



UNIVERSITAS INDONESIA

**Sintesis CuO-Bentonit Melalui Prekursor Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
dan Aplikasinya Untuk Fotodegradasi Zat Warna Rhodamin B**

SKRIPSI

**Agung Kurniawan Putra
0305030026**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM S1 KIMIA
DEPOK
JUNI 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**Sintesis CuO-Bentonit Melalui Prekursor Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
dan Aplikasinya Untuk Fotodegradasi Zat Warna Rhodamin B**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**Agung Kurniawan Putra
0305030026**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
JUNI 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 : Agung Kurniawan Putra

NPM : 0305030026

Tanda Tangan :

Tanggal : 7 Juni 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Agung Kurniawan Putra
NPM : 0305030026
Program Studi : Departemen Kimia
Judul Skripsi : Sintesis CuO-Bentonit Melalui Prekursor Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dan Aplikasinya Untuk Fotodegradasi Zat Warna Rhodamin B

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi S1 - Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Yuni K Krisnandi (...)
Pembimbing II : Dr. Riwandi Sihombing (...)
Penguji I : (...)
Penguji II : (...)
Penguji III : (...)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 2010

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

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

Nama : Agung Kurniawan Putra
NPM : 0305030026
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : MIPA
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 CuO-Bentonit Melalui Prekursor Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
dan Aplikasinya Untuk Fotodegradasi Zat Warna Rhodamin B**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, 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 : 7 Juni 2010
Yang menyatakan

(Agung Kurniawan Putra)

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis persembahkan kepada Allah SWT atas rahmat, kasih sayang dan petunjuk-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini sesuai waktu yang ditargetkan. Shalawat serta salam semoga senantiasa terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW dan keluarganya yang benar-benar merupakan suri tauladan bagi semesta alam.

Rasa terima kasih yang begitu dalam penulis ucapkan kepada orang-orang tercinta yang sangat berarti bagi penulis :

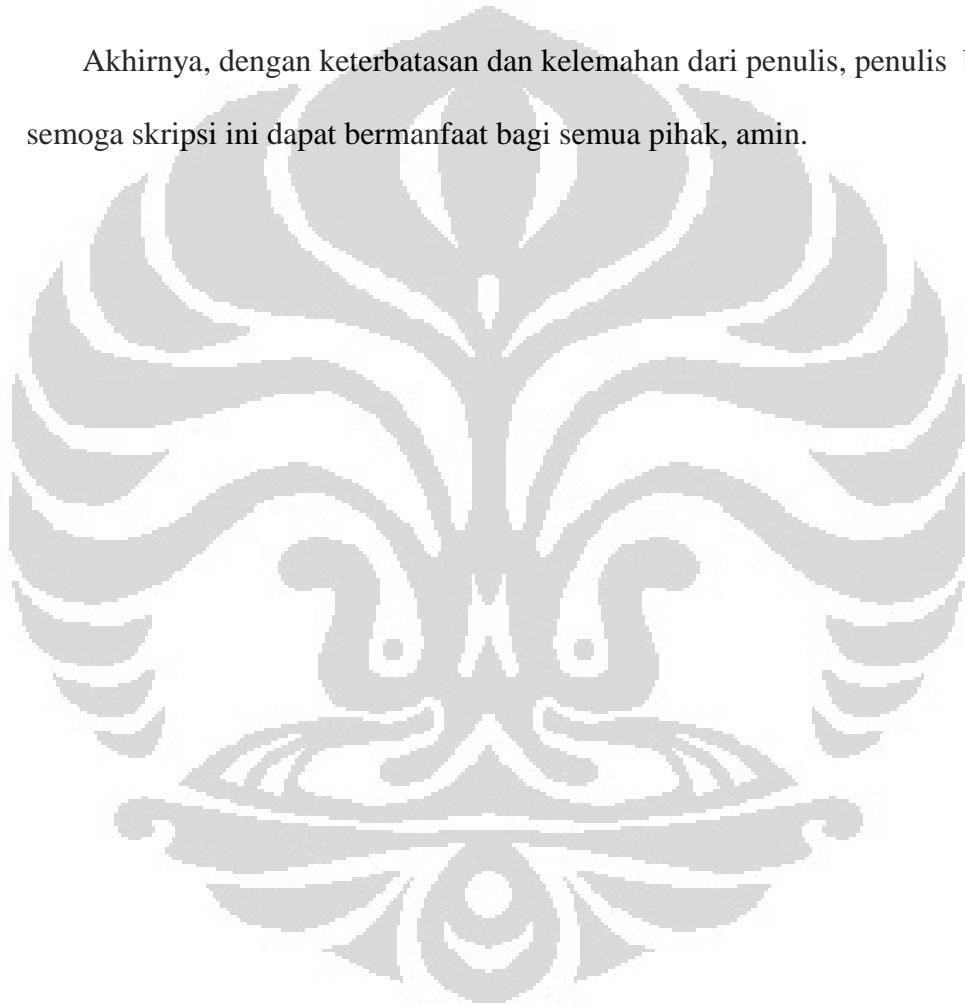
1. Kepada ibunda tercinta yang telah berkorban begitu besar serta selalu memberikan semangat dan doa pada penulis.
2. Kepada keluarga besar PT. Megah Gumilang Chemikatama atas segala bantuan dan dukungan pada penulis hingga dapat menyelesaikan studi.
3. Kepada Dr. Yuni K. Krisnandi dan Bpk. Dr. Riwandi Sihombing selaku pembimbing yang telah begitu banyak memberikan bantuan, bimbingan dan dorongan semangat yang sangat berarti bagi penulis.
4. Kepada Bpk. Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan kesempatan dan bantuan dalam penelitian.
5. Kepada rer.nat. Budiawan selaku penasehat akademis yang telah mengarahkan penulis dalam kegiatan akademis kuliah.

