



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS KOMPOSIT TiO_2 - ZEOLIT ALAM LAMPUNG - KARBON
AKTIF UNTUK DISINFEKSI *E.coli* OKSIDASI FENOL DAN REDUKSI
Cr(VI)**

SKRIPSI

**DIDIT KUNCOROJATI
0606076274**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JULI 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS KOMPOSIT TiO_2 - ZEOLIT ALAM LAMPUNG - KARBON
AKTIF UNTUK DISINFEKSI *E.coli* OKSIDASI FENOL DAN REDUKSI
Cr(VI)**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

**DIDIT KUNCOROJATI
0606076274**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JULI 2010**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Didit Kuncorojati

NPM : 0606076274

Tanda Tangan :

Tanggal : 5 Juli 2010

LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh:

Nama : Didit Kuncorojati
NPM : 0606076274
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Sintesis Komposit TiO₂ - Zeolit Alam Lampung -
Karbon Aktif Untuk Disinfeksi *E.coli* Oksidasi Fenol
Dan Reduksi Cr(VI)

Telah berhasil dipertahankan dihadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

Dewan Penguji

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Slamet, M.T. (.....)
Penguji : Ir. Bambang Heru Susanto, M.T. (.....)
Penguji : Ir. Setiadi, M.Eng (.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 5 Juli 2010

KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan ke hadirat Allah yang Maha Kuasa, karena atas rahmat dan hidayahNya Penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tua Penulis, yang selalu memberi semangat dan dukungan kepada Penulis.
2. Dr. Ir. Slamet, MT selaku dosen pembimbing yang selalu membimbing dan memberi arahan kepada Penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA dan selaku Ketua Departemen Teknik Kimia FTUI dan Ir. Yuliusman, M. Eng selaku koordinator mata kuliah spesial.
4. Mang Ijal, Kang Jajat, Mas Eko, Mas Taufik, Ius, dan Mas Her atas bantuan dan masukannya kepada penulis.
5. Bapak Ali Rimbasa dari Lemigas.
6. Pak Priambodo dan Ibu Pipit dari Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah, Ciputat.
7. Mbak Rini dan Pak Iwan dari Pusat Metalurgi LIPI, Puspitek Serpong.
8. Bugi Setiadi, *partner in crime* dalam menyusun skripsi ini. Menurut Anda apakah listrik PLN sudah masuk ke seluruh desa sekarang??
9. Teman-teman satu angkatan Teknik Kimia FTUI 2006 yang selalu memberikan warna setiap harinya.

Depok, 25 Juni 2010

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Didit Kuncorojati
NPM : 0606076274
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

**SINTESIS KOMPOSIT TiO₂ - ZEOLIT ALAM LAMPUNG - KARBON
AKTIF UNTUK DISINFEKSI *E.coli* OKSIDASI FENOL DAN REDUKSI
Cr(VI)**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 5 Juli 2010

Yang Menyatakan

(Didit Kuncorojati)

ABSTRAK

Nama : Didit Kuncorojati
Program studi : Teknik Kimia
Judul : Sintesis komposit TiO₂ - zeolit alam lampung - karbon aktif
untuk disinfeksi *E.coli* serta oksidasi fenol dan reduksi Cr(VI)

Sintesis dan uji kinerja komposit TiO₂-zeolit alam Lampung-karbon aktif untuk menghilangkan *E.coli*, fenol dan krom (limbah jamak) di air telah dilakukan. Komposit digabungkan dengan bantuan ultrasonikasi kemudian dilapiskan pada lembaran aluminium dengan *spray coating*. Karakterisasi XRD menunjukkan ukuran kristal anatase dan rutil masing-masing adalah 22 dan 46 nm. Hasil SEM-EDX-Mapping menunjukkan komposit terbentuk dengan cukup homogen. Komposisi komposit optimal untuk pengolahan limbah jamak diperoleh 17 % berat TiO₂, 81 % zeolit alam dan 2 % karbon aktif. Kinerja komposit meningkat 2-3 kali dalam disinfeksi *E.coli*, oksidasi fenol dan reduksi Cr(VI) pada pengolahan limbah secara jamak dibandingkan pada pengolahan secara tunggal. Berbagai jenis konfigurasi reaktor telah diuji dan memberikan hasil yang tidak jauh berbeda.

Kata kunci:

Komposit TiO₂-zeolit alam Lampung-karbon aktif, pengolahan air, limbah jamak, reactor portable

ABSTRACT

Name : Didit Kuncorojati
Departement : Chemical Engineering
Title : Synthesis of TiO₂ - Lampung natural zeolite - activated carbon composites for *E.coli* disinfection phenol oxidation and reduction of Cr(VI)

Synthesis and performance testing of TiO₂ - Lampung natural zeolite - activated carbon composites to remove *E.coli*, phenol and Cr(VI) (multiple pollutants) in water has been investigated. XRD characterization showed anatase and rutile crystal size is 22 nm and 46 nm respectively. SEM-EDX-Mapping shows TiO₂ and activated carbon to spread evenly on the zeolite. Optimum composite composition to remove multiple pollutant contain 17% wt TiO₂ , 81% Lampung natural zeolite and 2% activated carbon. Composite performance increased 2-3 times in the disinfection of *E.coli*, phenol oxidation and reduction of Cr(VI) in wastewater treatment in multiple pollutant than in single treatment. Various types of reactor configurations have been tested and there are not much different in result.

Keywords:

TiO₂ - Lampung natural zeolite - activated carbon composites, water treatment, multiple pollutant, portable reactor.

DAFTAR ISI

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	ii
PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL	xii
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Sistematika Penulisan.....	5
2. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Bakteri <i>E.coli</i>	7
2.2 Senyawa Fenol.....	8
2.3 Logam Berat Krom.....	9
2.4 Prinsip Dasar Fotokatalis.....	10
2.5 Proses Fotokatalitik pada Bahan Semikonduktor	12
2.6 Proses Degradasi Bakteri, Fenol dan Logam Berat Krom oleh Fotokatalisis	16
2.7 Peristiwa Adsorpsi	18
2.8 Zeolit.....	18
2.9 Adsorpsi oleh zeolit	20
2.10 Adsorpsi oleh Karbon Aktif	21
2.11 Adsorben sebagai penyangga fotokatalis	22
2.12 Karakterisasi katalis.....	23
2.12.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	23
2.12.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	24
2.12.3 <i>BET</i>	26
2.13 Metode Aerob Plate Count	27
3. METODE PENELITIAN	28
3.1 Diagram Alir Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	30
3.2.1 Peralatan Sintesis Komposit	30
3.2.2 Peralatan Karakterisasi Komposit	30
3.2.3 Peralatan Uji Aktivitas dan Analisa Produk	30

3.2.4	Bahan Sintesis Komposit	31
3.2.5	Bahan Limbah Jamak	31
3.2.6	Bahan Karakterisasi Fotokatalis	32
3.2.7	Bahan Uji Aktivitas dan Analisa Produk.....	32
3.3	Tahapan Sintesis Komposit.....	32
3.3.1	Tahap Preparasi Zeolit.....	32
3.3.2	Tahap Preparasi Karbon Aktif.....	33
3.3.3	Tahap Sintesis Komposit.....	33
3.4	Tahap Karakterisasi komposit.....	34
3.5	Tahap Uji Kinerja Komposit.....	34
3.5.1	Penentuan variabel operasi.....	36
3.5.2	Prosedur Pengambilan Data.....	36
3.5.3	Prosedur Perhitungan Jumlah Koloni bakteri.....	36
3.5.4	Prosedur Perhitungan Konsentrasi Fenol.....	37
3.5.5	Prosedur Perhitungan Konsentrasi Cr(VI).....	38
3.5.6	Teknik Pengolahan Data.....	38
4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	39
4.1	Karakterisasi SEM, EDX dan Mapping Komposit	39
4.2	Karakterisasi XRD	42
4.3	Karakterisasi BET	44
4.4	Pengaruh Loading TiO ₂ terhadap kinerja disinfeksi <i>E.coli</i>	45
4.5	Pengaruh Polutan pada Proses Reduksi-Oksidasi	49
4.6	Pengaruh Konfigurasi Reaktor	53
4.7	Pengaruh Konsentrasi Awal Polutan	55
5.	KESIMPULAN.....	57
	DAFTAR PUSTAKA	58
	LAMPIRAN	62

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Bakteri <i>Escheriacia Coli</i>	7
Gambar 2.2	Posisi Energi potensial Beberapa Semikonduktor	12
Gambar 2.3	Daerah energi pada semikonduktor	13
Gambar 2.4	Skema proses fotoekstisasi pada bahan semikonduktor	14
Gambar 2.5	Struktur Kristal TiO ₂	16
Gambar 2.6	Mekanisme degradasi fenol melalui reaksi fotokatalitik	17
Gambar 2.7	Tetrahedral alumina dan silikat (TO ₄) pada struktur zeolit	19
Gambar 2.8	Penggunaan Adsorben sebagai penyangga fotokatalis	22
Gambar 2.9	Diagram Alat difraksi sinar X	23
Gambar 2.10	Diagram Scanning Electron Microscope	25
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian	29
Gambar 3.2	Skema Reaktor Portable	35
Gambar 4.1	Hasil SEM komposit (a) komposit serbuk perbesaran 25000 x (b) komposit serbuk perbesaran 3000 x (c) komposit film perbesaran 2000 x (d) komposit film perbesaran 3000 x	39
Gambar 4.2	Hasil SEM-Mapping Komposit perbesaran 3000x (a) hasil SEM (b) hasil mapping C (c) hasil mapping O (d) hasil mapping Al (e) hasil mapping Si (f) hasil mapping Ti	40
Gambar 4.3	Area analisa EDX (a) area 1 (b) area 2 (c) area 3	42
Gambar 4.4	Hasil XRD komposit	43
Gambar 4.5	Grafik Adsorpsi-Desorpsi komposit dengan adsorbat N ₂	44
Gambar 4.6	Distribusi ukuran pori pada komposit	45
Gambar 4.7	Kinerja komposit dalam disinfeksi <i>E.coli</i> (a) pada berbagai loading TiO ₂ (Co = 2,3x10 ⁶ - 2,6x10 ⁶ CFU/ml) (b) presentasi degradasi E.coli	46

Gambar 4.8	Ilustrasi skema disinfeksi <i>E.coli</i> pada (A) loading TiO ₂ optimal, (B) loading TiO ₂ tinggi	47
Gambar 4.9	Mekanisme disinfeksi <i>E.coli</i> oleh fotokatalis.....	48
Gambar 4.10	Kinerja komposit pada proses degradasi polutan (A) disinfeksi <i>E.coli</i> ; Co = 2,3 x 10 ⁶ (B) oksidasi Fenol ; Co = 10 ppm (C) reduksi Krom ; Co = 10 ppm	50
Gambar 4.11	Mekanisme Oksidasi Fenol oleh reaksi Fotokatalitik	52
Gambar 4.12	Kinerja Komposit pada berbagai reaktor untuk (A) disinfeksi <i>E.coli</i> ; Co = 2,3 x 10 ⁶ (B) oksidasi Fenol ; Co = 10 ppm (C) reduksi Krom ; Co = 10 ppm	54
Gambar 4.13	Kinerja komposit pada variasi konsentrasi awal polutan untuk (a) degradasi <i>E.coli</i> (b) oksidasi fenol (c) reduksi krom	56



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat fisik senyawa Fenol.....	8
Tabel 2.2	Ambang Batas dari senyawa turunan Fenol	9
Tabel 2.3	Perbandingan sifat dari berbagai bentuk kristal TiO ₂	16
Tabel 2.4	Ukuran Rongga dan rasio Si/Al beberapa jenis zeolit	20
Tabel 3.3	Variasi Berat zeolit-karbon aktif-TiO ₂	33
Tabel 4.1	Persentase Massa Atom Berdasarkan Perhitungan Dan Hasil EDX	41
Tabel 4.2	Perbandingan persentase berat anatase dan ukuran kristal pada TiO ₂ P-25 dan komposit	44
Tabel 4.3	Luas permukaan dari masing-masing komponen	45
Tabel 4.4	Detail dimensi reaktor	53

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air merupakan salah satu kebutuhan utama makhluk hidup dalam hidupnya. Air yang biasa digunakan untuk dikonsumsi menjadi air minum pada umumnya berasal dari air tanah. Terdapat beberapa aspek yang harus diperhatikan dalam menilai kualitas air, diantaranya aspek bakteriologi, kandungan senyawa organik maupun kandungan logam berat. Semua aspek tersebut mengacu pada ambang batas yang telah ditetapkan oleh Kep MenKes. Dari aspek bakteriologi air yang baik adalah air yang tidak mengandung bakteri *E.coli* sedikitpun (KepMenKes,2002)

Untuk konsumsi air minum, pada umumnya masyarakat mengambil air dari air tanah, air perpipaan, air mineral ataupun air isi ulang. Buruknya kondisi sanitasi di Indonesia, membuat hampir seluruh air tanah di Indonesia tercemar oleh berbagai polutan mulai dari senyawa organik, logam berat maupun bakteri *E.coli*. Sebesar 33.34 % sampel air minum perpipaan dan 54.16% sampel air minum non perpipaan mengandung bakteri *E.coli* (ISSP,2006). Di Jakarta ditemui bahwa 640 depo air minum isi ulang (vivanews.com,2009) dan 68% air tanah telah tercemar oleh bakteri *E. Coli* (tempointeraktif.com,2009) dan sebanyak 6,3% dari 53 sungai di Jawa, Sumatera, Bali dan Sulawesi tercemar berat oleh senyawa organik dan 11 sungai-sungai utama tercemar berat oleh unsur Amonium (Raini, et al., 2004)

Di Indonesia sebagai akibat penggunaan air minum yang tidak memenuhi syarat kesehatan, tiap tahun diperkirakan 105.000 anak di bawah usia tiga tahun meninggal akibat serangan penyakit saluran pencernaan dan diare (Raini, et al., 2004). Terdapat 267 kasus diare akut di Papua dengan jumlah korban meninggal 1 orang (cpddokter.com,2009) dan 12 kasus diare akut dengan korban 1 orang meninggal di Boyolali (harianjoglosemar.com,2009).

Berbagai teknologi telah dikembangkan untuk proses pemurnian air dari berbagai polutan diantaranya adalah metode ozonasi, pertukaran ion, pengendapan, penyaringan, penambahan bahan kimia hingga proses fotokatalisis. Namun sayangnya metode-metode tersebut masih memiliki kekurangan dan

belum ada metode yang dapat menghilangkan secara langsung berbagai jenis polutan dalam satu kali proses. Salah satu metode yang berpotensi digunakan untuk proses pemurnian air minum dari berbagai polutan dalam satu kali proses adalah kombinasi antara proses adsorpsi dengan proses fotokatalisis. Fotokatalisis adalah suatu proses kombinasi antara proses fotokimia dan katalis, yaitu suatu proses sintesis secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicu dan katalis sebagai pemercepat proses transformasi tersebut (Slamet, et.al , 2007) sedangkan adsorpsi adalah suatu istilah yang digunakan untuk menggambarkan kecenderungan suatu molekul tertentu dari fasa fluida untuk melekat (tertarik) pada permukaan suatu padatan (adsorben).

Penggunaan proses fotokatalisis untuk degradasi senyawa organik, logam berat maupun desinfeksi *E.coli* sudah dikenal sejak lama. Fotokatalisis dengan proses batch di bawah paparan sinar matahari telah terbukti efektif untuk mendisinfeksi bakteri yang mengkontaminasi air minum (Duffy, et al., 1999) dan mampu meningkatkan serta mempercepat laju degradasi bakteri patogen hingga 50% lebih cepat dibandingkan reaktor tanpa fotokatalis TiO_2 (McGuigan et al, 2005). Pada tahun 2005 juga telah dibuktikan bahwa kombinasi penyinaran matahari dengan fotokatalis TiO_2 dapat meningkatkan potensial degradasi komponen organik (Ljubas, 2005). Penggunaan proses fotokatalisis untuk pengolahan polutan secara simultan pada reaktor batch sederhana telah dilakukan, dan terbukti mampu meningkatkan nilai konversi masing-masing polutan dibandingkan dengan hanya menggunakan sistem tunggal (Finaty, 2006).

Ketika fotokatalis TiO_2 disinari UV dengan panjang gelombang dibawah 400 nm, elektron akan tereksitasi dari pita valensi melintasi celah pita ke pita konduksi, menghasilkan hole di pita valensi dan elektron di pita konduksi. Hole di pita valensi TiO_2 akan bereaksi dengan molekul air atau ion OH^- dan memproduksi radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$) yang merupakan senyawa pengoksidasi kuat. Radikal hidroksil tersebut yang akan mengoksidasi bakteri *E. coli* dan senyawa organik pada air minum. Sedangkan elektron akan mereduksi logam berat yang teradsorp di permukaan (Huang et al, 1999).

Salah satu tahapan kritis dalam proses fotokatalisis adalah produksi radikal $\text{OH}\cdot$ yang terjadi di permukaan katalis dan proses rekombinasi antara hole dengan

elektron yang terjadi di katalis. Reaksi reduksi-oksidasi akan terjadi di permukaan katalis, oleh sebab itu perlu dilakukan upaya untuk mengkonsentrasikan zat yang akan didegradasi di permukaan katalis dan upaya untuk mengurangi laju rekombinasi hole dan elektron. Disinilah proses adsorpsi dibutuhkan, penggunaan adsorben akan membantu mengkonsentrasikan zat yang akan didegradasi di sekitar permukaan katalis sehingga diharapkan proses degradasi yang terjadi dapat lebih optimal. Selain untuk mengkonsentrasikan polutan, beberapa jenis adsorben juga dapat membantu mengurangi laju rekombinasi antara hole dan elektron.

Penelitian mengenai penggunaan karbon aktif dan zeolit secara terpisah sebagai adsorben dalam proses degradasi senyawa fenol telah dilakukan dan disimpulkan bahwa karbon aktif dan zeolit dapat meningkatkan proses fotokatalisis dalam mendegradasi fenol dari 58.2 % menjadi 88.2 % (Meta, 2006 ; Ade, 2006). Sebagai adsorben, karbon aktif dan zeolit memiliki sifat yang sangat berbeda. Karbon aktif tergolong adsorben amorf, memiliki luas permukaan dan rongga yang cukup besar (dibandingkan dengan zeolit) dan cenderung lebih selektif terhadap molekul non polar. Sedangkan zeolit merupakan adsorben kristalin dengan ukuran pori yang lebih kecil dan cenderung selektif terhadap molekul polar (Dwi et al, 2007). Selain itu zeolit yang pada kristalnya memiliki muatan juga berfungsi sebagai elektron trapper sehingga diharapkan laju rekombinasi antara hole dan elektron dapat dikurangi.

Penggunaan zeolit dan karbon aktif secara bersamaan sebagai adsorben akan memberi keuntungan lebih, sifat zeolit sebagai adsorben kristalin yang selektif terhadap molekul polar akan menyerap lebih banyak senyawa organik polar dan air sehingga produksi radikal OH diharapkan dapat meningkat. Sedangkan adsorben karbon aktif yang bersifat selektif terhadap molekul non polar akan dapat mengkonsentrasikan bakteri *E.coli* dan logam berat di permukaan katalis. Pada reaksi fotokatalisis ini akan terjadi dua macam reaksi yaitu reaksi oksidasi senyawa organik dan bakteri serta reaksi reduksi logam berat. Terdapatnya dua reaksi tersebut dalam satu sistem dalam waktu yang bersamaan diharapkan dapat meningkatkan kinerja proses fotokatalisis dan mengurangi laju rekombinasi.

Sehingga penggunaan karbon aktif dan zeolit sebagai adsorben secara bersamaan dan terdapatnya beberapa jenis polutan yang berbeda diharapkan mampu meningkatkan proses degradasi polutan secara keseluruhan. Penggunaan dua jenis adsorben diharapkan dapat mengkonsentrasikan polutan di permukaan dan keberadaan polutan yang berbeda diharapkan dapat meningkatkan aktivitas fotokatalisis itu sendiri.

1.2 Rumusan Masalah

Fokus permasalahan penelitian ini adalah menentukan komposisi TiO_2 -Zeolit Alam Lampung – Karbon Aktif yang memberikan kinerja optimum dalam mendegradasi polutan *E.coli*, fenol dan krom secara simultan serta menguji komposit yang terbentuk dalam berbagai *reactor portable* yang telah dibuat sebelumnya.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah mendapatkan komposisi yang optimal antara TiO_2 - Zeolit Alam Lampung – Karbon Aktif yang memberikan kinerja optimum dalam proses degradasi polutan di air minum.

