalis dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalis heterogen merupakan suatu teknologi yang didasarkan pada radiasi fotokatalis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

2. Prinsip Dasar Fotokatalitik

Proses fotokatalitik heterogen secara umum dapat didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Sistem fotokatalis heterogen yang terdiri dari partikel semikonduktor (fotokatalis) yang kontak dengan medium gas atau cair. Penyinaran katalis dengan cahaya UV akan menimbulkan keadaan tereksitasi yang bisa memulai proses lanjutan seperti reaksi redoks dan transformasi molekular (Gunlazuardi, 2001).

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

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



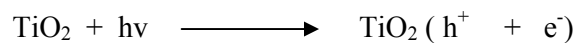
Gambar 3. Posisi energi celah pita beberapa semikonduktor dalam larutan pH 1 (Linsebigler, 1995).

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 tidak stabil dan mudah mengalami korosi fotoanoda. Besi oksida memiliki energi celah

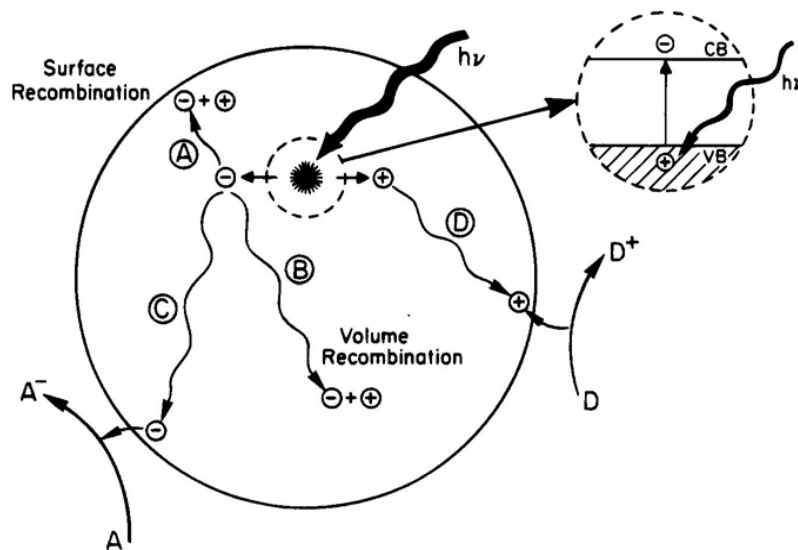
yang terlalu besar dan dapat mengalami korosi fotokatoda. Seng oksida tidak stabil secara kimia karena mudah larut dalam air membentuk Zn(OH)_2 pada permukaan partikel, sehingga pemakaian dalam waktu lama menyebabkan inaktivasi katalis. Semikonduktor TiO_2 merupakan katalis yang paling sesuai untuk proses fotokatalitik karena TiO_2 bersifat inert secara biologi, stabil terhadap fotokorosi dan korosi kimia dan harganya lebih murah (Linsebigler, 1995).

3. Fotokatalis TiO_2

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

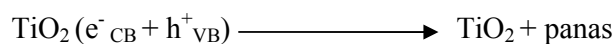


Mekanisme terbentuknya pasangan elektron-hole pada partikel semikonduktor TiO_2 dapat dilihat pada gambar dibawah ini:



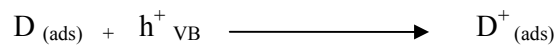
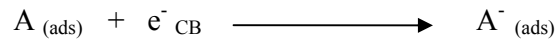
Gambar 4. Skema proses fotoeksitasi dan deeksitasi (Linsebigler, 1995).