6. Kepada seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang memberikan begitu banyak ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
7. Kepada pihak-pihak yang telah membantu proses analisa penelitian : Staff laboratorium afiliasi Departemen Kimia FMIPA UI (bang Izul, Kak Arya), operator XRD dan XRF Salemba UI Pak Bambang, petugas lantai 4 pak Bunyamin, petugas perpustakaan pak Trisno.
8. Kepada saudaraku Yusni Nurdani, Achmad Farouq Fazmar, dan Syarif. Saya tidak akan pernah belajar untuk berhenti menyayangi kalian saudaraku. Terima kasih atas semua tawa dan tangis yang kita rasakan, semua tidak pernah ada yang percuma. Kita yang terhebat.
9. Kepada Samira, Lucy, Gayatri, Melina, Lumita, Rilian, terima kasih atas perjalanan yang menyenangkan dan sulit terlupakan..
10. Kepada seluruh teman angkatan 2005 Sepit, danang, Ramdhan, Emil, Angel, Lulu, Alex, Hany, Golda, Iren dan yang tidak bisa disebutkan satu persatu.kita akan selalu jadi yang terbaik, dan terima kasih telah memberikan dan mengajarkan banyak hal kepada penulis.
11. Kepada teman angkatan 2006 Indra, Ade, Wisnu, Zico, Rindu, Anis, Tantri, Vania, dan yang tidak bisa disebutkan satu per satu terima kasih telah memberikan banyak hal pada penulis.
12. Kepada teman angkatan 2007, 2008, dan 2009 semoga kalian sukses dalam studi di Kimia.

13. Kepada seluruh teman kosan Asgard yang turut membantu penulis mengisi waktu dalam keceriaan selama ini.

14. Kepada Ovyasa Wayka Putri yang telah memberikan cerita kebahagiaan dan cinta. Saat yang paling indah adalah saat bersama dengan dirimu.

Akhirnya, dengan keterbatasan dan kelemahan dari penulis, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak, amin.



Penulis
2010

Abstrak

Nama : Agung Kurniawan Putra
Program Studi : Kimia
Judul : Sintesis CuO-Bentonit Menggunakan Prekursor Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis Zat Warna Rhodamin B

Telah dilakukan sintesis CuO-Bentonit dengan menggunakan prekursor kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dan aplikasinya sebagai fotodegradasi Rhodamin B. CuO-Bentonit disintesis dengan mencampurkan agen pemilair kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dan bentonit. Larutan kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dibuat dengan menambahkan NH_4OH 1,5 M ke dalam $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 1M. Selanjutnya melalui proses hidrotermal pada suhu 160°C selama 2 jam dan kalsinasi pada suhu 400°C selama 5 jam akan terbentuk CuO-Bentonit. CuO-Bentonit yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan *X-ray Diffractometry (X-RD)*, *Infrared Spectrophotometry (FTIR)*, *X-ray Fluorescence (X-RF)*, *UV/Vis Diffuse Reflectance Spectrophotometry (UVDRS)*, *Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)* dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. CuO-Bentonit yang terbentuk digunakan sebagai katalis dalam fotodegradasi Rhodamin B menggunakan sinar lampu-UV dengan menambahkan 50 mg CuO-Bentonit ke dalam 100 mL larutan Rhodamin B $2 \times 10^{-5}\text{M}$ pada beberapa variasi waktu. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa material CuO telah berhasil disisipkan pada lapisan interlayer bentonit. Analisis UV-DRS menunjukkan nilai energi *bandgap* sebesar 1,31 eV; 1,31 eV; dan 1,28 eV untuk masing masing 15%, 20 %, dan 25% CuO-Bentonit. Fotodegradasi Rhodamin B menggunakan CuO-Bentonit memperlihatkan penurunan konsentrasi pada penyinaran lampu-UV selama 180 menit. Berdasarkan data uji aplikasi material 20% CuO-Bentonit memiliki kemampuan sorpsi dan fotokatalis yang paling baik terhadap degradasi zat warna Rhodamin B.