1.4 Batasan Masalah

1. Fotokatalis yang digunakan adalah TiO_2 Degussa P-25.
2. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam Lampung.
3. Parameter air minum yang digunakan dalam penelitian ini adalah yang dari segi bakteriologi, kandungan senyawa organik fenol dan kandungan logam berat Cr(VI).
4. Bakteri yang digunakan adalah bakteri *E.coli* ATCC 25922 yang didapat dari Laboratorium Mikrobiologi FK UI.
5. Model senyawa organik yang digunakan adalah fenol yang berasal dari padatan fenol yang dilarutkan dalam air.
6. Model logam berat yang digunakan adalah Cr(VI) yang berasal dari senyawa $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

1.5 Sistematika Penulisan

Makalah skripsi ini terdiri dari lima bab yaitu:

BAB 1 PENDAHULUAN

Meliputi latar belakang penelitian, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah penelitian dan sistematika penulisan makalah.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Meliputi fotokatalisis, fotokatalis TiO_2 , adsorpsi, adsorben, metode preparasi fotokatalis, disinfeksi, serta metode karakterisasi fotokatalis yang digunakan.

BAB 3 METODE PENELITIAN

Meliputi skema penelitian, peralatan dan bahan yang akan digunakan, tahap preparasi, pelapisan dan karakterisasi fotokatalis, uji kinerja fotokatalis, cara pengambilan dan pengolahan data.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Meliputi pembahasan hasil karakterisasi SEM-EDX-Mapping, hasil karakterisasi XRD, karakterisasi BET, pembahasan kinerja komposit pada pengolahan limbah jamak dan tunggal, serta pembahasan kinerja komposit pada berbagai konfigurasi reaktor.

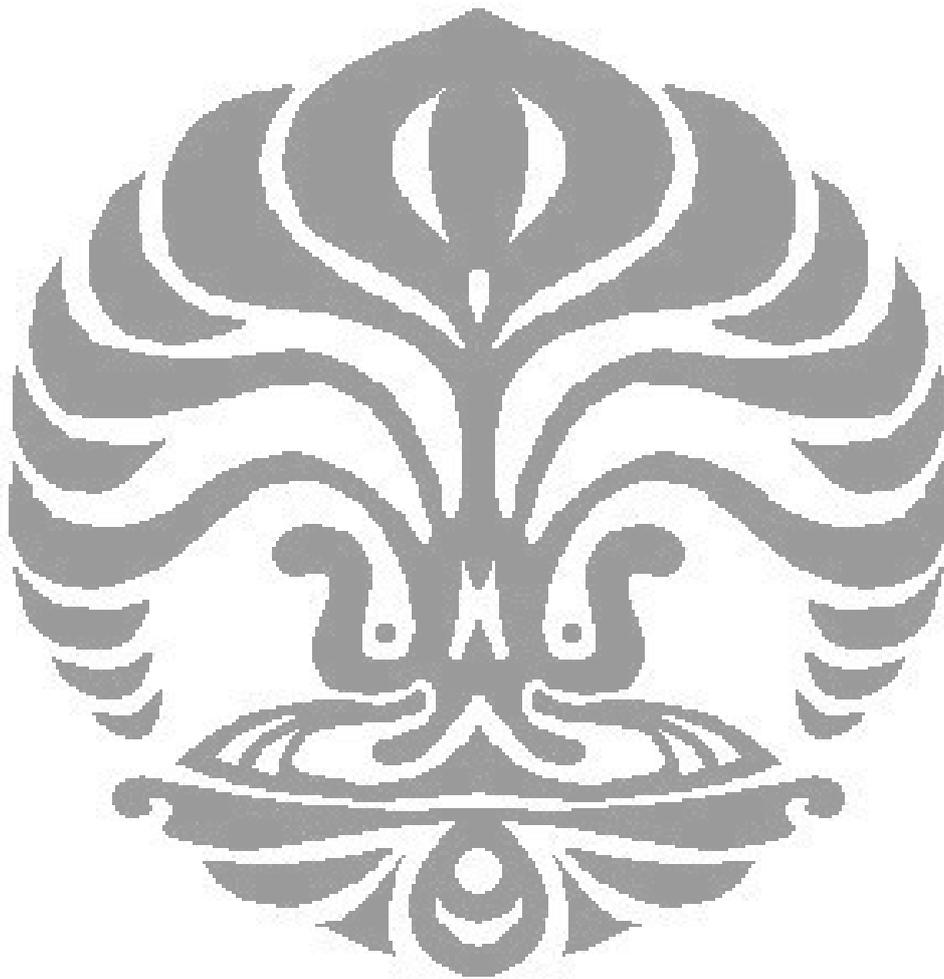
BAB 5 KESIMPULAN

Berisikan kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan dengan mengacu kepada tujuan di awal.

DAFTAR PUSTAKA

Berisikan acuan pustaka dan referensi baik dari literatur, jurnal ilmiah, maupun sumber lain yang digunakan sebagai rujukan dalam penulisan makalah skripsi ini.

LAMPIRAN



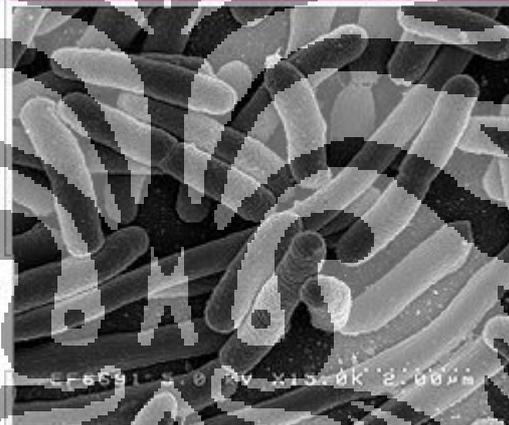
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bakteri *E.coli*

Bakteri *Eschericia coli* atau yang biasa disebut *E.coli* merupakan bakteri gram negatif yang ditemukan pertama kali oleh Theodor Escherish pada tahun 1885. Dalam sistem taksonomi binomial, bakteri ini termaksud dalam filum Protobacteria, kelas Gamma Protobacteria, Ordo Enterobacteria, Famili Enterobacteriaceae dan Genus Escheria.

Bakteri *E.coli* memiliki bentuk batang dengan panjang sekitar 2 mikrometer dan diameter 0.5 mikrometer. Bakteri ini hidup pada suhu antara 20 sampai 40 C, optimum pada 37 C (Yalun,2006). Gambar 2.1 adalah gambaran dari bakteri *E.coli*.



Gambar 2.1. Bakteri *Escheriacia Coli*

Tidak semua jenis *E.coli* berbahaya, dari ratusan strain *E.coli* hanya sebagian kecil yang terindikasikan bersifat patogen (Yalun,2006). Sumber energi dari bakteri *E.coli* adalah dari hasil oksidasi senyawa kimia dan sumber karbonnya adalah dari senyawa organik. Waktu penggandaan *E.coli* adalah 20 menit pada suhu 37 C dan jika berada pada media yang diperkaya oleh nutrien, E Coli dapat hidup pada suhu 8-48 C. E Coli tidak dapat tumbuh dalam media yang berisi NaCl dengan konsentrasi lebih dari 0.65 molar.

Komposisi utama dinding sel E Coli adalah peptidoglikan dan lipid. Terdapat juga membran luar yang terdiri dari liposakarida, phospolipid dan

lipoprotein. Peptidoglikan dan membran luar pada struktur dinding E Coli berfungsi sebagai penjaga bentuk sel dan berpengaruh pada permeabilitas sel untuk menerima molekul yang masuk atau keluar sel.

2.2 Senyawa Fenol

Senyawa organik fenol memiliki rumus molekul C_6H_5OH dan biasanya merupakan senyawa buangan limbah industri. Dalam limbah industri, senyawa fenol jarang dijumpai dalam keadaan murni tetapi bergabung dengan senyawa turunannya seperti pentaklorofenol, 2,4,6-triklorofenol, nitrofenol, dinitrofenol dll (Prihanto:2000). Fenol memiliki bentuk fisik berupa padatan kristal putih dengan bau yang khas. Berikut adalah sifat fisik senyawa fenol:

Tabel 2.1 Sifat fisik senyawa Fenol (wikipedia.com)

Sifat	Nilai
Berat Molekul, gr/mol	194.44
Titik Beku, C	40.91
Titik didih, C	181.84
Densitas, kg/cm ³	
D 25 (padat)	1.132
D 41 (cair)	1.0576
D 60 (cair)	1.0413
temperature Kritis, C	419
tekanan kritis, Mpa	6.11
Kalor jenis @ 4 C, J/gK	1.24
Viskositas @60 C, Pa.s	2.47
Kalor pembentukan, J/g	122.1
kalor pembakaran, J/g	32.428
kalor penguapan, J/g	487.9
Flash point, C	79-85
Autoignition point, C	715
tekanan uap jenuh, mmHg	0.36

Jika konsentrasi fenol yang terdapat pada air melebihi 0.02 mg/l maka akan menyebabkan rasa dan bau pada air. Sesuai keputusan menteri kesehatan tahun 2002, setiap senyawa turunan fenol memiliki ambang batas yang berbeda-beda seperti dilihat pada tabel berikut.

Tabel 2.2 Ambang Batas dari senyawa turunan Fenol (KepMenKes,2002)

Senyawa	Satuan	Ambang batas
2-clorophenol	$\mu\text{g/l}$	10
2,4-diclorophenol	$\mu\text{g/l}$	40
2,4,6-triclorophenol	$\mu\text{g/l}$	200
pentaclorophenol	$\mu\text{g/l}$	9

Fenol dalam konsentrasi tinggi dapat menyebabkan kematian jika tertelan, terhisap atau terserap oleh kulit. Senyawa ini dapat mempengaruhi saraf pusat dan menyebabkan kerusakan hati dan ginjal. Fenol akan menyebabkan iritasi pada kulit tetapi memiliki efek bius (anasteti) lokal, sehingga rasa sakit tidak teras pada saat awal bersentuhan. Area kontak biasanya menjadi putih dan dapat menjadi luka bakar.

Fenol juga dapat menyebabkan penyakit yang bersifat akut maupun kronis. Gejala akut ditandai dengan kulit terkelupas, gangguan pernapasan, gangguan pada kornea mata, gangguan sistem pencernaan, kerusakan ginjal dan hati. Gejala kronis ditandai dengan sakit kepala, nafsu makan berkurang, sulit tidur, dan penurunan berat badan.

2.3 Logam Berat Krom

Krom terdapat di alam dalam bentuk oksida, yaitu Cr(VI) (chromium hexavalent) dan Cr(III) (chromium trivalent). Cr(VI) mudah larut dalam air dan membentuk divalent oxyanoin yaitu kromat (CrO_4^{2-}) dan dikromat ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) sedangkan Cr(III) mudah diendapkan atau diabsorpsi oleh senyawa organik dan anorganik pada pH netral ataupun basa. Cr(VI) merupakan oksidator yang sangat kuat sedangkan Cr(III) sebaliknya (Kimbrought et al, 1999).

Berdasarkan US EPA, kadar maksimum krom dalam air minum adalah 0.1 ppm sedangkan WHO dan Kep Menkes menetapkan kadar maksimum Cr(VI) dalam air adalah 0.05 ppm.

Kadar toksisitas Cr(VI) sangat tinggi sehingga bersifat racun terhadap semua organisme untuk konsentrasi lebih dari 50 ppm. Cr(VI) bersifat karsinogenik dan dapat menyebabkan iritasi pada kulit manusia. Toksisitas Cr(III)

jauh lebih rendah bila dibandingkan dengan Cr(VI) yaitu 1/100 kalinya. Bahkan Cr(III) sebenarnya merupakan suatu nutrisi yang dibutuhkan tubuh manusia. Bagi orang dewasa, kadar yang dibutuhkan sekitar 50-200 $\mu\text{g}/\text{hari}$.

2.4 Prinsip Dasar Fotokatalisis

Fotokatalisis merupakan suatu proses kombinasi antara proses fotokimia dan katalis, yaitu suatu proses sintesis secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicu dan katalis sebagai pemercepat proses sintesis tersebut (Slamet et al, 2007). Proses dimulai dengan pembentukan pasangan elektron dan *hole* pada permukaan katalis semikonduktor yang diiluminasi cahaya dengan energi yang sesuai. Katalis yang digunakan disebut fotokatalis karena mempunyai kemampuan dalam mengadsorpsi foton. Hal ini dikarenakan bahan-bahan yang digunakan sebagai fotokatalis adalah bahan yang memiliki daerah energi yang kosong yang disebut celah pita energi (*energy bandgap*) dan bahan yang termasuk dalam jenis ini adalah semikonduktor (Sopyan, 1998).

Bahan semikonduktor hanya akan berfungsi sebagai katalis jika cahaya yang mengenainya memiliki energi yang setara atau lebih besar daripada celah pita energi semikonduktor yang bersangkutan. Induksi oleh sinar tersebut akan menyebabkan terjadinya eksitasi elektron (dari pita valensi ke pita konduksi) dalam bahan semikonduktor (Sopyan, 1998). Pada gambar 2.2 dapat dilihat besarnya celah-celah pita energi dan posisi-posisi pita valensi dan pita konduksi untuk beberapa semikonduktor. Peristiwa ini menghasilkan *hole* (h^+) pada pita valensi. Dengan kata lain proses fotoeksitasi menghasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi.

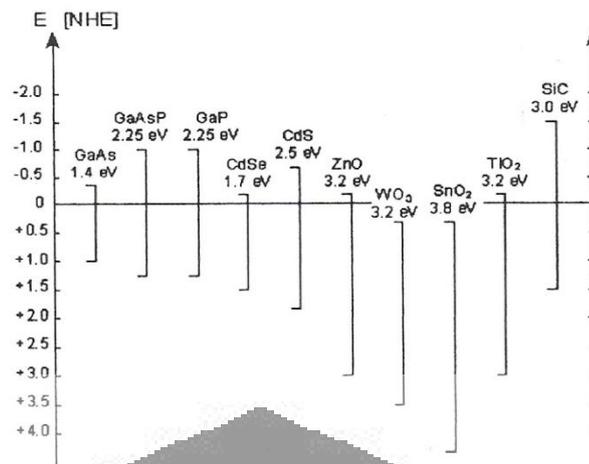
Pasangan elektron dan *hole* yang terbentuk akan menempuh beberapa jalur yaitu berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*), berekombinasi pada permukaan partikel (*surface recombination*) atau partikel pada fasa ruah dalam waktu yang sangat singkat (nanosekon) sehingga melepaskan energi dalam bentuk panas.

Selain rekombinasi, masing-masing pasangan elektron (e^-) dan *hole* (p^+) dapat bereaksi dengan spesies donor (D) atau akseptor (A) yang teradsorb di permukaan partikel. Dengan kata lain, elektron pada pita konduksi yang mencapai

permukaan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi yang mencapai permukaan akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung (melalui pembentukan radikal hidroksil).

Sifat oksidator kuat yang dimiliki oleh semikonduktor akan memiliki sejumlah besar *hole* (h^+) yang akan menyerang H_2O yang melekat pada permukaan semikonduktor sehingga akan terbentuk radikal hidroksil dan ion H^+ . Sedangkan O_2 yang ada di udara akan bertindak sebagai elektron akseptor dan membentuk ion superoksida. Selain itu, *hole* (h^+), radikal hidroksil dan ion superoksida yang dihasilkan juga dapat digunakan untuk mengoksidasi kontaminan organik yang melekat di permukaan.

Metode fotokatalisis merupakan salah satu bagian dari proses Advanced Oxidation Processes (AOPs) yang baru untuk proses pemurnian air dan udara. Metode ini memiliki keuntungan untuk menghancurkan polutan, tidak seperti teknologi konvensional lainnya yang hanya mengubah kontaminan dari satu fasa ke fasa lain. Dengan teknologi ini, polutan organik dan anorganik bahkan mikroorganisme akan terdegradasi menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan. Karakteristik AOPs adalah pembentukan radikal bebas yang sangat reaktif, terutama radikal hidroksil (HO^\bullet) (Litter, 1999 ; Malato et al, 2003).



Gambar 2.2 Posisi Energi potensial Beberapa Semikonduktor (Sopyan, 1998).

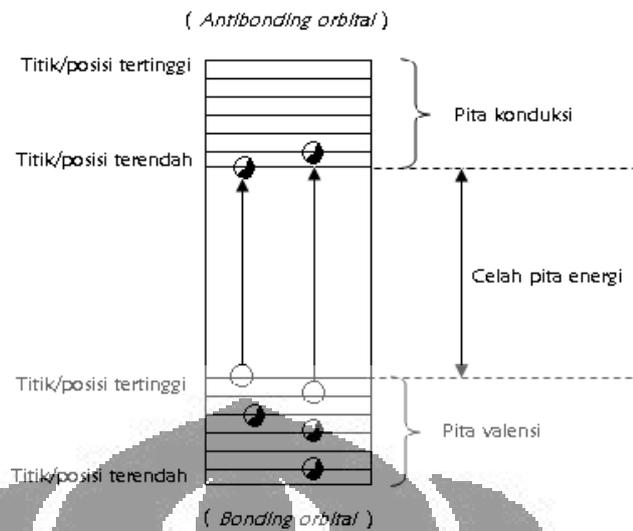
2.5 Proses Fotokatalitik pada Bahan Semikonduktor

Bahan semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis karena memiliki daerah energi kosong yang disebut dengan celah pita energi (*band gap energy*), yang berada diantara batas pita valensinya. Besarnya celah pita energi ini dapat diukur dengan menggunakan panjang gelombang cahaya yang lebih baik dalam mengeksitasi elektron. Pada semikonduktor yang memiliki celah pita energi yang lebar, elektron pada pita valensi tidak bisa tereksitasi menuju pita konduksi. Akan tetapi jika diberikan suatu energi dari luar maka elektron dari pita valensi dapat mencapai pita konduksi dan akan terbentuk lubang (*holes*) sebanyak elektron yang berpindah.

Ada beberapa faktor yang dapat mempengaruhi reaksi fotokatalitik pada semikonduktor menyangkut struktur pita yang dimilikinya, yaitu (Amemiya:2004):

1. Celah pita energi (*band gap energy*).
2. Posisi terbawah dari pita konduksi.
3. Posisi teratas dari pita valensi.

Struktur pita dapat dilihat pada 2.3 dibawah ini.



Gambar 2.3 Daerah energi pada semikonduktor.

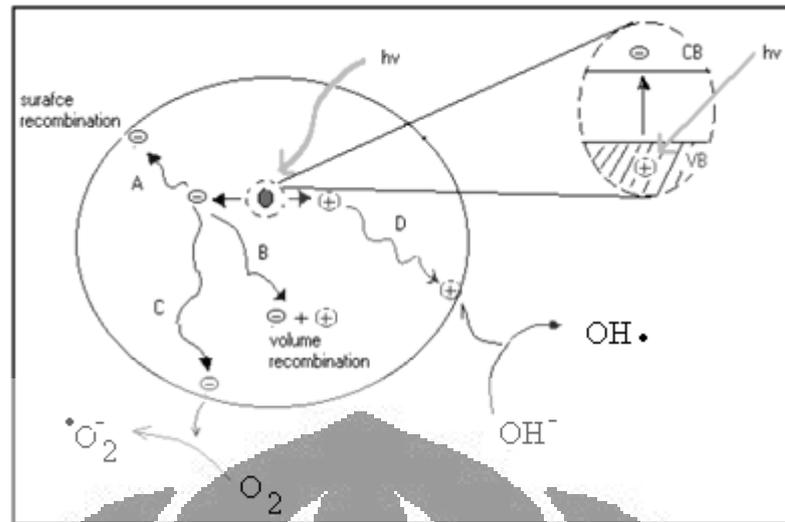
Ketika suatu katalis semikonduktor dikenai cahaya yang memiliki energi lebih besar atau sama dengan energi celah pita semikonduktor, maka akan terjadi peristiwa fotoeksitasi yaitu perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Peristiwa ini menghasilkan *hole* (h^+) pada pita valensi. Dengan kata lain proses fotoeksitasi menghasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Reaksi yang terjadi pada fenomena ini ialah:



Pasangan elektron dan *hole* yang terbentuk akan menempuh beberapa jalur yaitu berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*), berekombinasi pada permukaan partikel (*surface recombination*) atau partikel pada fasa ruah dalam waktu yang sangat singkat (nanosekon) sehingga melepaskan energi dalam bentuk panas. Reaksi kombinasi keduanya dapat ditulis menjadi:

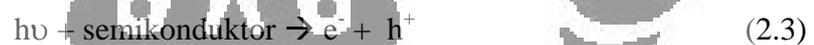


(N = pusat netral; E = energi (sinar $h\nu' \leq h\nu$ atau panas))



Gambar 2.4 Skema proses fotoekstisasi pada bahan semikonduktor.