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

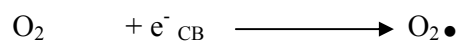
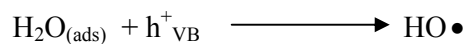
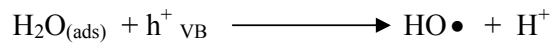


Elektron yang sampai kepermukaan partikel (jalur C) akan mendominasi dirinya kepada molekul teradsorpsi di permukaan (molekul yang teradsorpsi), sedangkan *hole* yang sampai ke permukaan (jalur D)

akan menarik elektron dari molekul yang ada di permukaan partikel (mengoksidasi molekul tersebut)



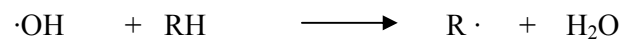
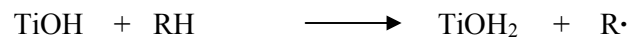
Air yang teradsorpsi di permukaan TiO_2 dioksidasi oleh *hole* sehingga terbentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil bereaksi dengan molekul-molekul organik dan mendegradasinya menjadi CO_2 dan H_2O dan ion-ion halida jika molekul organik mengandung atom-atom halogen. Sedangkan elektron akan bereaksi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



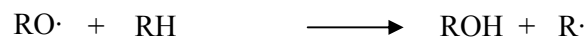
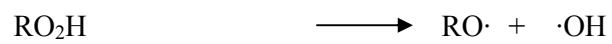
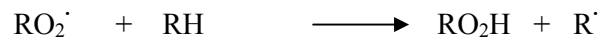
E. Degradasi senyawa organik

Senyawa organik terdegradasi oleh *hole* (lubang positif) bila memakai pelarut organik. Bila memakai pelarut air maka degradasi disebabkan secara langsung oleh *hole* dan secara tidak langsung oleh radikal hidroksil. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi berantai, sehingga zat organik termineralisasi secara sempurna menjadi CO_2 dan H_2O . Mekanisme reaksi terjadi sebagai berikut :

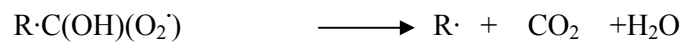
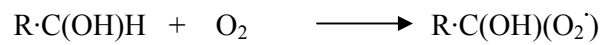
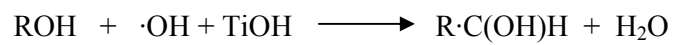
Reaksi inisiasi