Kata Kunci : AAS, Bentonit, Energi *bandgap*, Fotokatalis, FTIR, Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, Rhodamin-B, UV-DRS, X-RD, X-RF, SEM, CuO

Xii+59 halaman : 26 gambar ; 5 tabel ; 12 lampiran

Bibliography : 11 (1968-2009)

Abstract

Name : Agung Kurniawan Putra

Program Study : Chemistry

Title : Synthesis of CuO-Bentonite Using the Precursors Complex $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ and Its Application As a Photocatalyst Rhodamine B Dyes

It has been synthesized CuO-Bentonite by using precursor $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ and its application as a photodegradation of Rhodamine B. The CuO-Bentonite pillaring agent synthesized by mixing the $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ and bentonite. Solution of complex $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ is made by adding 1.5 M NH_4OH in $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 1 M. Furthermore, through a hydrothermal process at 160°C for 2 hours and calcination at 400°C for 5 hours will be formed CuO-Bentonite. CuO-Bentonite is formed and characterized by *X-ray Diffractometry (X-RD)*, *Infrared Spectrophotometry (FTIR)*, *X-ray Fluorescence (X-RF)*, *UV/Vis Spectrophotometry Diffuse reflectance (UVDRS)*, *Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)* and *Scanning Electron Microscope (SEM)*. CuO-Bentonite is used as a catalyst in the photodegradation of Rhodamine B using UV-light by adding 50 mg of CuO-Bentonite into a 100 mL solution of Rhodamine B 2×10^{-5} M at some time variation. XRD analysis results showed that the CuO material was successfully inserted into the interlayer of bentonite layer. UV-DRS analysis showed that the bandgap energy of 1.31 eV, 1.31 eV, and 1.28 eV for each of 15%, 20%, and 25% CuO-Bentonite respectively. Photodegradation of Rhodamine B using CuO-Bentonite showed a decline in the concentration of radiation-UV light for 180 minutes. Based on test, 20% CuO-Bentonite has the best sorption capacity and photocatalytic degradation of Rhodamine B.

Keywords : AAS, Bentonite, Energy *bandgap*, Photocatalyst, FTIR, Complex $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, Rhodamin-B, UV-DRS, X-RD, X-RF, SEM, CuO

xii+59 pages : 26 pictures ; 5 tables

Bibliography : 11(1968-2009)

DAFTAR ISI

	halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	2
1.3. Tujuan Penelitian.....	3
1.4. Ruang Lingkup Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1. Mineral.....	4
2.1.1. Pilsilikat.....	5
2.1.2. Mineral 1 : 1.....	7
2.1.3. Mineral 2 : 1.....	7
2.2. Bentonit.....	9
2.2.1. Natrium bentonit.....	9
2.2.2. Kalsium Bentonit.....	10
2.2.3. Montmorilonit.....	11
2.3. CuO.....	12
2.4. Fotokatalis.....	13

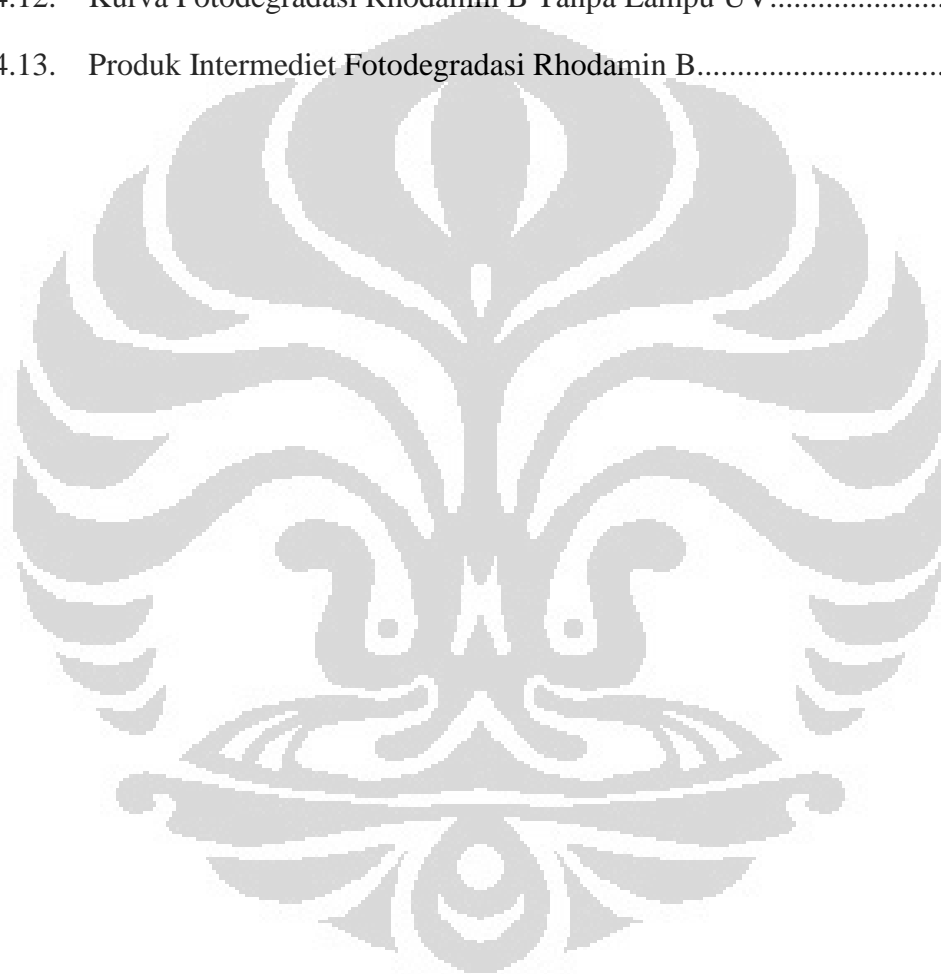
2.5.	Rhodamin B.....	15
2.6.	Alat Uji.....	16
2.6.1.	Difraksi Sinar X (XRD).....	16
2.6.2.	<i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	17
2.6.3.	Spektrofotometri Infra Merah (FTIR).....	19
2.6.4.	Spektrofotometer UV-Vis.....	20
2.6.5.	Spektrofotometri Serapan Atom (AAS).....	21
BAB 3 METODELOGI PENELITIAN.....		22
3.1	Lokasi dan Waktu Penelitian.....	22
3.2	Alat.....	22
3.2.1	Alat Laboratorium.....	22
3.2.2	Alat Uji Karakterisasi.....	22
3.3	Bahan.....	22
3.4.	Cara.....	22
3.4.1	Preparasi Bentonit Alam.....	22
3.4.2	Purifikasi karbonat dengan Larutan Buffer pH 4,8.....	23
3.4.3	Penjenuhan bentonit dengan NaCl 1 M.....	23
3.4.4	Preparasi Larutan Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)]^{2+}$	23
3.4.5	Sintesis CuO-Bentonit.....	23
3.4.6	Uji Aplikasi Fotokatalis.....	24
3.4.6.1	Pembuatan Larutan stok Rhodamin-B.....	24
3.4.6.2	Uji Variasi Waktu.....	24
3.5.	Diagram Alir Penelitian.....	25
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....		27
4.1.	Preparasi Bentonit.....	27