Selain rekombinasi, masing-masing pasangan elektron (e^-) dan *hole* (h^+) dapat bereaksi dengan spesies donor (D) atau akseptor (A) yang teradsorb di permukaan partikel. Dengan kata lain, elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi yang mencapai permukaan akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung (melalui pembentukan radikal hidroksil). Persamaan reaksinya ialah:



Sifat oksidator kuat yang dimiliki oleh semikonduktor akan memiliki sejumlah besar *hole* (h^+) yang akan menyerang H_2O yang melekat pada permukaan semikonduktor sehingga akan terbentuk radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$). Radikal ini akan meningkatkan sifat hidrofilik permukaan. Reaksi yang terjadi ialah:



Sedangkan O_2 yang ada diudara akan bertindak sebagai elektron akseptor dan membentuk ion superoksida ($\cdot\text{O}_2^-$).



Selain itu, hole (h^+), radikal hidroksil ($\cdot OH$) dan ion superoksida ($\cdot O_2^-$) yang dihasilkan juga dapat digunakan untuk mengoksidasi kontaminan organik yang melekat di permukaan.

Semikonduktor yang akan digunakan pada penelitian ini ialah titanium dioksida (TiO_2). Adapun pertimbangan yang digunakan dalam pemilihan katalis TiO_2 ialah karena TiO_2 memiliki sifat-sifat fisika dan kimia yang cukup baik, antara lain (Herman,1999):

1. Mempunyai energi celah pita (*band gap*) yang sesuai untuk proses fotokatalis sehingga memudahkan terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan pembentukan *hole* pada pita valensi saat diinduksikan cahaya ultraviolet.
2. TiO_2 tahan terhadap photodegradasi .
3. Mampu menyerap sinar ultraviolet dengan baik.
4. Memiliki kestabilan kimia dalam interval pH yang besar (0 sampai 14)
5. Bersifat inert dan tidak larut dalam reaksi baik secara biologis maupun kimia.
6. Tidak beracun
7. Secara umum memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis lain seperti ZnO , CdS , WO_3 , dan SnO_2
8. Memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi
9. Relatif murah

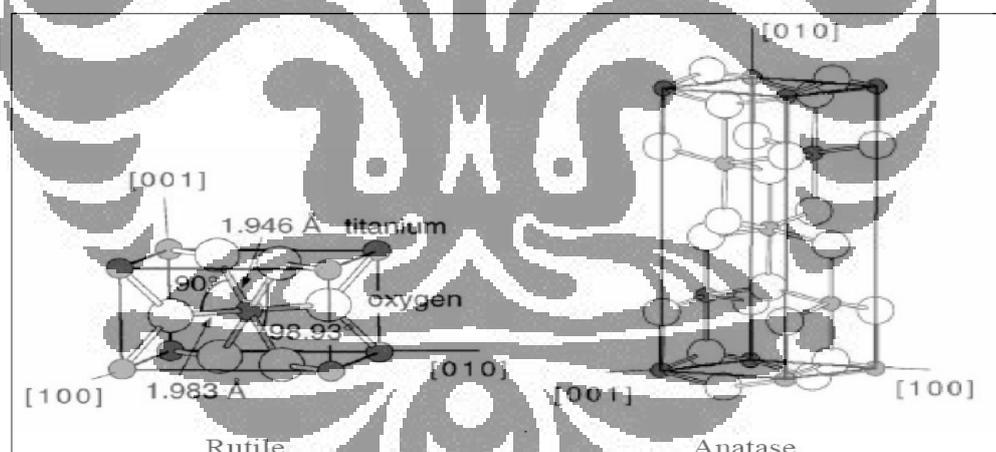
Titanium dioksida secara alami terdiri dari 3 bentuk kristal, yaitu anatase, brookite dan rutil. Kristal-kristal ini terkadang memiliki pengotor seperti besi, kromium, ataupun vanadium dalam jumlah yang kecil (Othmer,2004). Perbedaan diantara ketiga bentuk kristal dari TiO_2 dapat dilihat pada tabel 2.3 .

Anatase merupakan bentuk alotropik yang paling aktif dibandingkan bentuk lainnya. Secara termodinamika, bentuk anatase lebih stabil dan pembentukannya secara kinetik lebih baik pada suhu rendah. Temperatur rendah ini dapat menjelaskan luas permukaan yang tinggi untuk adsorpsi dan untuk katalisis (Herman,1999).

Tabel 2.3 Perbandingan sifat dari berbagai bentuk kristal TiO₂ (Gopal , 1997)

Sifat	Anatase	Brookite	Rutile
Bentuk Kristal	Tetragonal	Orthorombik	Tetragonal
Band gap, eV	3.25	3.05	3.00
Banyaknya TiO ₂ / unit sel	4	8	2
Volume per TiO ₂ ,nm ³	0.03407	0.03211	0.03122
Massa jenis teoritis, kg/m ³	3895	4133	4250
Tingkat kekerasan, skala Moh	5.5 – 6	5.5 – 6	7 – 7.5

Kedua bentuk kristal TiO₂ yaitu anatase ataupun rutile dapat menyerap sinar ultraviolet. Jangkauan sinar yang dapat diserap oleh rutile lebih besar akan tetapi bentuk anatase memiliki aktivitas katalitik yang lebih besar. Hal ini dikarenakan perbedaan struktur energi diantara kedua jenis kristal dimana pita konduksi dari kristal anatase lebih dekat dengan posisi pita valensi sehingga kekuatan reduksi dari kristal anatase ini menjadi lebih besar dibandingkan rutile (Amemiya,2004). Dengan adanya perbedaan posisi pita konduksi inilah maka secara keseluruhan aktivitas fotokatalitik dari kristal anatase lebih besar dibandingkan kristal berbentuk rutile.

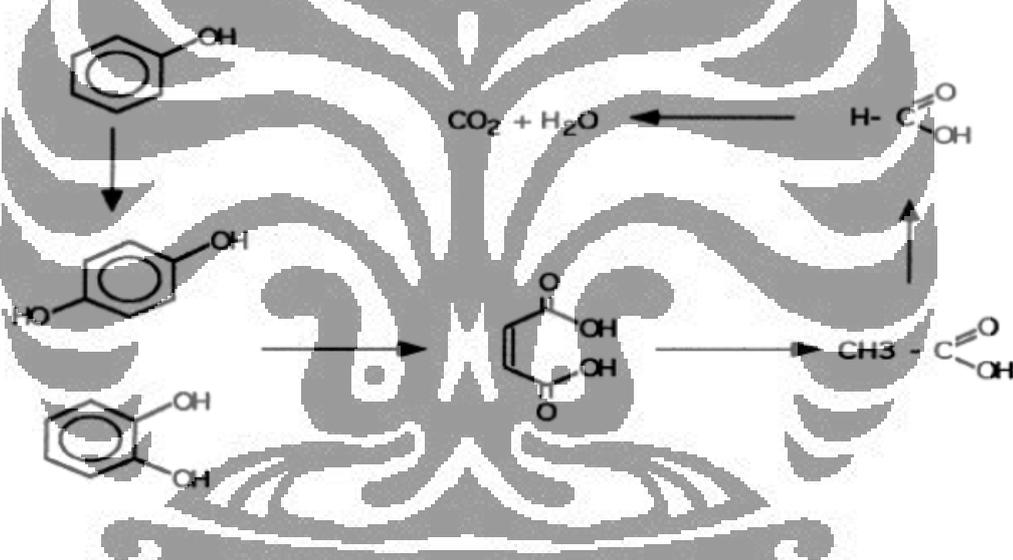
**Gambar 2.5** Struktur Kristal TiO₂.

2.6 Proses Degradasi Bakteri, Fenol dan Logam Berat Krom oleh Fotokatalisis

Kematian sel bakteri oleh fotokatalisis disebabkan berkurangnya permeabilitas sel. Kontak pertama fotokatalis dengan sel terjadi pada dinding sel, dimana reaksi oksidasi oleh fotokatalis akan merusak dinding sel bakteri. Bakteri dengan dinding sel yang rusak masih merupakan bakteri yang sehat, namun tanpa

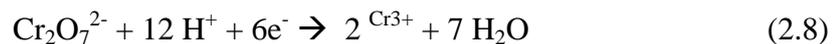
perlindungan. Setelah menghilangkan perlindungan dinding sel, selanjutnya reaksi oksidasi terjadi di membran sitoplasma, Kerusakan oksidatif yang terjadi akan semakin meningkatkan permeabilitas sel, dan menyebabkan isi dalam sel mengalir bebas keluar sel yang menyebabkan kematian sel. Partikel TiO_2 yang bebas juga dapat mencapai membran sel yang sudah rusak, dan serangan langsung tersebut dapat mempercepat kematian sel (Huang et al, 1999).

Proses oksidasi fenol secara fotokatalitik menggunakan katalis *silica-supported titania* diawali dengan proses hidroksilasi molekul membentuk *hydroquinone* dan *cathecol*, yang kemudian teroksidasi menjadi *maleic acid*. Asam ini kemudian teroksidasi menjadi *acetic acid* dan *formic acid*, yang pada akhirnya teroksidasi menjadi karbondioksida dan air (Gambar 2.6) (Alemany, 1997).



Gambar 2.6 Mekanisme degradasi fenol melalui reaksi fotokatalitik

Proses reduksi logam berat krom melalui reaksi fotokatalisis telah diusulkan oleh beberapa peneliti, baik pada pH asam, netral atau basa. Mekanisme yang diusulkan pada suasana asam adalah sebagai berikut (Prihanto, 2000)



Sedangkan dalam suasana netral atau basa, reaksi yang terjadi adalah :



2.7 Peristiwa Adsorpsi

Proses adsorpsi adalah peristiwa tertariknya suatu molekul tertentu dari fluida (cair atau gas) pada permukaan zat padat (adsorben). Hal ini terjadi karena adanya ketidakseimbangan gaya-gaya molekul pada zat padat, yang cenderung menarik molekul lain yang bersentuhan pada permukaannya. Zat yang terserap pada permukaan padatan disebut fasa teradsorpsi (adsorbat) sedangkan zat yang menarik disebut adsorben (Maron, 1990).

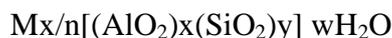
Berdasarkan interaksi molekulnya, adsorpsi dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika terjadi jika molekul yang diserap hanya sebatas diserap di permukaan saja tanpa terjadi reaksi antara molekul adsorbat dengan adsorben. Pada adsorpsi fisika molekul hanya terikat lemah karena adanya gaya van der Waals. Adsorpsi fisika berlangsung cepat, reversibel dan panas adsorpsinya rendah. Sedangkan pada adsorpsi kimia terjadi reaksi antar molekul adsorbat dengan adsorben sehingga ikatan yang terbentuk cenderung lebih kuat. Proses adsorpsi kimia bersifat tidak reversibel dan terjadi pada suhu tinggi (Maron, 1990).

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi antara lain adalah tekanan, suhu, ukuran pori adsorben, kepolaran adsorben, luas permukaan adsorben dan kemurnian adsorben. Molekul yang dapat teradsorpsi adalah molekul yang berdiameter sama atau lebih kecil dari diameter adsorben. Adsorben polar, contohnya zeolit dan silika gel bersifat hidrofilik dan cenderung menarik molekul polar sedangkan adsorben non polar seperti karbon aktif dan silicalite bersifat hidrofobik dan cenderung menarik molekul non polar (Dwi, 2007). Jumlah molekul adsorbat yang dapat diadsorpsi akan bertambah dengan bertambahnya luas permukaan adsorben. Adsorben yang tidak banyak mengandung zat-zat pengotor lain akan mempunyai daya adsorpsi yang lebih baik.

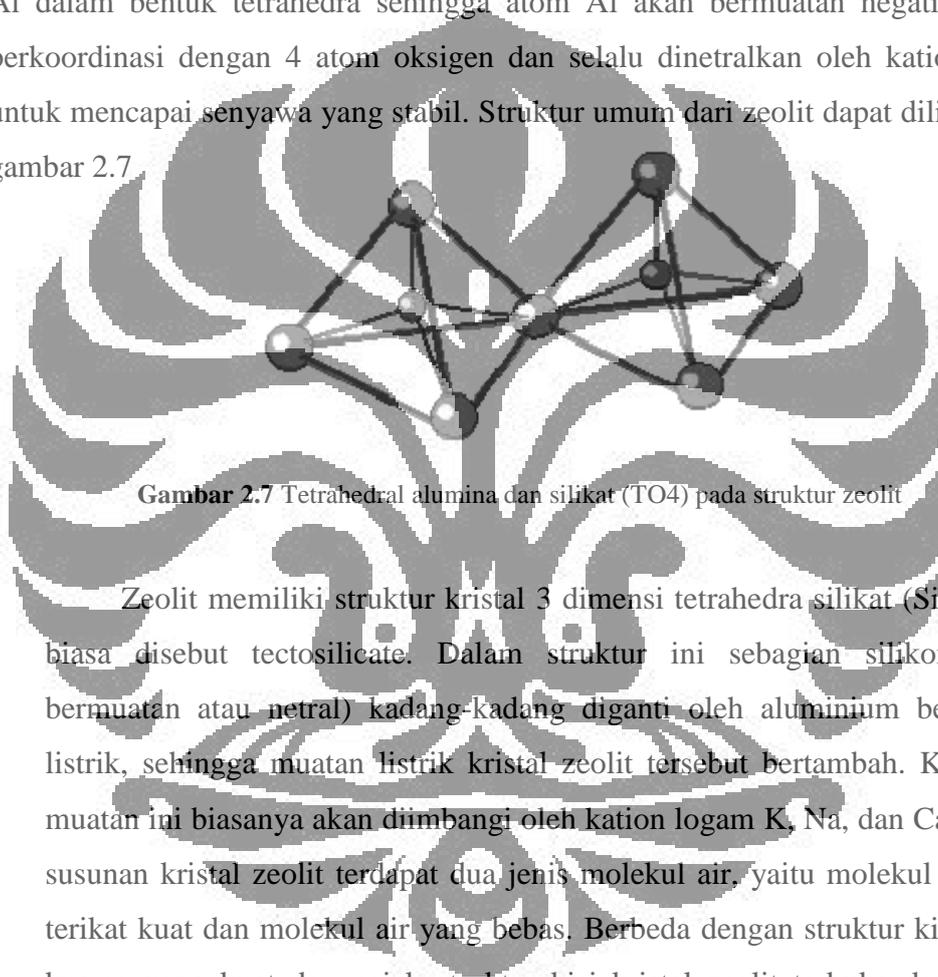
2.8 Zeolit

Mineral zeolit telah diketahui sejak tahun 1755, meskipun demikian penggunaan mineral zeolit untuk industri baru dimulai tahun 1940 dan 1973. Mineral zeolit bukan merupakan mineral tunggal, melainkan terdiri dari beberapa unsur. Secara umum zeolit merupakan senyawa alumino silikat hidrat dengan

logam alkali tanah. Rumus kimia dari zeolit secara umum dapat ditulis sebagai berikut:



Ikatan ion Al-Si-O adalah pembentuk struktur kristal, sedangkan logam alkali adalah kation yang mudah bertukar (*exchangeable cation*). Jumlah air menunjukkan jumlah pori-pori atau volume ruang hampa yang akan terbentuk jika unit sel kristal zeolit dipanaskan (Dwi: 2007). Pada struktur zeolit, semua atom Al dalam bentuk tetrahedra sehingga atom Al akan bermuatan negatif karena berkoordinasi dengan 4 atom oksigen dan selalu dinetralkan oleh kation alkali untuk mencapai senyawa yang stabil. Struktur umum dari zeolit dapat dilihat pada gambar 2.7.



Gambar 2.7 Tetrahedral alumina dan silikat (TO4) pada struktur zeolit

Zeolit memiliki struktur kristal 3 dimensi tetrahedra silikat (Si_4^{-4}) yang biasa disebut tectosilicate. Dalam struktur ini sebagian silikon (tidak bermuatan atau netral) kadang-kadang diganti oleh aluminium bermuatan listrik, sehingga muatan listrik kristal zeolit tersebut bertambah. Kelebihan muatan ini biasanya akan diimbangi oleh kation logam K, Na, dan Ca. Dalam susunan kristal zeolit terdapat dua jenis molekul air, yaitu molekul air yang terikat kuat dan molekul air yang bebas. Berbeda dengan struktur kisi kristal kuarsa yang kuat dan pejal, struktur kisi kristal zeolit terbuka dan mudah terlepas. Volume ruang hampa dalam struktur zeolit cukup besar kadang-kadang mencapai 50 Angstrom, sedangkan garis tengah ruang hampa tersebut bermacam-macam, berkisar antara 2 Å hingga lebih dari 8 Å (Dwi : 2007).

Ketersediaan zeolit di Indonesia cukup melimpah karena sebagian besar wilayah Indonesia terdiri dari batuan gunung api yang merupakan sumber mineral zeolit. Beberapa jenis zeolit alam yang sudah biasa digunakan di

Indonesia berasal dari Lampung, Malang dan Bayah. Setiap zeolit tersebut memiliki karakteristik yang berbeda-beda, secara umum zeolit alam Lampung memiliki komposisi yang didominasi oleh Klinoptilolit sedangkan zeolit alam Malang didominasi oleh Mordenit. Perbedaan utama dari Kristal klinoptilolit dan mordenit adalah pada kandungan Si/Al, klinoptilolit cenderung memiliki rasio Si/Al yang jauh lebih rendah dari Mordenit (Handoko,2002). Data dari beberapa Kristal zeolit yang sering ditemui di alam ditunjukkan pada tabel 2.4 berikut:

Tabel 2.4. Ukuran Rongga dan rasio Si/Al beberapa jenis zeolit

Jenis Zeolit	Ukuran Rongga (Å)	Rasio Si/Al
Analsim	2.6	4
Klinoptilolit	3.7 x 4.2	4
Erionit	3.6 x 5.5	5
ferrit	3.6 x 5.2	11
Mordenit	6.7 x 7.0	10
Filipsit	4.2 x 4.4	4.4

2.9 Adsorpsi oleh zeolit

Sebagai adsorben, zeolit adalah mineral yang unik. Pada kondisi normal, pusat rongga yang besar dan pori-pori zeolit terisi oleh molekul air membentuk bola-bola hidrat disekeliling kationnya. Setelah air dihilangkan maka molekul-molekul dengan diameter tertentu akan dapat melewati dan menempati pori-pori dan rongga dari zeolit dan molekul yang terlalu besar akan ditolak.

Zeolit yang merupakan adsorben polar cenderung bersifat hidrofilik dan mampu menyerap zat organik/anorganik. Kepolaran molekul yang akan diadsorp juga mempengaruhi daya adsorp zeolit. Molekul-molekul polar lebih kuat di adsorp daripada yang kurang polar apabila diameter molekul sebanding. Molekul-molekul yang lebih polar dapat menggantikan molekul yang kurang polar yang lebih dulu di adsorpnnya. (Meta, 2006).

Kemampuan zeolit menyerap zat organik/anorganik bergantung dari rasio Si/Al dalam zeolit. Semakin rendah rasio Si/Al maka zeolit akan cenderung memilih molekul yang polar (air, NH_3) untuk di adsopsi, sedangkan semakin tinggi rasio Si/Al maka zeolit cenderung memilih molekul non-polar untuk diadsrop. Hal ini terjadi karena semakin rendah rasio Si/Al maka dalam zeolit

akan timbul gradien medan elektromagnet yang semakin besar sehingga molekul polar berinteraksi lebih kuat dengan medan elektronik itu daripada molekul non polar (Handoko, 2002, Jansen, 1994).

2.10 Adsorpsi oleh Karbon Aktif

Karbon aktif umumnya di buat dengan dekomposisi termal dari material diikuti oleh aktivasi dengan steam atau CO₂ pada temperature elevasi (700 – 1100 C). Struktur karbon aktif terdiri atas mikrokristal dasar graphit, tetapi mikrokristal ini berpotongan bersama secara cak dan permukaan antar kristalnya berbentuk mikroskopis (Figueredo, 1986). Ukuran pori dari karbon aktif dibedakan menjadi tiga, yaitu micropore (lebih kecil dari 20 Å), mesopore (antara 20 sampai 500 Å) dan macropore (lebih besar dari 500 Å) (Kahn, 2003).

Sifat adsorpsi karbon aktif tidak tetap karena dipengaruhi oleh struktur pori dan komposisi kimia. Komponen yang menentukan kekuatan adsorpsi permukaan karbon aktif adalah penyebaran komponen dari gaya Van der Waals, terutama gaya dispersi london (wikipedia.org). Tiga tahapan utama dari adsorpsi adalah:

1. Difusi molekul melalui cairan
2. Difusi molekul melalui lapisan film tipis yang mengelilingi partikel karbon.
3. Difusi molekul melalui pori ke permukaan karbon.
4. Adsorpsi.