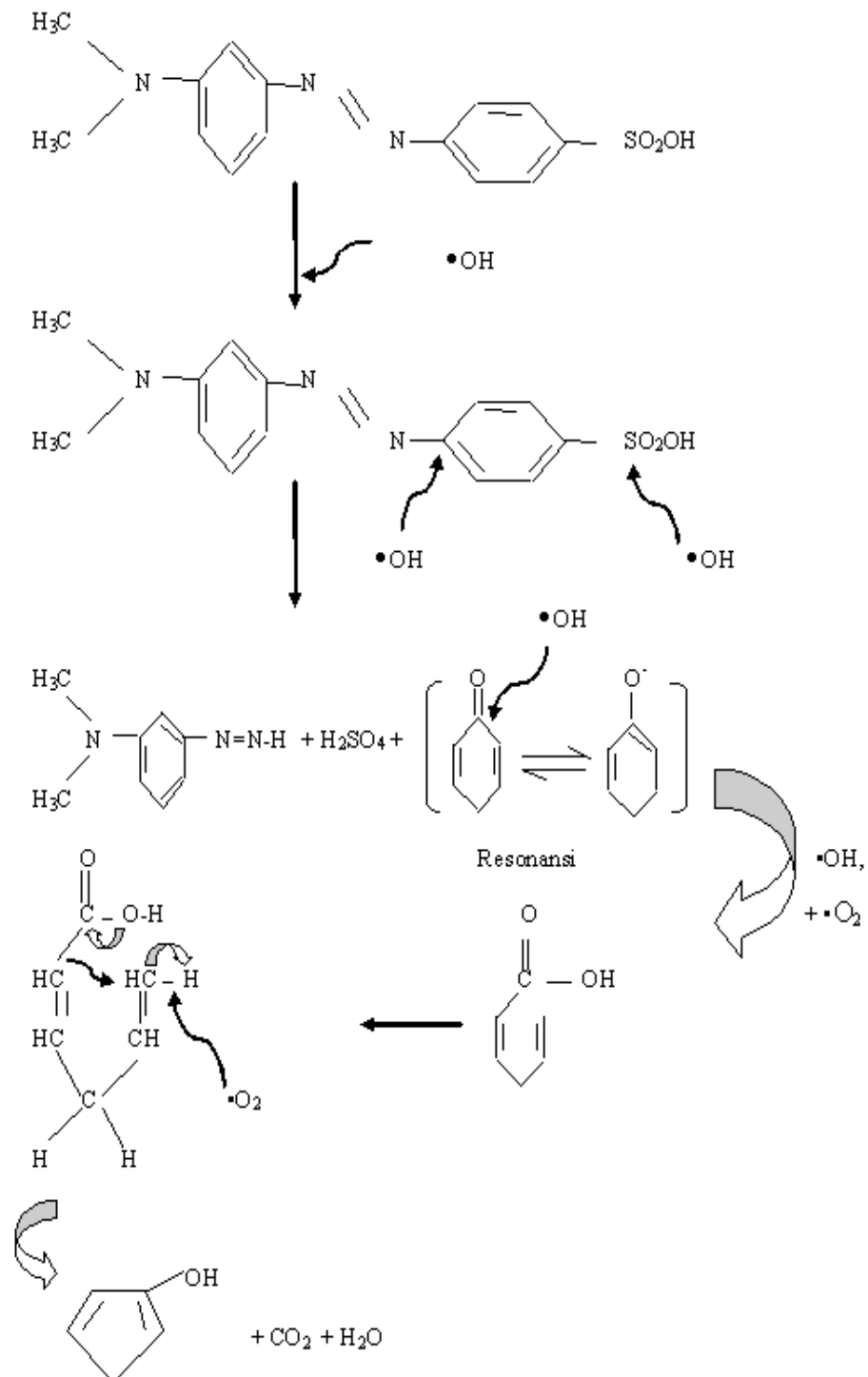
Reaksi propagasi



Pemutusan ikatan C-C



(fessenden, 1986)



Gambar 5 : Mekanisme degradasi metil orange (Marjanto, 2007)

F. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer 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 Spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi secara relative jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau di emisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang (Sibilia, 1988).

Identifikasi dengan spektroskopi ultra violet bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan rangkap terkonjugasi yang terdapat dalam suatu molekul. Spektrum UV-Vis 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).

Pada metil orange transisi elektron dapat terjadi dari σ ke σ^* , dari n ke n^* , dan dari n ke π^* , metil orange diukur pada panjang gelombang visible yaitu 380 – 750 nm. Menurut Fessenden (1986) daerah yang paling berguna dari spektrum UV adalah daerah dengan panjang gelombang di atas 200 nm yaitu daerah transisi n ke π^* untuk senyawa dengan ikatan rangkap terkonjugasi serta beberapa transisi n ke σ^* dan n ke n^* .

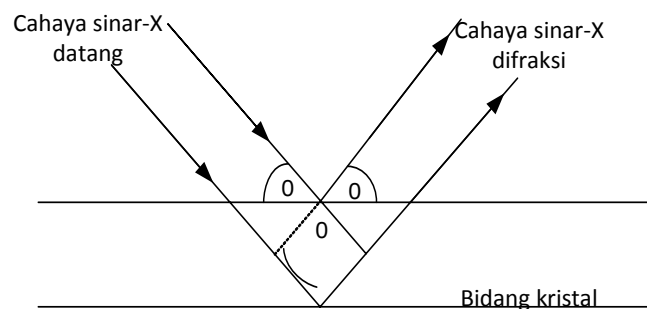
G. Karakterisasi Fotokatalis TiO₂

Karakterisasi katalis dilakukan untuk mengetahui data spesifik dari katalis TiO₂ yang terbentuk. Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah SEM/EDX, dan XRD.

1. Difraksi Sinar X

Sibilia, (1988) menyatakan bahwa difraktometer sinar-X adalah suatu alat yang dapat digunakan untuk melihat difraktogram (pola difraksi sinar-X) suatu padatan kristal yang bila diberi sinar-X. Suatu kristal memiliki bidang yang dibentuk oleh atom-atom yang tertata secara teratur. Sinar-X yang mengenai bidang tersebut akan didifraksikan dengan sudut tertentu memiliki jarak antar bidang tertentu (d) dan sudut difraksi tertentu (2θ). Hubungan antar panjang gelombang sinar-X (λ) pada bidang kristal dengan jarak antar bidang (d) dan sudut difraksi (θ), tingkat difraksi (n), proses yang terjadi dijelaskan oleh gambar berikut:

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



Gambar 6. 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 dan 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 TiO_2 Degussa P25 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 di 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)

Sibilia, (1988) mengungkapkan bahwa SEM digunakan untuk menyelidiki atau mengungkapkan topografi benda padat. Alat ini jauh lebih unggul dari pada mikroskopi transmisi elektron atau optikal. 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 adalah 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 terpecar-pencar dari permukaan sampel dan bersatu dengan gemerlapan dari signal yang digunakan untuk mengatur kecemerlangan dari tabung sinar katoda. Kamera memberikan catatan image yang akan ditampilkan pada layar skematik dari SEM.

Tujuan dari SEM adalah untuk melihat penyebaran TiO_2 yang diimmobilisasikan pada kolom kaca apakah rata atau tidaknya. EDX (Energy Dispersive X-Ray) digunakan untuk menentukan atau memberikan informasi komposisi elemen di permukaan film TiO_2 . Prinsip EDX adalah Identifikasi fasa yang diperoleh dengan analisis difraksi elektro. Sampel ditembak dengan sejumlah elektron maka elektron pada sampel tersebut akan mengalami eksitasi, ketika elektron tersebut kembali ke keadaan dasar maka dia akan memancarkan sinar X. Sinar ini yang digunakan untuk mengidentifikasi komposisi elemen TiO_2 (Sibilia, 1988)

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan yaitu:

1. Pada penelitian ini telah didapatkan degradasi metil orange paling baik adalah pada jumlah kolom gelas 11 buah.
2. lama penyinaran yang paling baik untuk mendegradasi zat warna metil orange adalah selama 1 jam.

B. Saran

Adapun saran yang dapat diberikan dalam penelitian ini adalah :

1. Proses degradasi dilakukan pada saat cuaca cerah, karena cahaya matahari sangat mempengaruhi proses degradasi
2. Disarankan sosialisasi pada industri agar menggunakan reaktor fotokatalitik TiO_2 dalam proses pengolahan limbahnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Dhamayanti, Yuni.dkk. 2005. *Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fe_2O_3 .Montmorillonit Dan Sinar Ultraviolet*. Jogjakarta, Universitas Gajah Mada.
- Fessenden and fessenden. 1986. *Kimia Organik, Edisi ketiga*, jilid 2.jakarta : Erlangga
- Fujishima, A., Hashimoto, and T. watanabe. *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Application*, BKC, Inc. Japan.1999.
- Hardeli dan Andromeda. 2009. *Aplikasi Fotokatalitik TiO₂ untuk Degradasi Asam lemak*. Padang.
- Hardeli dan Deskiberi. 2009. *Kajian Degradasi Minyak pada Fotokatalis TiO₂*. Padang
- Hoffmann, M. R, et al. 1995. *Environmental Applications of semiconductor Photocatalysis*, Chem. Rev. Vol. 95,69-96
- Linsebigler, A. L., Lu Guangguan and Yates Jr, J.T., *photocatalysis on TiO₂ surface : Principles, Mechanisms, and selection Result*, Chem,Rev.,95, 735-758,1995.
- Marjanto, Djoko.dkk.*Studi pendahuluan mengenai degradasi zat warna azo (metil Orange) dalam pelarut air menggunakan mesin berkas electron 350keV/ 10 mA*, Jurnal Penelitian Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir-BATAN.
- Sibilia, Jhon.p. 1988. *A Guide to materials Characterization and chemicals Analysis*. New York : VCH publishers.
- Slamet dkk. 2003. *Pengolahan Limbah Berat Chromium (VI) dengan fotokatalis TiO₂*. Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok 16424, Indonesia
- Tjahjanto, Rahcmat Triandi Tjahjanto dan Ganzlazuardi, januzi. 2001. *Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalis :Keterkaitan antara ketebalan dan aktivitas Fotokatalisis*. Makara, jurnal penelitian Universitas Indonesia.Volume 5,nomor 3 hal 81-91 (online).
- West, Anthony R., 1989. *Solid State Chemistry and Its Applications*. Toronto: John Wiley & Sons Press