4.2 Preparasi Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	28
4.3. Sintesis CuO-Bentonit.....	30
4.4. Karakterisasi	30
4.4.1. <i>Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)</i>	31
4.4.2. <i>X-Ray Diffractometry (XRD)</i>	32
4.4.3. <i>UV-vis Diffuse Reflectance Spectrophotometry (UV-Vis DRS)</i>	34
4.4.4. <i>Infrared Spectrophotometry (FTIR)</i>	34
4.4.5. <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	36
4.5. Uji Fotokatalis CuO-Bentonit Terhadap Degradasi Zat Rhodamin B.....	37
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	47
5.1. Kesimpulan.....	47
5.2. Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA.....	48
LAMPIRAN.....	50

DAFTAR GAMBAR

	halaman
2.1 Kerangka Dasar Pembangun Lempung.....	4
2.2. Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral.....	6
2.3. Mineral 1:1.....	7
2.4. Mineral 2:1.....	7
2.5. Kalsium Bentonit dan Natrium bentonit.....	11
2.6. Struktur <i>Montmorillonite</i>	12
2.7. Struktur kristal CuO.....	13
2.8. Proses Fotokatalis.....	15
2.9. Struktur Rhodamin B.....	16
2.10. Difraksi Sinar X.....	17
2.11. Prinsip dasar <i>electron microscopy</i>	18
2.12. Komponen FTIR.....	19
2.13. UV-Vis Spektrofotometer.....	20
4.1. Larutan (a) Cu(OH) ₂ (s)	29
(b) [Cu(NH ₃) ₄] ²⁺ (aq).....	29
4.2. XRD Bentonit.....	33.
4.3 Kurva Bandgap CuO-Bentonit.....	34
4.4. (a) Foto SEM bentonit alam.....	36
(b) CuO-Bentonit 15%.....	36
4.5. (c) Foto SEM CuO-Bentonit 20%	37
(d) CuO-Bentonit 25%.....	37
4.6 Kurva pita serapan larutan Rhodamin B 10 ⁻⁵ M.....	38

4.7	Kurva Fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO-Bentonit 15 %.....	39
4.8	Kurva Fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO-Bentonit 20 %.....	40
4.9.	Kurva Fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO-Bentonit 25 %.....	41
4.10.	kurva kontrol fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO.....	42
4.11.	Spektra UV-Vis Fotodegradasi Rhodamin B dengan CuO-Bentonit 20%.....	43
4.12.	Kurva Fotodegradasi Rhodamin B Tanpa Lampu UV.....	44
4.13.	Produk Intermediet Fotodegradasi Rhodamin B.....	46