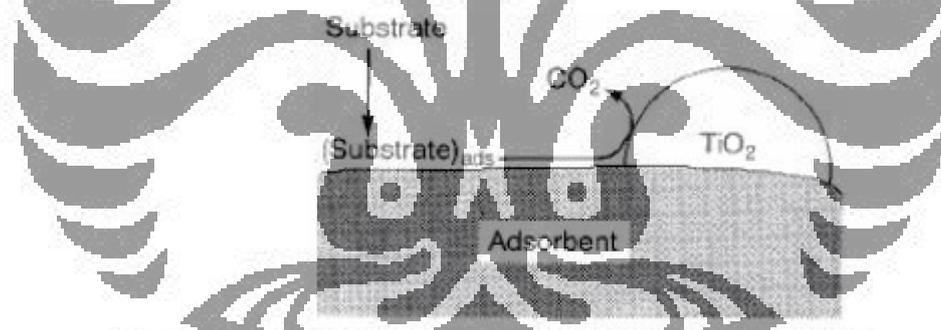
Tahap 1, 2 dan 4 merupakan tahap yang cepat sedangkan tahap 3 merupakan tahap yang dipengaruhi oleh ukuran pori yang merupakan tahap yang menentukan.

Karbon aktif bekerja dengan adsorpsi fisik. Banyaknya pori yang dimiliki membuatnya memiliki luas permukaan yang besar untuk mengumpulkan kontaminan. Adsorpsi terjadi karena adanya perbedaan konsentrasi antara larutan dan pori karbon aktif, sehingga polutan akan berpindah dari larutan ke pori-pori karbon. Polutan pada air bisa teradsorpsi karena daya tarik dari karbon aktif lebih besar daripada gaya yang membuat polutan tersebut tetap berada pada larutan (tigg.com).

2.11 Adsorben sebagai penyangga fotokatalis.

Salah satu tahapan kritis dalam proses fotokatalisis adalah produksi radikal $\text{OH}\cdot$ yang terjadi di permukaan katalis dan proses rekombinasi antara hole dengan elektron yang terjadi di katalis. Reaksi reduksi-oksidasi akan terjadi di permukaan katalis, oleh sebab itu perlu dilakukan upaya untuk mengkonsentrasikan zat yang akan didegradasi di permukaan katalis. Penggunaan adsorben akan membantu mengkonsentrasikan zat yang akan didegradasi di sekitar permukaan katalis sehingga diharapkan proses degradasi yang terjadi dapat lebih optimal.

Penelitian mengenai penggunaan adsorben sebagai penyangga fotokatalis telah dilakukan sebelumnya dan disimpulkan bahwa penggunaan adsorben sebagai penyangga dapat meningkatkan laju fotodekomposisi prozamide, propionaldehyde dan pyridine bila dibandingkan dengan tidak menggunakan adsorben sebagai penyangga (Takeda, 1995 ; Yoneyama, 2000 ; Torimoto, 1996 ; Sampath, 1994). Dan dari penelitian tersebut juga diperoleh ilustrasi mekanisme degradasi polutan pada adsorben yang berfungsi sebagai penyangga,



Gambar 2.8 Penggunaan Adsorben sebagai penyangga fotokatalis (Torimoto, 1996)

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan manfaat penggunaan adsorben sebagai penyangga TiO_2 (Takeda, 1995 ; Yoneyama, 2000 ; Torimoto, 1996 ; Matsuoka, 2003) adalah :

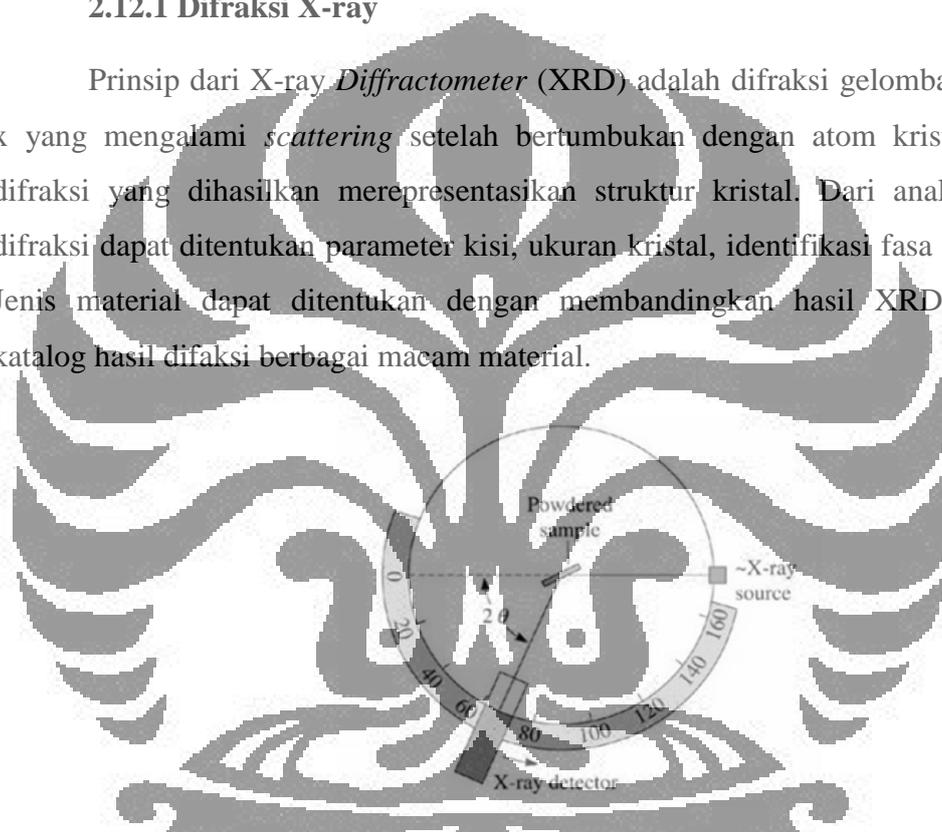
1. Meningkatkan konsentrasi senyawa yang akan didegradasi pada sekitar ruang TiO_2 sehingga dapat meningkatkan laju reaksi.
2. Meningkatkan kemampuan adsorpsi katalis. Bila kemampuan adsorpsi meningkat maka kinetika fotokatalitik meningkat karena fotokatalis dapat langsung mengoksidasi polutan tersebut.

3. Penggunaan penyangga dapat mendispersikan fotokatalitik TiO_2 sehingga luas permukaan katalis menjadi lebih besar dan fotokatalisis menjadi lebih aktif.
4. Polutan teradsorpsi oleh penyangga kemudian dioksidasi oleh fotokatalis, sehingga intermediate yang terbentuk pun akan teradsorpsi oleh penyangga yang selanjutnya akan dioksidasi lagi.

2.12 Karakterisasi Katalis

2.12.1 Difraksi X-ray

Prinsip dari X-ray *Diffraction* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar x yang mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal. Dari analisa pola difraksi dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, identifikasi fasa kristalin. Jenis material dapat ditentukan dengan membandingkan hasil XRD dengan katalog hasil difraksi berbagai macam material.



Gambar 2.9. Diagram Alat difraksi sinar X

Metoda yang biasa dipakai adalah memplot intensitas difraksi XRD terhadap sudut difraksi 2θ . Intensitas akan meninggi pada nilai 2θ yang terjadi difraksi, Intensitas yang tinggi tersebut dalam grafik terlihat membentuk puncak-puncak pada nilai 2θ tertentu

Pelebaran puncak bisa diartikan material yang benar-benar amorph, butiran yang sangat kecil dan bagus, atau material yang memiliki ukuran kristal sangat kecil melekat dengan struktur matrix yang amorph. Dari lebar puncak pada

grafik XRD, ukuran kristal yang terbentuk dapat dihitung menggunakan persamaan Scherrer (2.12)

$$L = \frac{K\lambda}{(\beta \cos\theta)} \quad (2.12)$$

dengan :

L = ukuran kristal (nm)

λ = panjang gelombang radiasi sinar X-Ray (Cu K α = 0.154118 nm)

K = 0.89

β = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi

θ = sudut pengukuran (sudut difraksi)

Persamaan Scherrer diperoleh dengan asumsi puncak kristal memiliki profil Gauss dan merupakan kristal kubus yang ukurannya kecil. Sedangkan komposisi antara kristal rutil dan anatase dihitung dengan persamaan 2.13 (Suryanarayana, 1998).

$$X = \left(1 + \frac{0,8I_A}{I_R}\right)^{-1} \quad (2.13)$$

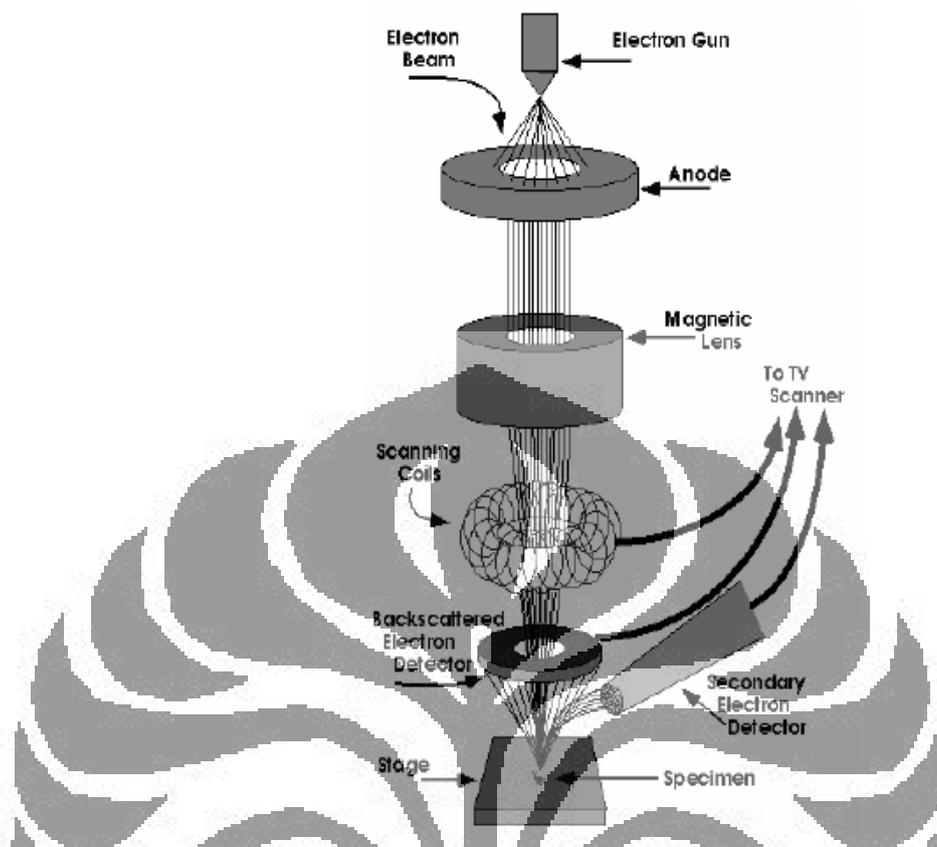
dimana :

X = fraksi berat rutil dalam serbuk katalis

I_A dan I_R = intensitas X-Ray pada puncak anatase dan rutil (kcp)

2.12.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan pencitraan material dengan menggunakan prinsip mikroskopi. Mirip dengan mikroskop optik, namun tidak menggunakan cahaya, SEM menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik sebagai lensanya.



Gambar 2.10 Diagram Scanning Electron Microscope

Elektron diemisikan dari katoda (elektron gun) melalui efek foto listrik dan dipercepat menuju anoda. Filamen yang digunakan biasanya adalah tungsten atau lanthanum hexaboride (LaB_6). Scanning coil, akan mendefleksikan berkas electron menjadi sekumpulan array (berkas yang lebih kecil), disebut scanning beam dan lensa obyektif (magnetik) akan memfokuskannya pada permukaan sampel (Sartono, 2006).

Elektron kehilangan energi pada saat tumbukan dengan atom material, akibat scattering dan absorpsi pada daerah interaksi dengan kedalaman 100 nm sampai 2 μm . Ini membuat material akan meradiasikan emisi meliputi sinar-X, elektron Auger, back-scattered electron dan secondary electron. Pada SEM, sinyal yang diolah merupakan hasil deteksi dari secondary electron yang merupakan elektron yang berpindah dari permukaan sampel.

SEM dipakai untuk mengetahui struktur mikro suatu material meliputi tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel.

Morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran dan susunan partikel. EDX (Energy Dispersive X-ray), merupakan karakterisasi material menggunakan sinar-x yang diemisikan ketika material mengalami tumbukan dengan elektron. Sinar-x di emisikan dari transisi elektron dari lapisan kulit atom, karena itu tingkat energinya tergantung dari tingkatan energi kulit atom. Setiap elemen di dalam tabel periodik atom memiliki susunan elektronik yang unik, sehingga akan memancarkan sinar-x yang unik pula. Dengan mendeteksi tingkat energi yang dipancarkan dari sinar-x dan intensitasnya, maka dapat diketahui atom-atom penyusun material dan persentase masanya (Sartono, 2006).

2.12.3 BET

Karakterisasi BET bertujuan untuk melihat luas permukaan dari suatu material. Metode BET dipublikasikan oleh *Brunauer, Emmet dan Teller* pada tahun 1938 yang lebih dikenal dengan metode model adsorpsi fisika dari uap dalam padatan. Metode BET berdasarkan model yang sangat sederhana dan hanya menggambarkan sebagian kecil adsorpsi isotermal yang digunakan untuk menentukan luas permukaan spesifik dari padatan. Biasanya digunakan untuk padatan yang tidak berpori, macroporous dan mesoporous. Metode BET ini didasarkan pada penentuan volume molekul yang teradsorp secara fisika setebal satu lapis molekul (*monolayer*) pada permukaan padatan (V_m). Asumsi yang digunakan dalam teori BET adalah adsorpsi berlapis banyak (*multilayer*), V_m yang dihitung adalah jumlah volume lapisan terluar. Persamaan BET yang digunakan dapat dilihat di persamaan 2.14 (Maron, 1990) :

$$\frac{\left(\frac{P}{P_0}\right)}{V\left(1-\frac{P}{P_0}\right)} = \frac{1}{C.V_m} + \left[\frac{(C-1)}{C.V_m}\right]\left(\frac{P}{P_0}\right) \quad 2.14$$

dimana,

- P : tekanan gas saat adsorpsi
- P₀ : tekanan jenuh adsorbat gas pada temperatur percobaan
- V : volume gas yang diadsorp pada tekanan P
- V_m : volume gas yang diadsorb untuk monolayer

- C : konstanta sebagai fungsi eksponensial dari panas adsorpsi dan panas pencairan, $C = \exp (Q_a - Q_p)/R$
- Qa : panas adsorpsi pada *layer* pertama
- Qb : panas pencairan gas pada *layer* yang lain

Pada prinsipnya persamaan BET yang digunakan dapat menggambarkan type-type adsorpsi isothermal yang dibatasi hanya pada luas permukaan. Metode BET dapat digunakan untuk gas yang mudah terkondensasi, tetapi umumnya digunakan gas dengan ukuran molekul kecil seperti nitrogen, gas krypton, argon ataupun karbondioksida dapat pula digunakan sebagai gas adsorbat.

2.13 Metode Aerob Plate Count

Metode aerob plate count merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk memperkirakan jumlah bakteri dalam suatu sample. Dalam metode ini diasumsikan setiap koloni terbentuk dari satu sel bakteri. Hasil akhir dari metode ini adalah jumlah koloni per ml sample bukan jumlah bakteri (Colemann, 2006).

Metode ini didasarkan pada prinsip pengenceran (dilusi). Sampel akan dimasukkan ke dalam media nutrien dan di inkubasi hingga terbentuk koloni. Pengenceran dilakukan untuk mempermudah perhitungan jumlah koloni, jika tidak dilakukan pengenceran maka akan terlalu banyak koloni bakteri yang menutupi petri. Pengenceran dilakukan hingga pengenceran 1 : 1000. Jumlah bakteri dihitung dengan persamaan (ISO 4883, 2003) :

$$N = \frac{\sum c}{V \cdot d} \quad (2.15)$$

dengan

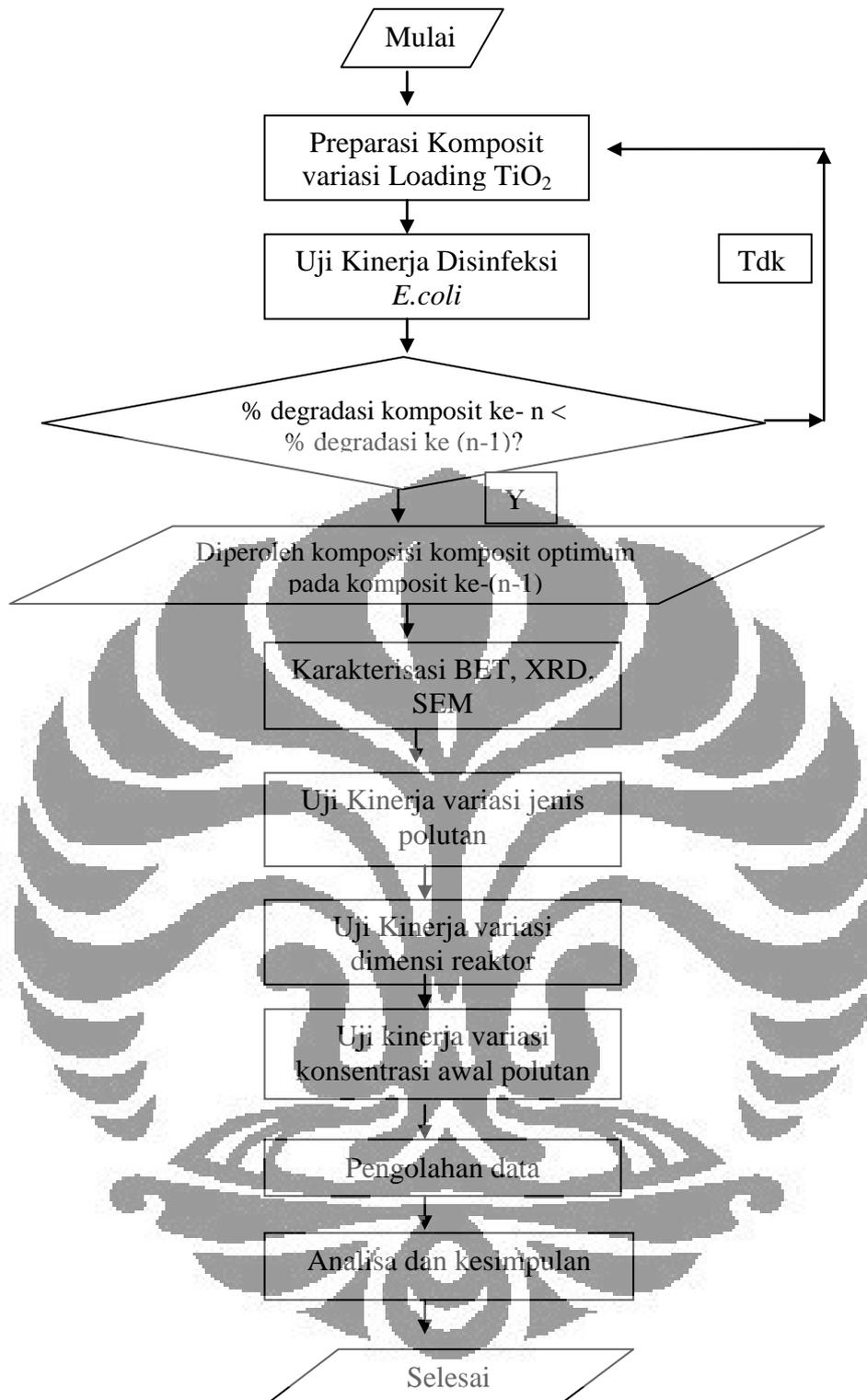
- N : total koloni bakteri per ml sample
- c : total koloni yang terhitung di plate
- V : Volume Sample
- d : faktor pengenceran

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian dimulai dengan melakukan sintesis terhadap komposit yang akan digunakan, dilanjutkan dengan melakukan uji kinerja terhadap disinfeksi *E.coli* dan evaluasi apakah komposit tersebut merupakan komposit dengan komposisi optimum. Setelah didapatkan komposisi komposit optimum dilakukan karakterisasi terhadap komposit optimum tersebut. Karakterisasi yang dilakukan adalah karakterisasi BET, XRD dan SEM/TEM. Karakterisasi BET bertujuan untuk mengetahui luas permukaan komposit, XRD digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan komposisinya sedangkan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari komposit. Tahap berikutnya adalah melakukan uji kinerja komposit dengan variasi jenis polutan, variasi dimensi reaktor dan variasi konsentrasi awal polutan.