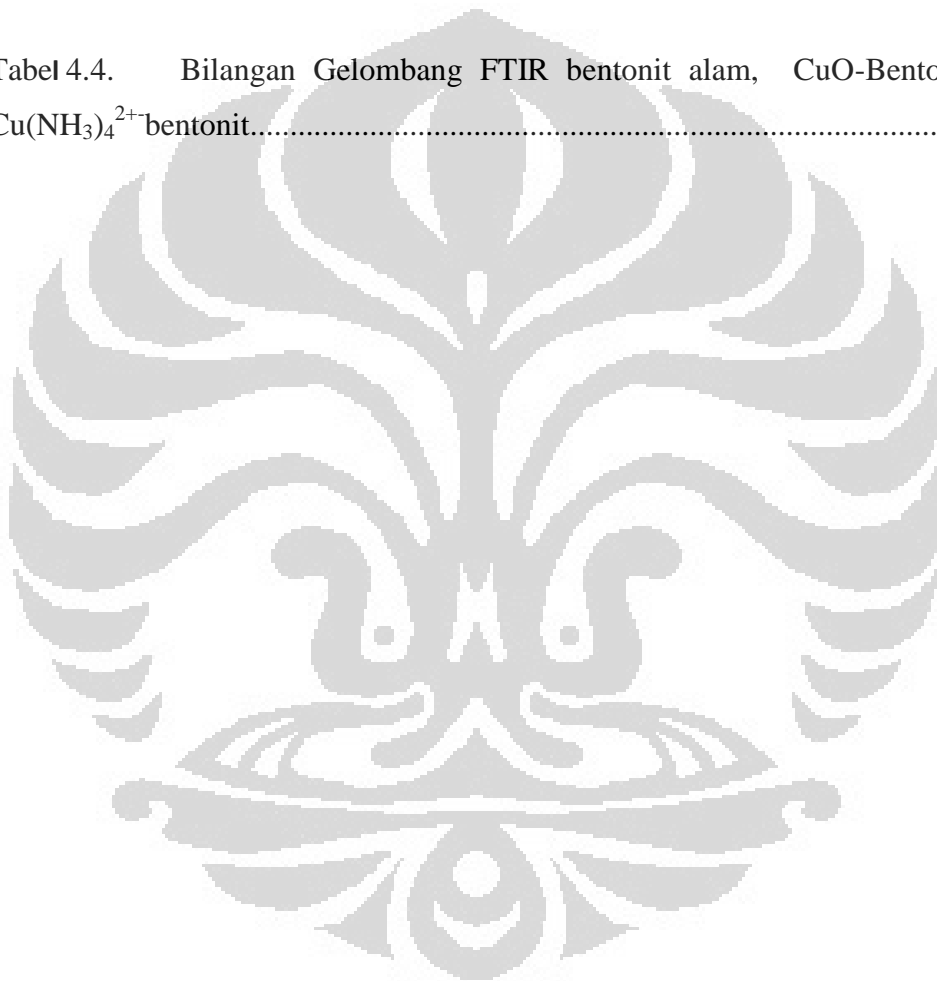


DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 FTIR Bentonit Alam.....	50
Lampiran 2 FTIR CuO-Bentonit 15%.....	51
Lampiran 3 FTIR CuO-Bentonit 20%.....	52
Lampiran 4 FTIR CuO-Bentonit 25%.....	53
Lampiran 5 FTIR $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ - Bentonit 15%.....	54
Lampiran 6 FTIR $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ - Bentonit 20%.....	55
Lampiran 7 FTIR $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ - Bentonit 25%.....	56
Lampiran 8 FTIR Na-Bentonit.....	57
Lampiran 9 XRD 2θ CuO-Bentonit 15%.....	58
Lampiran 10 XRD 2θ CuO-Bentonit 20%.....	58
Lampiran 11 XRD 2θ CuO-Bentonit 25%.....	58
Lampiran 12 Data AAS kurva standar kadar Cu.....	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Tabel 2.1. Sifat-sifat Na-bentonit dan Ca-bentonit.....	10
Tabel 4.1.	Data AAS persentase kadar Cu dalam CuO-Bentonit.....	31
Tabel 4.2.	Uji Leaching CuO-Bentonit.....	31.
Tabel 4.3	Sudut 2 θ XRD Bentonit dan CuO-Bentonit.....	33
Tabel 4.4.	Bilangan Gelombang FTIR bentonit alam, CuO-Bentonit, dan Cu(NH ₃) ₄ ²⁺ bentonit.....	35



BAB 1

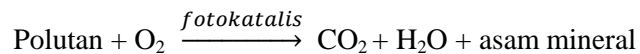
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Limbah cair sisa industri tekstil dan kertas, dapat mengandung zat pewarna yang sulit terdegradasi dan berbahaya bagi lingkungan. Pengelolaan dan pengolahan limbah tersebut sangat diperlukan terutama adalah untuk mencegah kerusakan lingkungan karena pengaruh zat warna.

Metoda pengolahan limbah organik lain yang masih konvensional seperti metoda koagulasi, oksidasi dan elektrokimia masih belum memadai untuk mengatasi limbah organik terutama zat warna karena pada dasarnya metoda ini hanya berperan dalam menciptakan fase yang mengandung polutan yang lebih terkonsentrasi. Beberapa metoda modern seperti biodegradasi, klorinasi, dan ozonisasi telah dikembangkan dan memberikan hasil yang cukup memuaskan namun membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal. Begitu juga dengan metoda pengendapan dan penyerapan dengan karbon aktif. Metoda ini juga masih kurang efektif karena karbon aktif hanya dapat menyerap polutan senyawa dengan berat molekul yang kecil dan bersifat non polar.

Salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengolah limbah zat warna adalah dengan penerapan teknologi fotokatalis. Dalam teknologi ini polutan dioksidasi secara fotokatalitik oleh suatu bahan semikonduktor yang memiliki fasa tidak sama dengan substrat yang digunakan. Partikel semikonduktor akan mendegradasi polutan organik bila dikenai cahaya yang sesuai dengan energi *band gap* material semikonduktor tersebut. Proses degradasi ini akan menghasilkan CO₂ dan H₂O serta asam mineral yang tidak berbahaya jika dibuang ke lingkungan. Reaksi degradasi polutan diwakili oleh reaksi berikut



Salah satu material semikonduktor yang biasa digunakan untuk proses fotokatalitik adalah oksida logam. Oksida logam dipilih karena memiliki aktivitas fotokatalitik yang akan semakin meningkat bila ukuran kuantum partikel dalam kisaran nanometer karena terjadi kenaikan energi *band gap*. Kenaikan energi *band gap* sampai batas tertentu akan menyebabkan kenaikan kemampuan fotokatalitik. Suatu semikonduktor oksida logam dapat disintesis dalam suatu matriks seperti lempung (clay) sebagai *host material* yang dapat membatasi pertumbuhan ukuran partikel semikonduktor tersebut.

Salah satu cara modifikasi terhadap *clay* untuk sintesis material semikonduktor adalah melalui proses pilarisasi. Pilarisasi adalah proses penyisipan *guest material* (kation logam polihidroksi) ke dalam *host material* tanpa merusak struktur lapisan tersebut dilanjutkan dengan konversi termal untuk membentuk oksida logam.

Tembaga oksida (CuO) adalah suatu oksida logam yang dapat berperan sebagai material semikonduktor. CuO memiliki energi band gap antara 1,0 eV-1,4 eV (Toyoda, Sasano, & Takenaka, n.d.). CuO dipilih sebagai material fotokatalis karena oksida tembaga dipilih karena memiliki kemampuan katalitik yang baik dalam berbagai proses oksidasi (L. Rout, S. Jammi, & T. Punniyamurthy, 2007). Bentonit merupakan salah satu jenis clay yang biasa digunakan sebagai absorben atau agen penyerap karena memiliki ruang diantara lapisan penyusunnya (Grim R E, 1968). Untuk meningkatkan nilai guna dari bentonit, CuO dapat disisipkan ke dalam ruang antar layer sehingga bentonit akan terpilarisasi dan dapat berfungsi sebagai material fotokatalis aktif.

1.2. Rumusan masalah

Pada penelitian ini akan dipelajari kemampuan degradasi fotokatalitik zat warna Rhodamin B menggunakan fotokatalis heterogen tembaga oksida yang diinterkalasi dalam ruang antar layer bentonit dengan bantuan sinar UV pada temperatur kamar. Oksida tembaga dipilih karena memiliki kemampuan katalitik

Universitas Indonesia

yang baik dalam berbagai proses oksidasi (L. Rout et al., 2007). Zat warna sebagai model dipilih karena mudah didapat dan merupakan polutan yang dominan pada lingkungan.

1.3 Tujuan Penelitian

1. Preparasi komposit CuO-bentonit dengan bahan pendukung bentonit alam dan prekursor kompleks tembaga ammonia.
2. Mengetahui sifat material yang dihasilkan melalui karakterisasi dengan XRD, FTIR, AAS, SEM, dan UV-vis Diffuse Reflectant.
3. Mendapatkan data hasil uji sifat aktifitas fotokatalitik CuO-Bentonit dalam penguraian zat warna rhodamin B.

1.4. Ruang lingkup penelitian

Ruang lingkup penelitian ini meliputi sintesis dan karakterisasi CuO-Bentonit dari bahan dasar bentonit alam dan garam Cu serta uji aplikasi material CuO-Bentonit tersebut untuk degradasi zat warna Rhodamin B pada berbagai variasi waktu.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

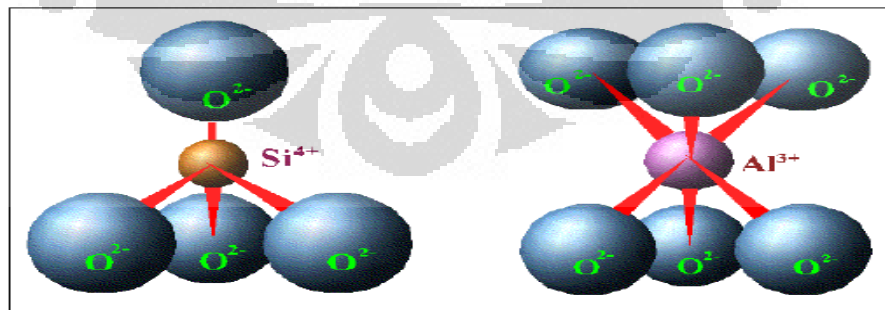
2.1 Mineral

Mineral terbentuk melalui proses pelapukan batuan yang terjadi secara alamiah. Mineral memiliki struktur kristal dengan komposisi tertentu yang tersusun secara teratur mulai dari atom-atom dan garam sederhana sampai material kompleks silikat dengan ribuan bentuk yang telah diketahui. Sebagian mineral di alam berbasis senyawa silikat yang merupakan kelompok terbesar dalam klasifikasi mineral. Beberapa ilmuwan memperkirakan bahwa hampir 90% lapisan kulit bumi tersusun oleh senyawa silikat dengan kelimpahan unsur oksigen dan silikon yang terbanyak ditambah beberapa unsur lainnya seperti aluminium, magnesium, besi dan kalsium.