Sejumlah tertentu dari limbah dimasukkan ke dalam air, kemudian air tersebut dimasukkan ke dalam fotoreaktor yang telah terintegrasi dengan komposit. Air keluaran dari fotoreaktor akan dianalisis untuk mengetahui kandungan akhir dari limbah. Penentuan jumlah bakteri *E.coli* dilakukan dengan metode Total Plate Count sedangkan analisa fenol dan logam Cr dilakukan dengan menggunakan UV-Vis Spektroskopi. Secara umum diagram alir penelitian ini adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Peralatan dan bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

3.2.1 Peralatan Sintesis Komposit

- Beaker glass 250 mL, 500 mL dan 1000 mL
- Gelas ukur
- Corong
- Spatula
- Pipet tetes
- Stop watch
- Cawan porselen
- Magnetik Stirrer
- *Atmospheric furnace digital*
- *Spray Gun*

3.2.2 Peralatan Karakterisasi Komposit

- Simadzu XRD-7000 X-RAY DIFFRACTOMETER MAXIMA_X untuk karakterisasi XRD
- JEOL JSM-6390 A Analytical Scanning Electron Microscope untuk karakterisasi SEM – EDX dan Mapping
- Quantachrome Novawin2 – Data Acquisition and Reduction untuk karakterisasi BET

3.2.3 Peralatan Uji Aktivitas dan Analisa Produk

- Labu Erlenmeyer
- Tabung reaksi
- Cawan petri
- Spatel
- Yellow tip
- Blue tip
- Spidol

- Beaker Glass
- Kaca Arloji
- Kuvet
- Labu Pengencer

3.2.4 Bahan Sintesis Komposit

- TiO₂ Degussa P-25
- *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) 98%
- Karbon Aktif Granular
- Zeolit Alam Lampung
- HCl
- HF
- NH₄Cl
- H₂O
- HNO₃

3.2.5 Bahan Limbah Jamak

- Bakteri *E. Coli*
- Serbuk K₂Cr₂O₇
- Kristal Fenol
- Diphenil Karbazit
- Aseton
- H₂SO₄ 10%
- HN₄OH
- Ammoniak 25%
- Larutan 4-aminoantipirin
- K₃Fe(CN)₆
- Buffer Phospat

3.2.6 Bahan Karakterisasi Fotokatalis

- Komposit ZAL-AC-TiO₂ yang dibuat

3.2.7 Bahan Uji Aktivitas dan Analisa Produk

- Air sampel keluaran fotoreaktor

3.3 Tahapan Sintesis Komposit

Untuk membuat komposit TiO₂-ZAL-AC diperlukan beberapa tahapan yaitu tahap preparasi zeolit dan tahap penggabungan karbon aktif, zeolit dan TiO₂. Tahap preparasi zeolit bertujuan untuk meningkatkan kestabilan dan luas permukaan dengan metode dealuminasi, pertukaran ion dan kalsinasi. Sedangkan tahap penggabungan karbon aktif, zeolit dan TiO₂ bertujuan untuk mengkombinasikan ketiga bahan tersebut menjadi suatu komposit, tahap ini dilakukan dengan metode sol-gel, pada tahap penggabungan ketiga bahan ini akan dilakukan variasi komposisi dari TiO₂, sehingga akan diperoleh komposit dengan komposisi yang berbeda.

3.3.1 Tahap Preparasi Zeolit

Zeolit yang akan digunakan adalah zeolit alam Lampung, sebelum digunakan zeolit digerus terlebih dahulu, dicuci dengan air kemudian dikeringkan. setelah itu zeolit alam diaktifkan dengan tahapan sebagai berikut:

- Tahap dealuminasi

Tahapan ini bertujuan untuk mengurangi kadar alumina zeolit dan untuk meningkatkan luas permukaan zeolit serta melarutkan senyawa-senyawa pengganggu yang ada dalam zeolit.

- Tahap pertukaran ion

Tahapan ini bertujuan untuk pembersihan pengotor dan penguat struktur kristal zeolit serta untuk mempermudah modifikasi zeolit yang akan digunakan sebagai adsorben.

- Tahap kalsinasi

Tahapan ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air yang terperangkap pada pori-pori zeolit dan menguapkan senyawa organik atau gas-gas yang berasal dari sisa asam.

Prosedur preparasi zeolit secara detail adalah sebagai berikut:

1. Menggerus zeolit alam Lampung hingga halus.
2. Merendam 50 gram zeolit dengan 200 ml larutan HF 2% selama 10 menit disertai pengadukan menggunakan magnetik stirrer. Setelah itu zeolit dibilas dengan air demin dan disaring. Perendaman zeolit dalam larutan HF ini bertujuan untuk mengurangi kadar Al dan melarutkan oksida pengotor yang terdapat dalam zeolit.
3. Merendam zeolit dengan 200 ml larutan HCl 6 M pada suhu 90 C selama 30 menit. Kemudian zeolit dibilas dengan air demin dan disaring. Perendaman dalam HCl ini bertujuan untuk membersihkan Al yang telah dilarutkan oleh HF yang masih berada dalam rangka.
4. Merendam zeolit dalam 200 ml larutan NH_4Cl 0.1 M selama 5 hari. Perendaman zeolit dalam NH_4Cl ini bertujuan untuk memperkuat struktur baru yang terbentuk karena proses dealuminasi oleh HCl.
5. Mengkalsinasi zeolit tersebut dalam furnace pada suhu 500 C selama 5 jam. Kalsinasi bertujuan untuk menguapkan kandungan air yang terperangkap dalam kristal zeolit.

3.3.2 Tahap Preparasi Karbon Aktif

1. Menggerus karbon aktif hingga halus.
2. Mencuci karbon aktif dengan air kran hingga bersih. Karbon aktif dikatakan bersih jika air hasil cucian sudah tidak lagi berwarna hitam.
3. Mengeringkan karbon aktif dalam furnace pada suhu 250 C selama 1 jam.

3.3.3 Tahap Sintesis Komposit

Akan dilakukan variasi terhadap jumlah zeolit, karbon aktif maupun TiO_2 dalam komposit yang akan dibuat. Dari penelitian sebelumnya, diketahui bahwa komposisi optimal karbon aktif untuk disinfeksi *E.coli* adalah 2% berat karbon

aktif dan komposisi optimal zeolit untuk penyisihan fenol adalah sekitar 80% berat zeolit. Berdasarkan hal ini, akan dilakukan variasi sebagai berikut:

Tabel 3.1 Variasi Berat zeolit-karbon aktif-TiO₂

Berat total komposit yang ingin dibuat : ± 3 Gram komposit				
No	Berat Zeolit [g]	Berat Karbon Aktif [g]	Berat TiO ₂ [g]	Rasio massa ZAL : AC : TiO ₂
1	2,4	0,06	0,3	87:2:11
2	2,4	0,06	0,5	81:2:17
3	2,4	0,06	0,6	78:2:20
4	2,4	0,06	0,8	74:2:25

❖ Pembuatan komposit

1. Melarutkan sejumlah berat TiO₂ dalam air demin dengan perbandingan 1:10 kemudian Menambahkan beberapa tetes HNO₃ dan beberapa tetes TEOS, disonikasi selama 10 menit.
2. Mencampurkan zeolit dan karbon aktif ke dalam sol TiO₂ yang terbentuk kemudian disonikasi selama 10 menit.
3. Melapiskan sol komposit ke support dengan metode spray coating.
4. Mengkalsinasi komposit pada suhu 120 C selama 2 jam.

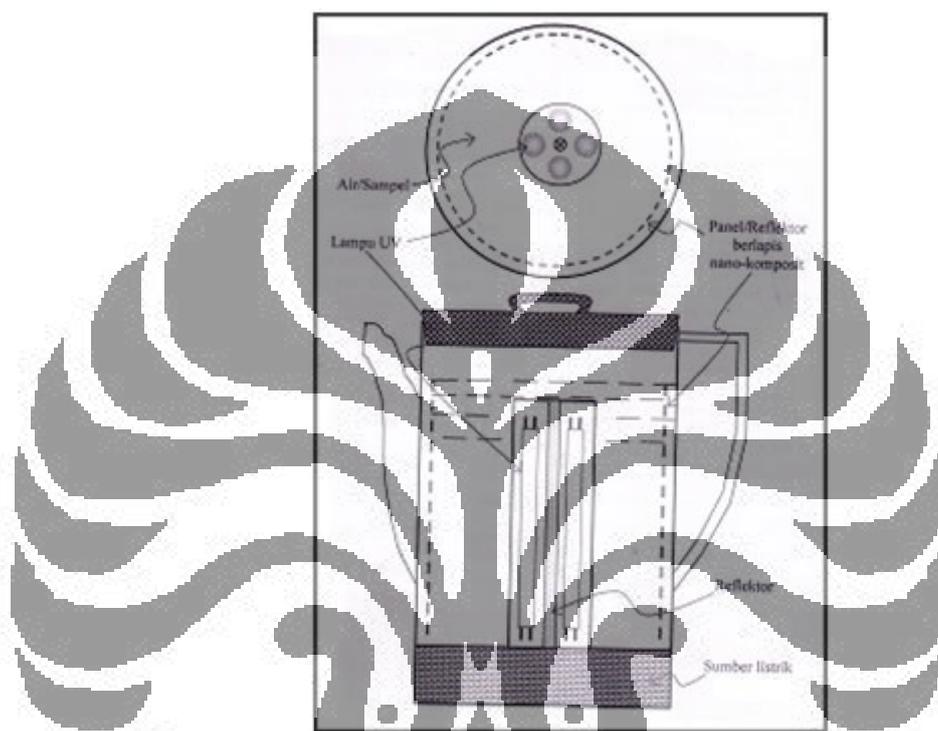
3.4 Tahap Karakterisasi komposit

Tahapan ini bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat dari komposit yang dibuat. Karakterisasi komposit yang akan dilakukan adalah karakterisasi XRD, SEM dan BET. Karakterisasi BET bertujuan untuk mengetahui luas permukaan aktif komposit, karakterisasi SEM bertujuan untuk melihat morfologi komposit dan karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dan komposisi kristal dari komposit.

3.5 Tahap Uji Kinerja Komposit

Tahapan ini bertujuan untuk mengetahui kinerja dari komposit yang dibuat. Komposit yang telah dibuat akan diintegrasikan dengan fotoreaktor,

kemudian ke dalam fotoreaktor akan dimasukkan air yang telah ditambahkan sejumlah tertentu limbah jamak. Untuk masing-masing komposit akan dilakukan variasi konsentrasi limbah awal. Fotoreaktor yang digunakan adalah fotoreaktor hasil rancangan sendiri, fotoreaktor ini didesain *portable* dengan tujuan utama dapat digunakan di rumah tangga. Berikut adalah skema fotoreaktor portable yang digunakan dalam penelitian ini:



Gambar 3.2 Skema Reaktor Portable

Desain fotoreaktor menyerupai bentuk teko, di tengah akan diletakkan 4 buah lampu UV yang panjangnya sekitar 30 cm. Lampu ini akan mensupply energi foton yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron pada fotokatalis. Di bagian bawah terdapat sistem baterai yang akan mensupply kebutuhan energi lampu. Dan di sekeliling dinding reaktor akan dilapisi oleh komposit yang telah dilapisi pada penyangga.

3.5.1 Penentuan variabel operasi

Variabel tetap

1. Jenis bakteri yang digunakan yaitu *E.coli*.
2. Jenis senyawa organik yang digunakan yaitu fenol.
3. Jenis logam berat yang digunakan yaitu Cr(VI).
4. Katalis yang digunakan berbasis TiO₂ Degussa P-25.

Variabel bebas

1. Komposisi komposit yang digunakan.
2. Konsentrasi limbah yang ditambahkan ke dalam air sebelum masuk ke dalam fotoreaktor.
3. Waktu pengambilan sample.

Variable terikat

1. Luas permukaan dari komposit.
2. Struktur kristal komposit.
3. Konsentrasi limbah di setiap interval waktu pengamatan.

3.5.2 Prosedur Pengambilan Data

Pada fotoreaktor diambil sampel air untuk setiap variabel bebas yang divariasikan. Untuk setiap komposit, sampel air diambil pada menit ke 0, 10, 20, 30 dan 60. Selanjutnya kandungan *E.coli* dalam sampel air akan dihitung dengan metode TPC (*total plate count*), kandungan fenol dan logam krom dihitung dengan menggunakan UV-Vis spektroskopi.

3.5.3 Prosedur Perhitungan Jumlah Koloni bakteri

Perhitungan jumlah bakteri yang terkandung dalam sample dilakukan dengan metode aerob plate count. Prosedur uji aerob plate count pada sampel air keluaran fotoreaktor adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan beberapa cawan petri berisi 10 mL NA (nutrien agar) yang sudah dicairkan dan menjaganya pada temperatur 45 °C.

2. Mengambil 1 mL sampel air dari fotoreaktor dan menambahkan 9 mL air distilasi, dikocok dalam erlenmeyer 1 untuk dilakukan pengenceran 10^{-1} kali.
3. Mengambil 1 mL sampel dari erlenmeyer 1 dan menambahkan 9 mL air distilasi, dikocok dalam erlenmeyer 2 untuk dilakukan pengenceran 10^{-2} kali.
4. Mengambil 1 mL sampel dari erlenmeyer 2 dan menambahkan 9 mL air distilasi, dikocok dalam erlenmeyer 3 untuk dilakukan pengenceran 10^{-3} kali.
5. Mengambil 1 mL sampel dari erlenmeyer 3, diletakkan dalam petri yang berisi medium agar.
6. Menginkubasi petri pada temperature 30 C selama 24 jam.
7. Menghitung koloni bakteri yang terbentuk di cawan secara manual.
8. Menghitung koloni bakteri per ml air dengan menggunakan persamaan 2.15 .

3.5.4 Prosedur Perhitungan Konsentrasi Fenol

• Kalibrasi Spektrofotometer untuk Larutan Fenol

1. Membuat larutan induk fenol berkonsentrasi 100 ppm.
2. Mengencerkan larutan induk fenol menjadi berkonsentrasi 0.5; 1; 1.5; 2; 2.5 dan 3 ppm.
3. Mengambil masing-masing 1 ml larutan yang telah diencerkan dan menempatkannya pada labu ukur 50 mL.
4. Kedalam masing-masing tabung dimasukkan 9 ml air demin.
5. Menambahkan 0.26 ml larutan NH_4OH 0.5 N pada masing-masing labu.
6. Menambahkan 0.24 ml larutan buffer pospat pada masing-masing labu.
7. Menambahkan 0.1 ml larutan 4-amino antipirin 2 % pada masing-masing labu.
8. Menambahkan 0.1 ml larutan $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 8% pada masing-masing labu.
9. Menganalisa larutan standar dengan UV-Vis spektrofotometer dengan panjang gelombang 500 nm.

- **Penentuan Konsentrasi Limbah di air keluaran fotoreaktor**

Prosedur penentuan kandungan fenol pada air dari fotoreaktor sama seperti langkah diatas.

3.5.5 Prosedur Perhitungan Konsentrasi Cr(VI)

- **Kalibrasi Spektrofotometer untuk Cr(VI)**

1. Membuat larutan induk Cr(VI) berkonsentrasi 50 ppm.
2. Mengencerkan hingga konsentrasinya menjadi 10; 20; 30; 40 ppm.
3. Mengambil masing-masing 2.5 mL larutan yang telah diencerkan dan dimasukkan ke dalam labu 50 ml.
4. Menambahkan air demin hingga volumenya 50 mL.
5. Menambahkan 5 tetes larutan H₂SO₄ 10%
6. Menambahkan 1 ml larutan diphenil carbazit ke dalam masing-masing labu.
7. Menganalisa larutan standar dengan UV-Vis spektrofotometer dengan panjang gelombang 540nm.

- **Penentuan konsentrasi limbah Cr(VI) di air keluaran fotoreaktor**

Proses penentuan kandungan Cr(VI) pada air dari fotoreaktor sama seperti langkah diatas.

3.5.6 Teknik Pengolahan Data

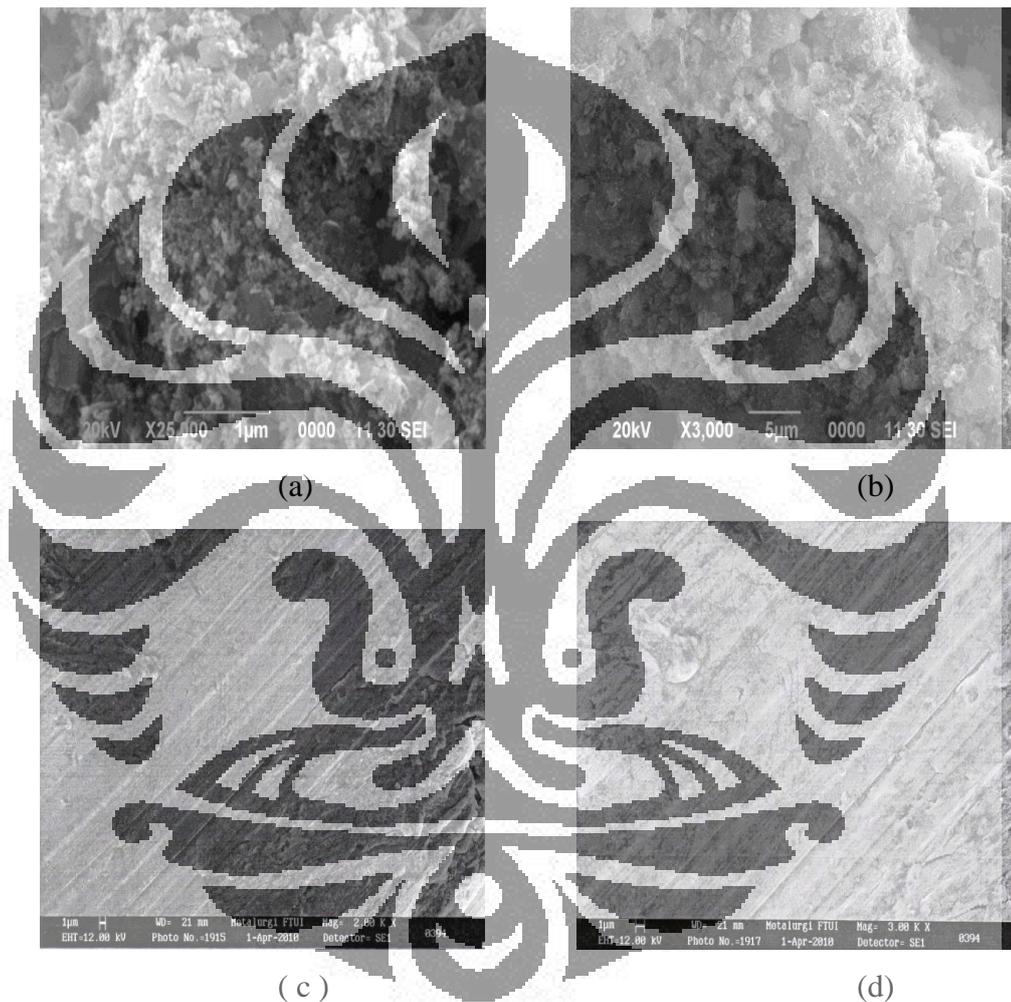
Untuk masing-masing jenis komposit, akan dibuat grafik antara konsentrasi limbah di akhir proses vs waktu. Dari grafik tersebut dapat dianalisis komposisi optimal dan waktu yang dibutuhkan untuk mendegradasi seluruh kandungan limbah sehingga sampel air yang dihasilkan memenuhi baku mutu air minum.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi SEM, EDX dan *Mapping* Komposit