Mineral kelas aluminosilikat mempunyai struktur kristal tertentu yang tersusun dari dua kerangka dasar pembangun (Gambar 2.1), yaitu :

1. Tetrahedral Silikon-Oksigen (SiO_4^{4-})
2. Oktahedral

Kedua kerangka ini tersusun sedemikian rupa sehingga membentuk suatu lapisan tetrahedral dan oktahedral.



Sumber: <http://webmineral.com>. 10 maret 2010

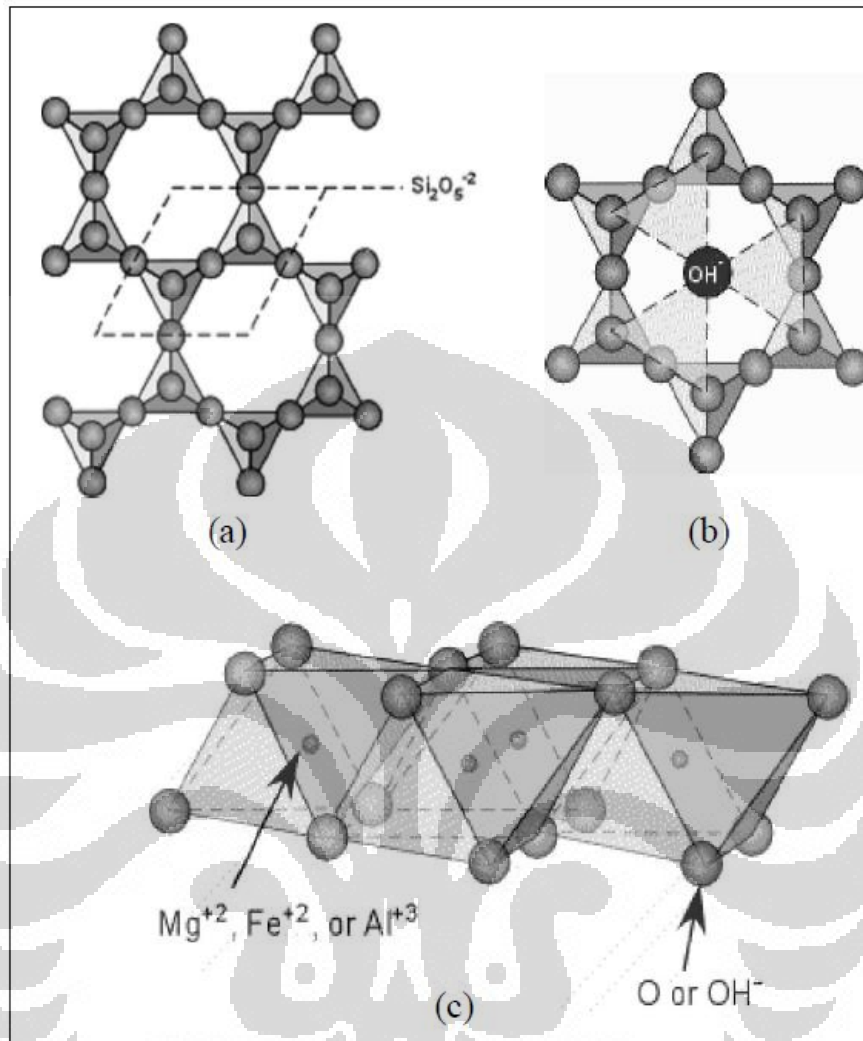
Gambar 2.1 Kerangka Dasar Pembangun Mineral.

Lapisan tetrahedral disusun oleh tetrahedral yang bergabung melalui tiga dari empat atom oksigen yang dipakai bersama membentuk suatu jembatan, sehingga tersusun saling berhubungan seperti cincin heksagonal (Gambar 2.2a).