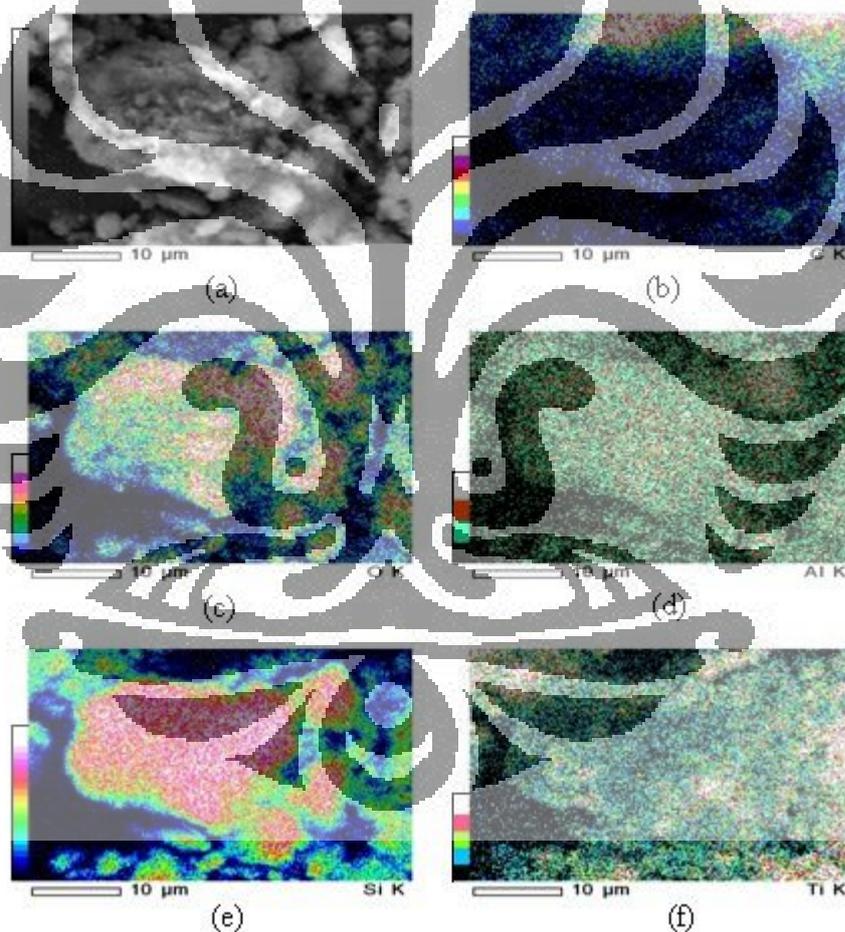
Komposit yang telah terbentuk dikarakterisasi dengan menggunakan SEM, EDX, *Mapping* untuk melihat morfologi permukaannya. Gambar 4.1 berikut adalah hasil SEM dari komposit :



Gambar 4.1 Hasil SEM komposit (a) komposit serbuk perbesaran 25000 x (b) komposit serbuk perbesaran 3000 x (c) komposit film perbesaran 2000 x (d) komposit film perbesaran 3000

x

Gambar 4.1 (c) dan (d) menunjukkan bahwa pelapisan komposit dengan *spray coating* berhasil dilakukan, tetapi menghasilkan permukaan yang tidak merata. Permukaan yang tidak merata ini disebabkan karena saat proses pelapisan kita tidak bisa mengontrol tebal lapisan komposit yang menempel pada penyangga. Gambar 4.1 (a) dan (b) menunjukkan bahwa komposit berhasil terbentuk. Terdapat dua bagian utama dari gambar tersebut yaitu serpihan-serpihan pipih dan butiran-butiran yang tersebar di serpihan tersebut. Serpihan pipih tersebut adalah zeolit sedangkan butiran-butiran disekitarnya adalah TiO_2 dan karbon aktif. Hal ini dibuktikan dari hasil *Mapping* yang terdapat pada gambar 4.2 berikut:



Gambar 4.2. Hasil SEM-*Mapping* Komposit perbesaran 3000x (a) hasil SEM (b) hasil mapping C (c) hasil mapping O (d) hasil mapping Al (e) hasil mapping Si (f) hasil mapping Ti

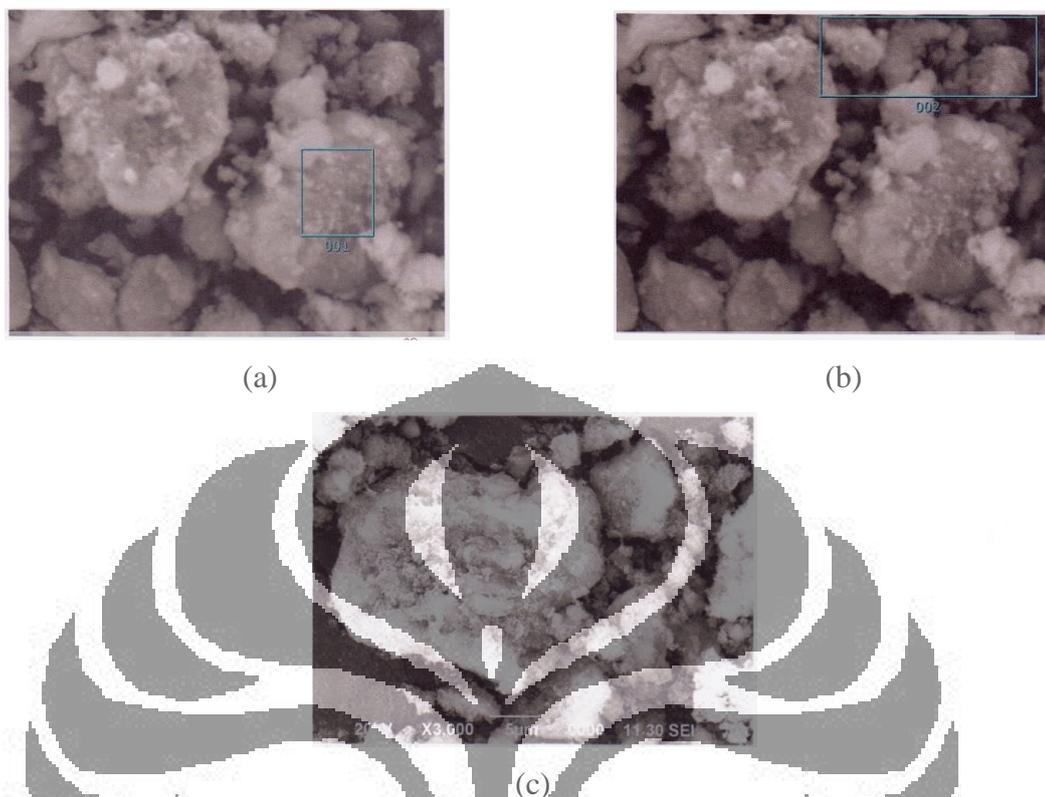
Konsentrasi masing-masing atom diperlihatkan dengan gradasi warna yang ada, konsentrasi terendah ditunjukkan dengan warna hitam sedangkan konsentrasi

tertinggi ditunjukkan oleh warna putih. Gambar 4.2 menunjukkan bahwa karbon dan Ti tersebar secara merata dan tidak menggumpal di satu tempat saja jika dibandingkan dengan Al, Si dan O. Alumunium (Al), Silikon (Si) dan Oksigen (O) tampak terkonsentrasi di bongkahan yang besar, dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa bongkahan yang besar tersebut adalah zeolit. Komponen utama Zeolit adalah Al_2O_3 dan SiO_2 dan hasil *Mapping* mengkonfirmasi hal ini bahwa komponen utama di bongkahan besar tersebut adalah Al, Si dan O.

Hasil EDX dari komposit diperlihatkan pada tabel 4.1 dan gambar 4.3. Area 1 pada hasil EDX merupakan area yang berada pada bongkahan komposit sedangkan area 2 merupakan area yang terdiri dari beberapa bongkahan kecil komposit dan area 3 merupakan keseluruhan area dari sample komposit yang sedang dianalisa. Tabel 4.1 menunjukkan bahwa pada area 1 *loading* TiO_2 sedikit jauh dari perhitungan teoritis dan pada area 2 dan 3 *loading* TiO_2 hampir mendekati perhitungan teoritis. Hal ini menunjukkan bahwa hanya setengah dari TiO_2 yang bergabung dengan zeolit dan karbon aktif sementara setengah lainnya tidak bersatu dengan zeolit dan karbon aktif tetapi membentuk gerombolan sendiri.

Tabel 4.1 Persentase Massa Atom Berdasarkan Perhitungan Dan Hasil EDX

Elemen	Perhitungan	% Massa Atom		
		Hasil EDX area 1	Hasil EDX area 2	Hasil EDX area 3
O	50.69	58.07	67.84	64.2
Al	2.41	1.31	1.46	1.59
Si	36.55	35.8	19.92	24.72
Ti	10.34	4.31	10.78	9.31

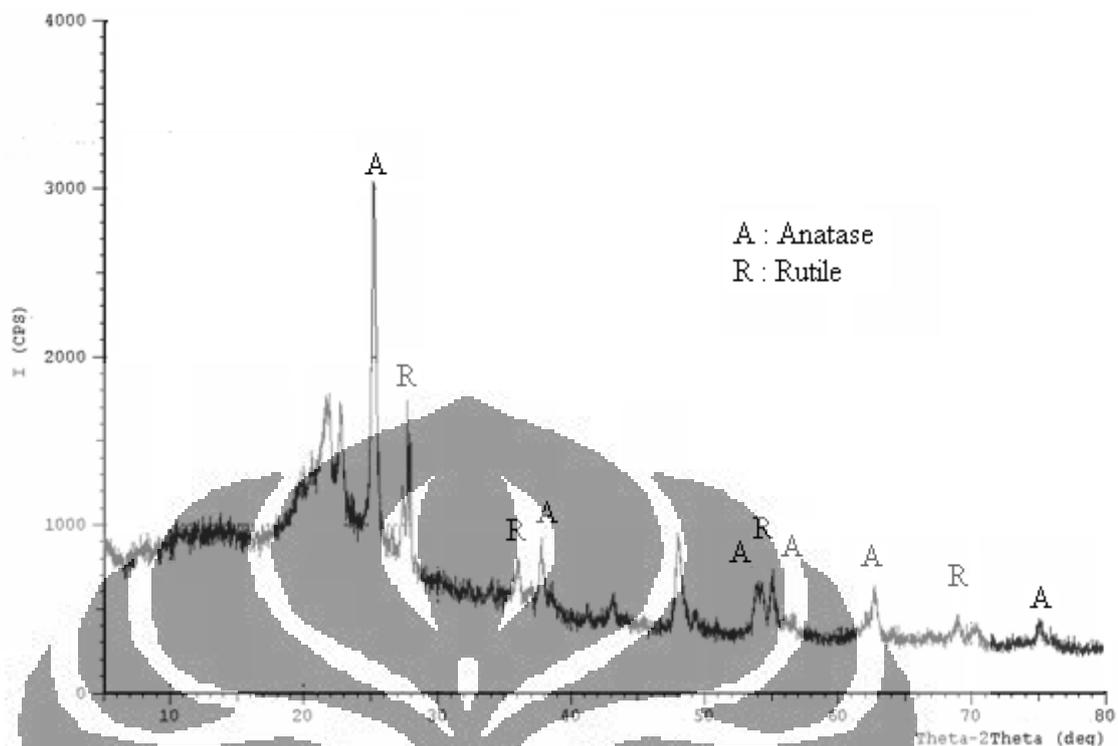


Gambar 4.3 Area analisa EDX (a) area 1 (b) area 2 (c) area 3

Zeolit yang digunakan di penelitian ini sudah pernah digunakan sebelumnya (Meta, 2006) oleh karena itu karakterisasi zeolit sebelum di *treatment* menggunakan data yang sudah ada. Hasil EDX menunjukkan bahwa rasio Si/Al dalam komposit tersebut berkisar antara 12,26 hingga 16,29 sementara rasio Si/Al pada zeolit yang belum di *treatment* adalah 6,8. Hasil ini menunjukkan bahwa *treatment* awal terhadap zeolit dapat mengurangi kandungan Aluminium dan meningkatkan rasio Si/Al hingga 2 kali lipat.

4.2 Karakterisasi XRD

Sedikitnya terdapat empat jenis kristal yang terdapat dalam komposit yaitu Anatase, Rutile, Klinoptilolit dan mordenit. Kristal anatase dan rutile berasal dari senyawa TiO_2 sedangkan kristal klinoptilolit berasal dari zeolit. Keberadaan ketiga kristal ini dalam komposit dapat dilihat dari hasil XRD pada gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil XRD komposit

Gambar 4.4 menunjukkan kristalin apa saja yang terdapat dalam komposit yang dibuat. Kristalin anatase dan rutile jelas terlihat dari hadirnya puncak-puncak karakteristik kristal tersebut. Terdapat beberapa puncak yang belum teridentifikasi, dan diduga puncak-puncak tersebut adalah puncak karakteristik dari zeolit alam Lampung yang menunjukkan kristalinitas klinoptilolite dan mordenit.

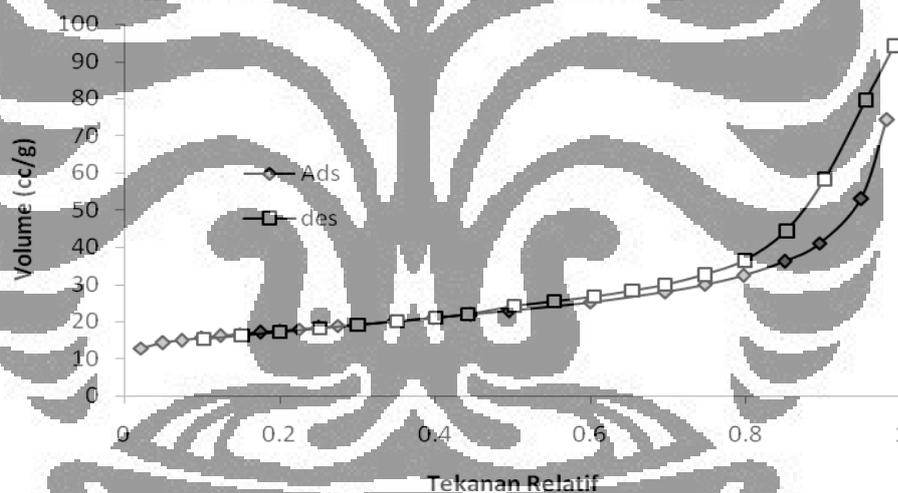
Data dari gambar tersebut dapat dipakai untuk menghitung ukuran masing-masing kristal dalam komposit. Ukuran Kristal dan komposisi anatase ditentukan dengan persamaan 2.12 yaitu persamaan Scherrer. Tabel 4.2 menunjukkan ukuran kristal dan komposisi anatase pada TiO_2 murni dan pada komposit. Terlihat bahwa terjadi peningkatan ukuran kristal baik pada rutile dan anatase dan juga terjadi penurunan prosentase berat anatase. Hal ini disebabkan oleh perlakuan panas yang diberikan selama proses pembentukan komposit. Kristal rutile akan lebih mudah terbentuk pada suhu tinggi.

Tabel 4.2 Perbandingan persentase berat anatase dan ukuran kristal pada TiO₂ P-25 dan komposit

Material	% berat anatase	Ukuran kristal (nm)	
		anatase	rutile
TiO ₂ P-25	79,23	20	23
Komposit TiO ₂ – zeolit alam Lampung – karbon aktif	72,78	22	46

4.3 Karakterisasi BET

Karakterisasi BET ini bertujuan untuk melihat luas permukaan komposit yang di buat. Gambar 5 menunjukkan grafik tekanan relatif terhadap volume pada komposit TiO₂ – zeolit alam Lampung – karbon aktif yang dianalisa dengan adsorbat gas nitrogen.



Gambar 4.5. Grafik Adsorpsi-Desorpsi komposit dengan adsorbat N₂

Berdasarkan data pada gambar 4.5 tersebut dapat dihitung luas permukaan dan diameter pori dari sample. Komposit terdiri dari tiga bahan utama yaitu fotokatalis TiO₂, zeolit alam Lampung dan karbon aktif. Komposisi masing-masing bahan saat disintesis adalah 81% zeolit alam Lampung, 17% TiO₂ dan 2% karbon aktif. Keempat bahan ini (komposit, TiO₂, zeolit alam Lampung dan karbon aktif) memiliki luas permukaan yang berbeda-beda, seperti yang ditunjukkan pada tabel berikut:

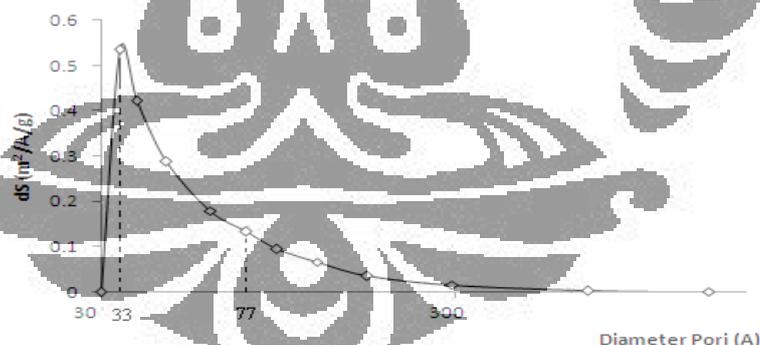
Tabel 4.3 Luas permukaan dari masing-masing komponen

Material	Luas Permukaan (m ² /g)
Komposit TiO ₂ – zeolit alam Lampung – karbon aktif	59
TiO ₂ P-25 ¹	54
karbon aktif ²	670
Zeolit alam Lampung ³	35

1.Slamet, 2005 ; 2.Slamet, 2010 ; 3.Meta,2006

Berdasarkan tabel 4.3 dapat dilihat bahwa luas permukaan komposit lebih besar dari luas permukaan zeolit padahal 81 % komposit terdiri dari bahan ini. Peningkatan luas permukaan komposit ini menunjukkan bahwa karbon aktif memberikan pengaruh yang sangat besar pada luas permukaan. Penambahan 2% karbon aktif dapat meningkatkan luas permukaan komposit secara cukup signifikan.

Selain data luas permukaan, analisa BET juga memberikan gambaran tentang distribusi ukuran pori pada komposit tersebut. Gambar 4.6 memberikan informasi mengenai distribusi ukuran pori. Berdasarkan gambar 4.6 terlihat bahwa ukuran pori terdistribusi antara 33 – 77 Å dan ukuran pori rata-rata dari komposit ini adalah 38 Å. Berdasarkan penggolongan ukuran pori yang telah disampaikan pada bab II, ukuran pori 38 Å ini termasuk kedalam ukuran mesopore.

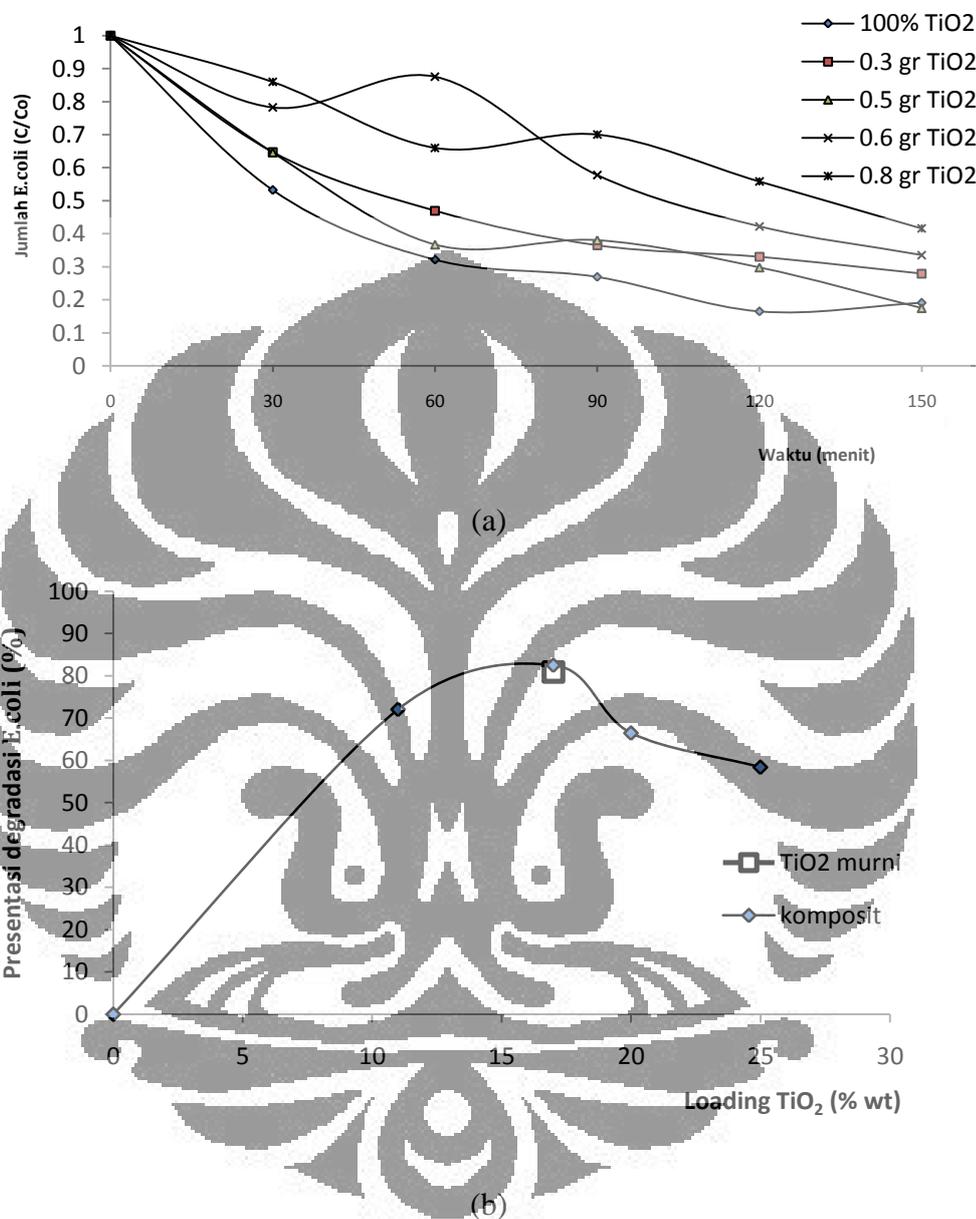


Gambar 4.6 Distribusi ukuran pori pada komposit

4.4 Pengaruh *Loading* TiO₂ terhadap kinerja disinfeksi *E.coli*

Variasi pertama pada penelitian ini adalah variasi *loading* TiO₂ dalam komposit. Variasi ini bertujuan untuk mendapatkan *loading* TiO₂ yang optimal dalam mendegradasi polutan. *Loading* TiO₂ divariasikan mulai dari 0 – 0,8 gr dalam 3 gram komposit yang dibuat. Komposit ini kemudian di uji kinerja nya

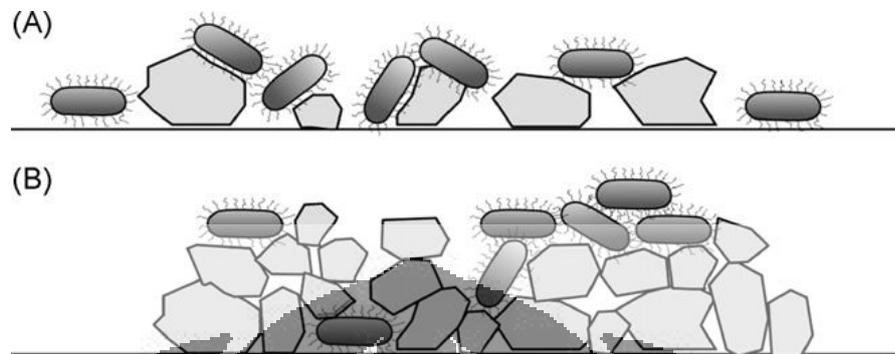
dengan menggunakan polutan tunggal yaitu bakteri *E.coli* . Hasil uji kinerja komposit ini dapat dilihat pada gambar 4.7 berikut:



Gambar 4.7 Kinerja komposit dalam disinfeksi *E.coli* (a) pada berbagai *loading* TiO₂ (Co = $2,3 \times 10^6$ - $2,6 \times 10^6$ CFU/ml) (b) presentasi degradasi *E.coli*

Gambar tersebut menunjukkan bahwa kinerja komposit meningkat pada range 0 – 0,5 g *loading* TiO₂, tetapi kinerja menurun pada *loading* 0,5 – 0,8 g TiO₂. Hal ini menunjukkan bahwa kinerja komposit bukan merupakan fungsi dari jumlah *loading* TiO₂. Hasil ini sejalan dengan hasil penelitian yang dilakukan

oleh Caballero (Caballero, 2009). Fenomena dapat dijelaskan dengan gambar berikut:



Gambar 4.8. Ilustrasi skema disinfeksi *E.coli* pada (A) *loading* TiO₂ optimal, (B) *loading* TiO₂ tinggi (Caballero, 2009)

Dari gambar 4.8 tersebut dapat dijelaskan mengapa pada *loading* TiO₂ yang rendah kinerja fotokatalisis berlangsung lebih baik dibanding pada *loading* TiO₂ tinggi. Berikut adalah beberapa penjelasannya:

- Pada komposit dengan *loading* TiO₂ yang cukup tinggi, maka TiO₂ akan cenderung menggumpal dan memiliki ukuran partikel yang besar. Hal ini akan menyebabkan TiO₂ tidak terdistribusi merata dan kinerja fotokatalisis akan menurun.
- Komposit dengan *loading* TiO₂ yang cukup tinggi juga menyebabkan lapisan film lebih tebal. Lapisan film yang lebih tebal ini mengakibatkan penetrasi sinar UV tidak mencapai bagian bawah lapisan film. Hal ini menyebabkan produksi hole dan electron dari TiO₂ akan berkurang. Sekalipun sinar UV berhasil mencapai bagian bawah lapisan film, kemungkinan besar electron dan hole akan berekombinasi sebelum mencapai permukaan film.
- Komposit dengan *loading* TiO₂ yang cukup tinggi menyebabkan tertutupnya pori-pori zeolit dan karbon aktif oleh TiO₂, sehingga kinerja adsorben tidak optimal.
- Pada komposit dengan *loading* TiO₂ yang rendah masih memberikan ruang untuk karbon aktif dan zeolit mengadsorp polutan dan

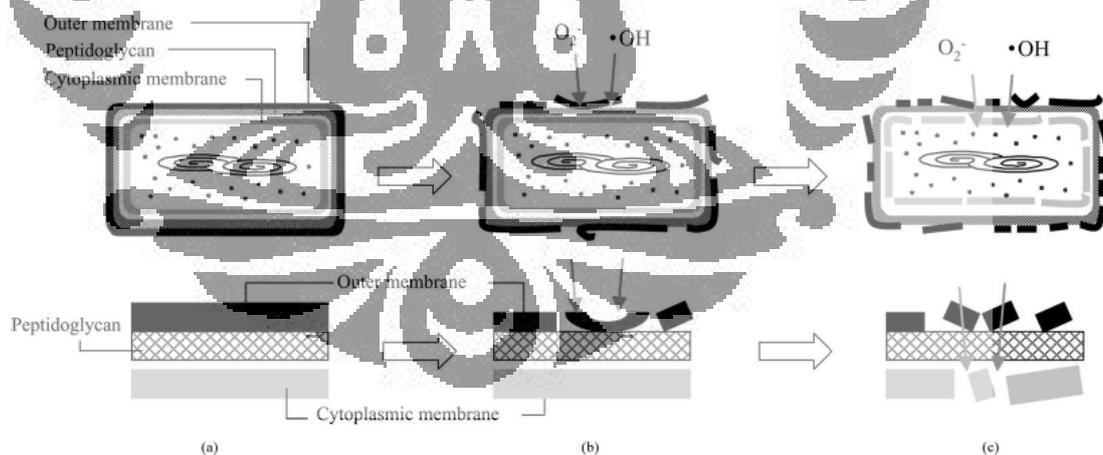
juga menghasilkan lapisan film yang tidak terlalu tebal sehingga semua katalis dapat terpapar sinar UV secara merata.

Dari hasil diatas dapat diambil kesimpulan bahwa komposit dengan komposisi TiO₂ 0,5 g dalam ± 3 g komposit (17% w) merupakan komposit yang optimum dalam hal kinerja fotokatalisisnya. Komposit dengan komposisi inilah yang akan digunakan pada variasi variable berikutnya.

Mekanisme disinfeksi *E.coli* oleh katalis TiO₂ disebabkan oleh proses oksidasi dinding membrane *E.coli* oleh radikal OH. Radikal OH terbentuk melalui persamaan reaksi sebagai berikut:



Radikal OH merupakan oksidator yang sangat kuat dan mampu mengoksidasi hampir berbagai senyawa. Radikal OH inilah yang kemudian menyerang dinding terluar *E.coli* kemudian menghancurkan isi sel *E.coli* hingga menyebabkan kematian (Sunada, 2003). Mekanisme disinfeksi *E.coli* oleh radikal OH dapat dijelaskan pada gambar 4.9 berikut:



Gambar4.9 Mekanisme disinfeksi *E.coli* oleh fotokatalis (Sunada ; 2003)

Gambar 4.9 tersebut menunjukkan bahwa radikal OH akan menyerang membran terluar dari *E.coli*. Hancurnya membran ini akan memberikan jalan masuk bagi radikal OH untuk masuk kedalam sel *E.coli* dan menghancurkan isi sel nya, yang kemudian isi sel tersebut akan keluar dan menyebabkan kematian

E.coli. Mekanisme degradasi *E.coli* dengan fotokatalis ini memberikan satu keuntungan lebih, yaitu tidak membuat bakteri menjadi kebal dan menjadi resisten terhadap senyawa pembunuhnya karena proses disinfeksi oleh fotokatalis menghancurkan bakteri dari luar ke dalam bukan dari dalam ke luar.

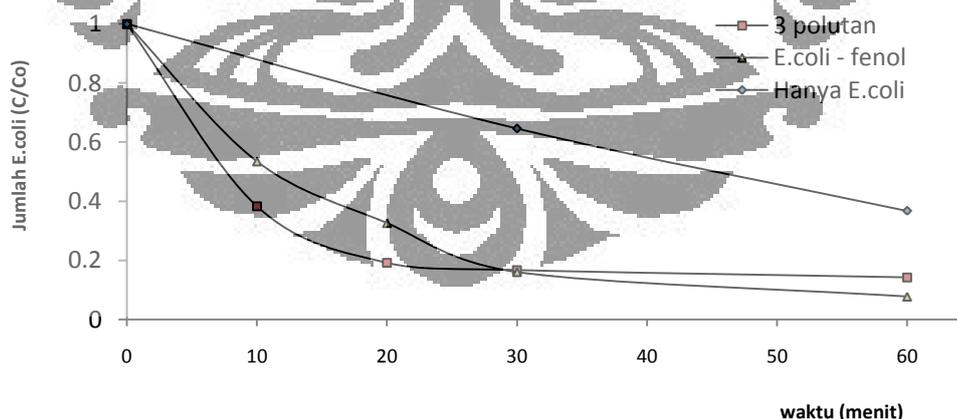
Pada *loading* TiO₂ optimal akan terjadi keseimbangan antara produksi radikal OH dengan deaktivasi bakteri, sedangkan pada *loading* TiO₂ yang berlebih, radikal OH yang berlebih dapat melakukan sel-recombination dengan mekanisme reaksi sebagai berikut (Caballero, 2009)



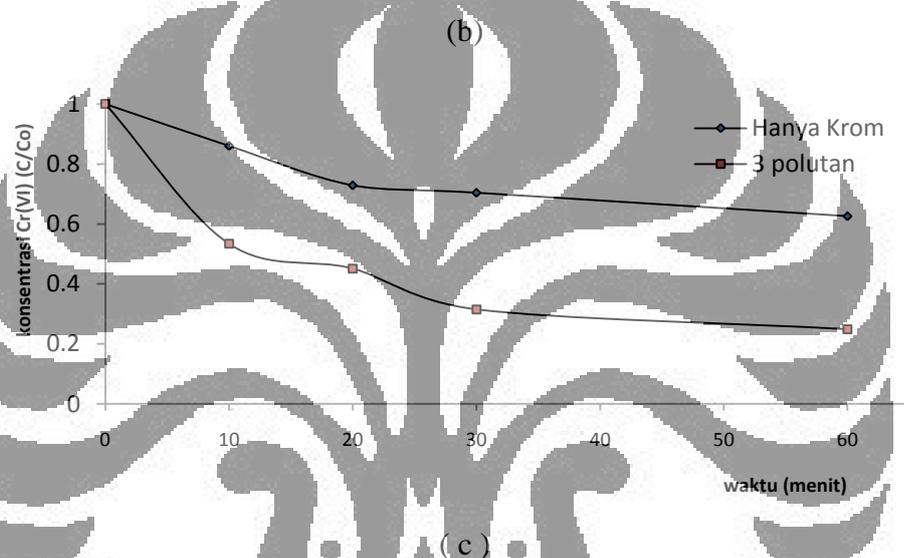
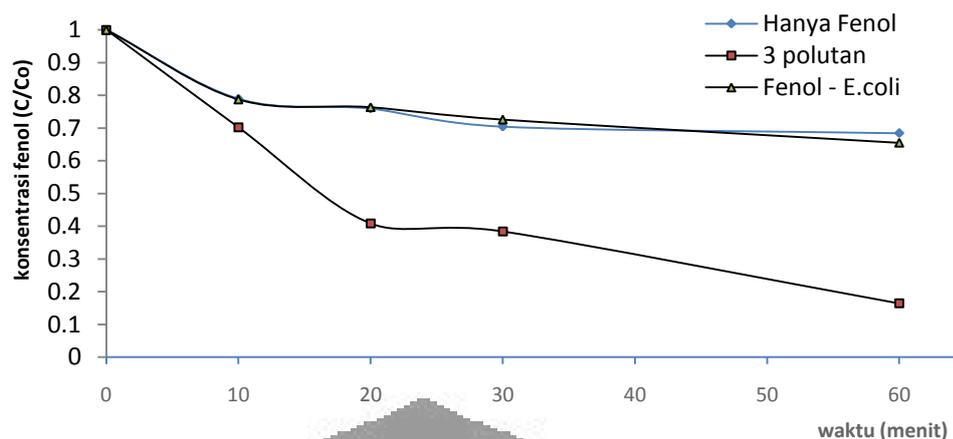
Radikal HO₂ merupakan radikal yang tidak reaktif dan tidak dapat mengoksidasi dinding terluar *E.coli*.

4.5 Pengaruh Polutan pada Proses Reduksi-Oksidasi

Pada variasi ini akan dilihat pengaruh polutan pada proses oksidasi dan reduksi yang terjadi dalam reaksi fotokatalisis. Inti dari proses fotokatalisis adalah reaksi oksidasi dan reduksi, seperti yang dijelaskan oleh persamaan reaksi diatas. Hasil uji kinerja komposit pada proses oksidasi-reduksi yang sinergi ini dapat dilihat pada gambar di bawah ini:



(a)



Gambar 4.10. Kinerja komposit pada proses degradasi polutan (A) disinfeksi *E.coli* ; $C_0 = 2,3 \times 10^6$ (B) oksidasi Fenol ; $C_0 = 10$ ppm (C) reduksi Krom ; $C_0 = 10$ ppm

Dari ketiga gambar diatas terlihat bahwa proses oksidasi-reduksi yang dilakukan secara simultan menghasilkan kinerja yang jauh lebih baik pada ketiga polutan. Masalah utama yang timbul dalam reaksi fotokatalisis adalah radikal yang electron dan hole yang dihasilkan sangat mudah mengalami rekombinasi, sehingga produksi radikal pengoksidasi menjadi turun. Salah satu cara untuk mengurangi rekombinasi ini adalah dengan memanfaatkan kedua spesies ini (electron dan hole) secara bersamaan, sehingga diharapkan rekombinasi dapat berkurang.

Dalam reaksi oksidasi-reduksi ketiga polutan diatas, reaksi oksidasi digunakan pada dua polutan yaitu untuk mengoksidasi fenol sekaligus untuk

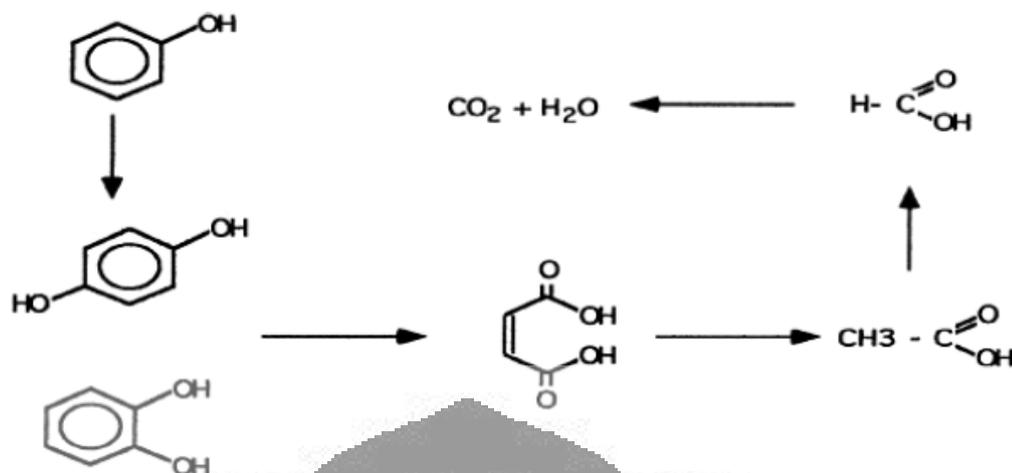
mengoksidasi *E.coli*. Pada gambar 4.10A diatas terlihat bahwa keberadaan fenol memberikan dampak yang signifikan dalam hal disinfeksi *E.coli*. Dibandingkan dengan proses tunggal disinfeksi *E.coli*, proses simultan *E.coli*-fenol memberikan hasil degradasi yang jauh lebih baik. Hal ini dikarenakan fenol merupakan senyawa yang dapat membunuh *E.coli*. Tetapi proses simultan dengan menggunakan 3 polutan memberikan hasil yang jauh lebih baik lagi. Hal ini dikarenakan terdapat sinergisitas proses reduksi-oksidasi. Jika pada proses oksidasi yang melibatkan dua polutan, kinerja disinfeksi lebih disebabkan oleh keberadaan fenol, maka dalam proses oksidasi yang melibatkan 3 polutan kinerja disinfeksi juga ditingkatkan oleh kesinergisan proses oksidasi-reduksi.

Hal yang berbeda terlihat pada gambar 4.10B diatas. Pada gambar tersebut terlihat bahwa keberadaan *E.coli* tidak memberikan dampak yang signifikan terhadap proses oksidasi fenol. Kinerja proses antara oksidasi fenol dibandingkan dengan oksidasi fenol-*E.coli* tidak jauh berbeda. Sementara saat dilakukan proses oksidasi-reduksi secara simultan kinerja proses oksidasi fenol meningkat secara signifikan. Hal ini menunjukkan tidak terdapat kompetisi dalam proses oksidasi antara fenol dan *E.coli*.

Kecenderungan yang serupa juga terlihat di gambar 4.10C Kinerja reduksi krom meningkat sangat signifikan saat dilakukan proses oksidasi-reduksi secara bersamaan. Tidak terdapat kompetisi antara krom-*E.coli* atau krom-fenol, karena proses yang terjadi pada krom adalah proses reduksi bukan oksidasi.

Hasil ini juga menunjukkan bahwa komposit yang dibuat sangat aplikatif untuk digunakan. Terlihat bahwa komposit memberikan kinerja saat di air terdapat berbagai macam polutan. Hal ini mendekati keadaan nyata di lapangan dimana polutan yang terdapat di air tidak hanya satu jenis saja melainkan berbagai jenis.

Mekanisme disinfeksi *E.coli* oleh fotokatalisis telah dibahas sebelumnya. Sedangkan Fenol mengalami oksidasi oleh radikal OH hingga menjadi CO₂ dan H₂O melalui beberapa langkah. Salah satu mekanisme yang diusulkan untuk oksidasi fenol oleh proses fotokatalisis adalah sebagai berikut :



Gambar 4.11 Mekanisme Oksidasi Fenol oleh reaksi Fotokatalitik (Alemany, 1997)

Proses oksidasi fenol secara fotokatalitik diawali dengan proses hidroksilasi molekul membentuk *hydroquinone* dan *cathecol*, yang kemudian teroksidasi menjadi *maleic acid*. Asam ini kemudian teroksidasi menjadi *acetic acid* dan *formic acid*, yang pada akhirnya teroksidasi menjadi karbondioksida dan air (Alemany, 1997). Hal ini juga diperkuat oleh penelitian J.Yang et.al yang membuktikan bahwa oksidasi senyawa turunan fenol (kloro fenol) hingga menjadi karbon dioksida dan air setidaknya melibatkan pembentukan senyawa antara *hydroquinone*, *benzoquinone*, *cathecol* hingga asam formiat (J.Yang, 2009).

Proses reduksi logam berat krom melalui reaksi fotokatalisis telah diusulkan oleh beberapa peneliti, baik pada pH asam, netral atau basa. Mekanisme yang diusulkan pada suasana asam adalah sebagai berikut (Prihanto, 2000)



dalam suasana netral atau basa, reaksi yang terjadi adalah :



Proses reduksi logam krom oleh fotokatalisis tidak hanya menghilangkan senyawa berbahaya Cr(VI) dari dalam air, tetapi juga merubah senyawa ini menjadi senyawa Cr(III) yang merupakan nutrisi bagi manusia. Bagi orang dewasa, kadar Cr(III) yang dibutuhkan sekitar 50-200 µg/hari.

Masalah lainnya dalam reaksi fotokatalisis adalah waktu hidup radikal pengoksidasi sangat singkat, sehingga belum sempat radikal ini mengoksidasi polutan, radikal ini sudah hilang terlebih dahulu. Hal ini dapat diatasi dengan

mengkonsentrasikan polutan pada permukaan komposit, sehingga peluang radikal untuk bertemu polutan lebih besar. Pengkonsentrasian polutan di permukaan ini merupakan tanggung jawab dari adsorben karbon aktif dan zeolit.

Adsorben karbon aktif akan mengadsorb hampir semua jenis polutan karena memiliki luas permukaan yang besar dan ukuran pori yang cukup besar pula. Adsorben zeolite hanya akan mengadsorp senyawa yang bersifat lebih polar, karena pada zeolite terdapat gradient elektromagnet yang membuatnya dapat lebih berinteraksi dengan senyawa polar. Dengan adanya sifat elektromagnet ini, zeolite bertanggungjawab dalam mengadsorb air, sehingga produksi radikal OH akan meningkat. Selain berperan untuk meningkatkan produksi radikal OH, zeolite juga berfungsi sebagai *electron trapper* (penjebak electron). Hal ini dikarenakan struktur rangka zeolite yang memiliki muatan positif. Sebagai electron trapper, zeolite juga diharapkan mampu mengurangi jumlah rekombinasi yang terjadi.

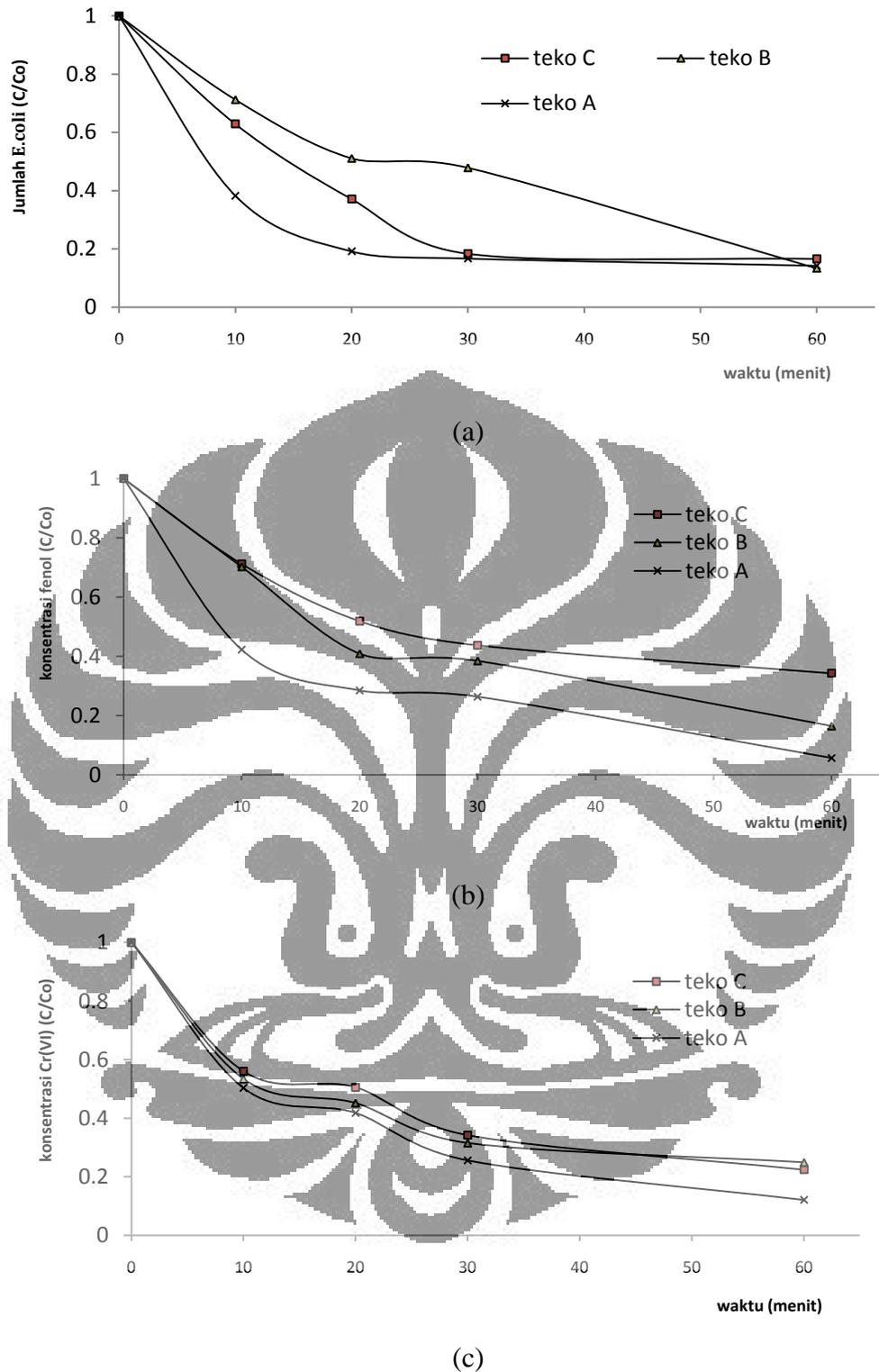
4.6 Pengaruh Konfigurasi Reaktor

Pada variasi ini diteliti pengaruh konfigurasi reaktor terhadap kinerja proses fotokatalisis. Variable yang diubah adalah volume reaktor dan dimensi reaktor. Berikut adalah detail dari masing-masing reaktor yang digunakan

Tabel 4.4 Detail dimensi reaktor

Nama Reaktor	Volume (mL)	Diameter (cm)	Tinggi (cm)
Teko A	1500	10	35
Teko B	1300	11	19
Teko C	1000	12	13

Teko A merupakan teko yang terbuat dari bahan stainless steel, sedangkan teko B dan C merupakan teko yang komersial yang terbuat dari plastik dan telah dimodifikasi. Intensitas penyinaran yang diberikan dalam ketiga reaktor tersebut adalah sama yaitu $75 \mu\text{W}/\text{cm}^2$. Hasil uji kinerja dari ketiga reaktor tersebut dapat dilihat pada gambar dibawah ini:



Gambar 4.12. Kinerja Komposit pada berbagai reaktor untuk (A) disinfeksi *E. coli* ; $C_0 = 2,3 \times 10^6$ (B) oksidasi Fenol ; $C_0 = 10$ ppm (C) reduksi Krom ; $C_0 = 10$ ppm

Dari ketiga gambar diatas terlihat bahwa reaktor teko stainless memiliki kinerja yang paling baik diantara ketiganya. Hal ini disebabkan karena reaktor ini

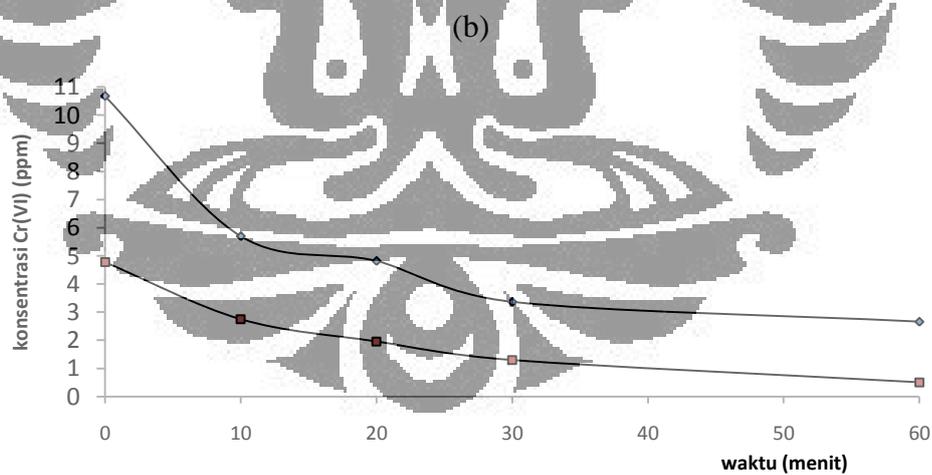
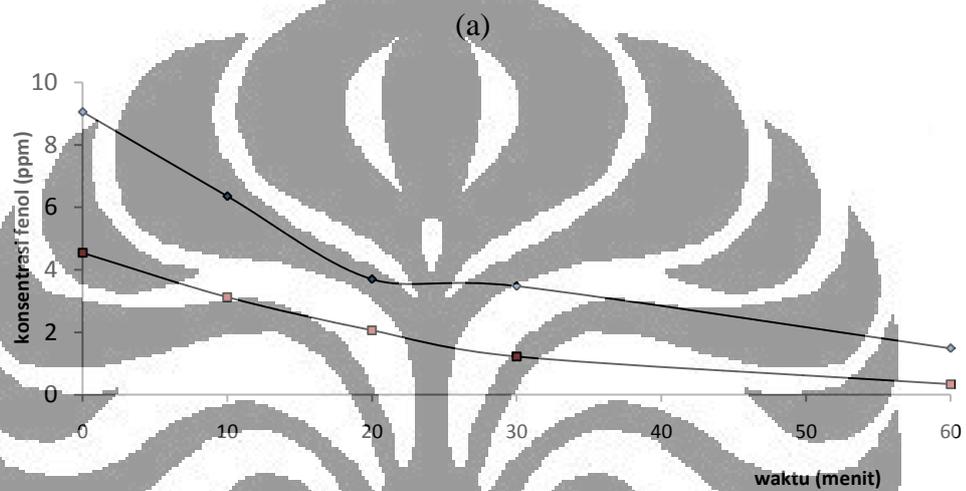
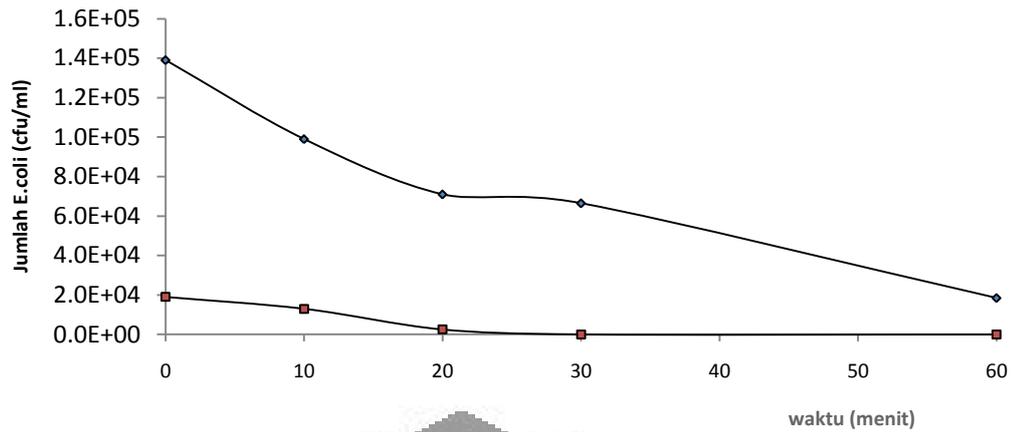
memiliki diameter terkecil dibanding reaktor lainnya. Diameter yang kecil ini menyebabkan jarak antara komposit dengan sumber sinar UV lebih dekat, sehingga katalis akan lebih aktif dibandingkan dengan dua reaktor lainnya.

Tujuan utama variasi reaktor ini adalah untuk melihat kemampuan reaktor untuk di scale up ke skala rumah tangga. Jika melihat trend dari ketiga grafik diatas, dapat disimpulkan bahwa kinerja ketiga reaktor tidak jauh berbeda antara satu sama lain. Hal ini menunjukkan bahwa reaktor ini dapat di scale up ke skala rumah tangga.

4.7 Pengaruh Konsentrasi Awal Polutan

Pada percobaan ini dilakukan variasi terhadap konsentrasi awal polutan. Hasil yang diperoleh ditunjukkan pada gambar 4.13. Gambar 4.13 menunjukkan bahwa konsentrasi awal polutan akan memberikan pengaruh pada laju degradasi. Pada konsentrasi awal yang tinggi, laju degradasi pada 20 menit pertama sangat besar, sedangkan pada konsentrasi rendah terlihat bahwa tidak terdapat perubahan laju degradasi yang signifikan.

Tujuan dari variasi ini adalah untuk melihat kemampuan komposit dalam menghilangkan polutan dari berbagai macam sumber air. Beragam sumber air akan memiliki konsentrasi kontaminasi yang berbeda-beda. Gambar 4.13 menunjukkan bahwa komposit mampu digunakan dalam berbagai kondisi, baik pada konsentrasi tinggi maupun rendah. Yang menjadi perhatian adalah bahwa pada konsentrasi tinggi dibutuhkan waktu yang relatif lebih lama untuk menghilangkan polutan dibanding pada konsentrasi rendah.



(c)

Gambar 4.13 Kinerja komposit pada variasi konsentrasi awal polutan untuk (a) degradasi *E. coli* (b) oksidasi fenol (c) reduksi krom

BAB 5

KESIMPULAN

1. Perlakuan awal terhadap zeolit alam Lampung mampu meningkatkan rasio Si/Al hingga 2 kalinya.
2. Komposisi optimal komposit TiO₂ – zeolit alam Lampung – karbon aktif untuk menghilangkan *E.coli*, fenol dan Cr(VI) (limbah jamak) diperoleh pada komposisi berat 81% zeolit alam Lampung, 17% TiO₂ dan 2% karbon aktif.
3. Kinerja komposit dalam menghilangkan limbah jamak meningkat 2 – 3 kali lipat pada pengolahan limbah secara jamak dibandingkan pengolahan limbah secara tunggal.
4. Berbagai jenis konfigurasi reaktor telah diuji coba untuk kinerja komposit TiO₂ – zeolit alam Lampung – karbon aktif dan memberikan hasil yang tidak jauh berbeda antara satu dengan yang lain.

Daftar Pustaka

- _____. “ Bakteri E Coli Penyebab Diare”.
<http://cpddokter.com/home/index>. (diakses tanggal 14 Mei 2009)
- _____. “Bakteri Ecoli Cemari 68% air di Jakarta”.
<http://www.tempointeraktif.com> (diakses tanggal 14 Mei 2009)
- _____. “Kasus Sumur Beracun : Bakteri E Coli Penyebab Kematian”.
<http://harianjoglosemar.com/> (diakses tanggal 14 Mei 2009)
- _____. *Syarat-syarat dan Pengawasan Kualitas Air Minum*, KEP MENKES No. 907/MENKES/SK/VH/2002, (2002).
- _____. Total Aerob Plate Count. ISO 4883:2003; Standart Protocol
- _____. “Air minum isi ulang tercemar *E.Coli*”. <http://metro.vivanews.com/>
 (diakses tanggal 14 Mei 2009)
- Amemiya, S., *Titanium-oxide Photocatalyst*, Three Bond Technical News, (2004).
- Alemanly,L.J, Banares M. *Photodegradation of phenol in water using silica-supported titania catalyst*’. *Appl.catal.B : Environ.* 13 (3-4), 289-297 (1997)
- Caballero, Whitehead. *Inactivation of Escherichia coli on immobilized TiO2 using fluorescent light*. *Journal of Photochemistry and photobiology* 202. (2009)
- Colemann, Allen. “ Direct Plate Count”. . <http://www.foodsafety.gov>
 (diakses tanggal 14 Mei 2009)
- Davor Ljubas. *Solar photocatalysis- a posible step in drinking water treatment*. *Energy* . 30. pp: 1699-1710. (2005)

Deithorn, R.T., Mazzoni, A.F., *Activated Carbon / What is It, How Does it Work?* . <http://www.tigg.com>

Dwi Karsa., *Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorben Properties untuk Kemurnian Bioetanol*. Lapora Akhir Penelitian bidang Energi Intstitut Teknologi Bandung (2007)

Figueredo, J.L, Mojin, J.A . *Carbon and Coal gasification Science and Technology*. Boston: Martinus Nijhoff Publisher. (1986)

Handoko, S. *Preparasi Katalis Cr/Zeolit Melalui Modifikasi Zeolit Alam*. Jurnal ILMU DASAR, 3 (1), 15-23. (2002)

Hermann, J. Water Treatment By Heterogeneous Photocatalys. In F. a. Jassen, *Environmental Catalysis*. pp: 171-191. Singapore: Imperial College Press. (1999)

Huang, Z., Maness, P. C., Blake, D. M., Wolfrum, E. J., and Smolinski, S. L., *Bactericidal Mode of Titanium Dioxide Photocatalysis*, J. of Photochem. Photobiol. A. Chem. (1999) pp. 1-29.

Indonesia Sanitation Sector Development Program, *Program Pengembangan Sanitasi*, BAPPENAS, (2006)

J.Yang, Jun Dai. *Effect of hydroxyl radical and oxygen species on the 4-chlorophenol degradation by photoelectrocatalytic reaction with TiO₂-film electrodes*. Journal of Photochemistry and photobiology 208. (2009)

Jansen, J.C, Stocker, M., *Advanced Zeolite Science and Application*. Elsevier, vol 85, 1994

Kahn, A.Y *Titanium Dioxide Coated Activated Carbon: A Regenerative Technology for Water Recovery*. Thesis. University of Florida. (2003)

Litter, M. *Heterogenous Photocatalysis : Transition Metal Ions in Photocatalysis Systems*. App. Catal. B:Environ. pp: 89-224. (1999)

Malato, S. dan Blanco, J. *Applied Studies in Solar Photocatalytic Detoxification an Overview*. Solar Energy. pp: 329-336. (2003)

Matsuoka, M., dan Anpo, M., “*Local structures, excited states, and photocatalytic reactivities of highly dispersed catalyst constructed within zeolites*”, J. Photochem. and Photobiol. C: Photochem. Rev., 3, pp. 225-252. (2003)

Mc Guigan ; J.Lonnen ; S.kilvington ; S.C Kehoe dan Al-Touati:*Solar and Photocatalytic disinfestation of protozoan, fungal and bacterial microbes in drinking water*. Water Research .39. pp:877-883..(2005)

Othmer. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 4th ed. Willey interscience (1994).

Sampath, S., Uchida, H., dan Yoneyama, H., “*Photocatalytic Degradation of Gaseous Pyridine over Zeolite-Supported Titanium Dioxide*”, *J. of Catal.*, 149, pp. 189-194. (1994)

Sartono, A., *Scanning Electron Microscopy*, Tugas Akhir Mata Kuliah Proyek Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA-UI, (2006)

Slamet, Bismo, S. and Rita, A. *Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO₂ serta Aplikasinya sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik*, Laporan Penelitian Hibah Bersaing Universitas Indonesia, (2007).

Slamet, Bismo.S, Fasa.Ahmad Firdaus. *Performance Test of a Novel Tubular V-Collector for Phenol Removal from Awueous Solution over TiO₂ – Activated Carbon Comosites*. World Applied Science Journal 8 (6) : 672-679 . (2010)

Slamet, Nasution.H, Purnama, Ezza. *Photocatalytic reduction of CO₂ on Copper-Doped Titania Catalyst Prepared by Improve-impregnation Method*. Catalysis Communication 6 .(2005)

Sopyan, I. *Memurnikan Air dengan Teknik Fotokatalisis*. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry : 723-726. (1998)

Su, C., Hong, B. Y. and Tseng, C. M., *Sol-gel Preparation and Photocatalysis of Titanium dioxide*, Cat. Today. 96. pp. 119-126. (2004)

Sunada, K, Watanabe. T. *Studies on photokilling of bacteria on TiO₂ thin film*. Journal of Photochemistry and photobiology 156. (2003)

Suryanarayana, C., and Norton, M. G., *X-ray Diffraction*,. New York: Plenum Press. (1998)

Takeda, N., Torimoto, T., Sampath, S., Kuwabata, S., dan Yoneyama, H., "Effect of Inert Support for Titanium Dioxide Loading on Enhancement of Photodecomposition Rate of Gaseous Propionaldehyde", J. Phys. Chem., 99, pp. 9986- 9991. (1995)

Tjahjanto, R. T., and Gunlazuardi, J., *Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis*, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia, volume 5. no. 2. hlm. 81-91. (2001)

Torimoto, T., Ito, S., Kuwabata, S., dan Yoneyama, H , "Effects of Adsorbent Used as Supports for Titanium Dioxide Loading on Photocatalytic Degradation of propyzamide", Environ. Sci. Technol., 30, pp. 1275-1281. (1996)

Yalun,. "Mengenal Bakteri Escheria Coli". <http://yalun.wordpress.com> (diakses tanggal 14 Mei 2009)

Yoneyama, H., Torimoto,T, "Titanium dioxide/adsorbent hybrid photocatalysts for photodestruction of organic substances of dilute concentration", Catal. Today, 58, 133-140. (2000)