2.1.1 Pilosilikat

Pilosilikat merupakan subkelas mineral aluminosilikat berbentuk lembaran pada struktur penyusunnya. Struktur dasar pilosilikat berdasarkan interkoneksi cincin anggota enam tetrahedral SiO_4^{4-} membentuk lapisan tak terbatas. Tiga dari empat oksigen tetrahedral dipakai bersama dengan tetrahedral lain membentuk unit dasar $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$

Kebanyakan pilosilikat juga memuat ion hidroksil (OH^-) pada posisi pusat dari cincin heksagonal sehingga dapat memiliki struktur $\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})^{-3}$. Ketika kation terkoordinasi berikatan dengan lapisan SiO_4^{4-} maka akan berikatan dengan apikal oksigen yaitu atom oksigen yang mengarah ke atas atau ke bawah dan ion OH^- pada lapisan tetrahedral (Gambar 2.2b). Sedangkan pada lapisan oktahedral, tersusun oleh oktahedral yang membagi ujung-ujung oksigen dan hidroksil dengan Al^{3+} , Mg^{2+} , dan Fe^{2+} yang disebut sebagai kation terkoordinasi. Oktahedral ini juga tersusun heksagonal sehingga disebut lapisan Gibbsite (Gambar 2.2c). (Nelson, 2006)



Sumber : (Nelson, 2006)

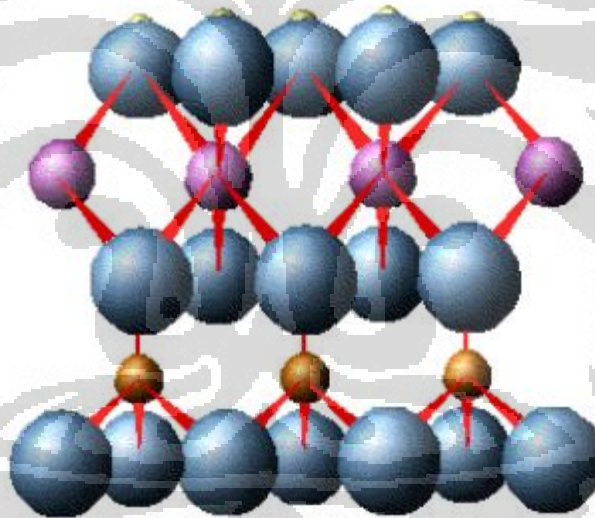
Gambar 2.2. Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral.

Berdasarkan perbandingan lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral penyusunnya, mineral plosilikat dikelompokkan sebagai :

1. Mineral 1:1
2. Mineral 2:1

2.1.2 Mineral 1:1

Mineral 1:1 disebut juga *kandite*. Tersusun dari satu lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral. Struktur *kandite* terjadi karena Si tetrahedral bergabung dengan lapisan gibsite melalui ion apikal oksigen yang juga bagian oktahedral. Akibatnya muatan pada ion oksigen ini diseimbangkan melalui ikatan dengan satu ion Si dan dua ion Al (Gambar 2.3). Karena *layer* tidak bermuatan (netral) maka ikatan antar *layer* merupakan gaya Van der Waals. *Kaolinite* merupakan contoh umum kelompok kandite dengan formula $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. Anggota *kandite* yang lain adalah Anauxite, Dickite, dan Nacrite. (Nelson, 2006)



Sumber : <http://webmineral.com>, 10 Maret 2010

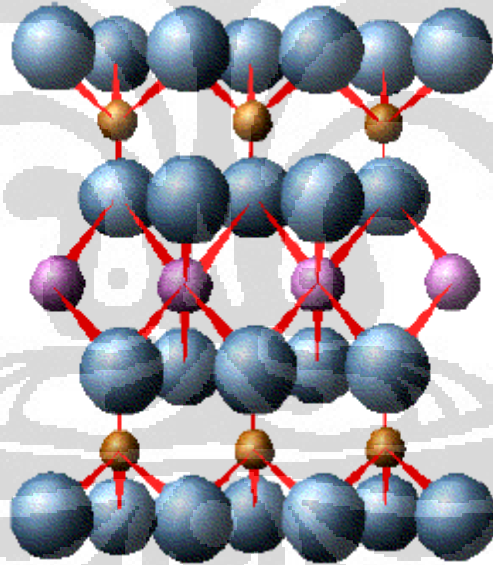
Gambar 2.3 Mineral 1:1

2.1.3 Mineral 2:1

Mineral 2:1 disebut juga *smectite*. Tersusun oleh dua lapisan tetrahedral yang mengapit satu lapisan oktahedral (T-O-T), sehingga terlihat seperti “sandwich”. Istilah “smectite” digunakan untuk menjelaskan kelompok pilosilikat 2:1 yang

Universitas Indonesia

mampu mengembang dan mempunyai muatan *layer* permanen akibat adanya substitusi isomorfis pada lapisan oktahedral Al (terutama oleh spesi bermuatan rendah seperti Mg^{2+} , Fe^{2+} , atau Mn^{2+}) maupun pada lapisan tetrahedral Si (terutama oleh spesi Al^{3+} atau Fe^{3+}). Substitusi ini mengakibatkan total muatan negatif pada struktur mineral, sehingga membutuhkan kation penyeimbang. Lapisan *interlayer* mineral terhidrasi, akibatnya kation dapat bergerak bebas masuk atau keluar layer. Karena *interlayer* terbuka dan terhidrasi, kation bertindak sebagai penyeimbang di *interlayer* tersebut. Adanya kation pada daerah *interlayer* merupakan bagian dari kapasitas tukar kation. Termasuk ke dalam kelompok ini adalah Smectite, Vermiculite dan Bentonit. Pada Vermiculite, muatan negatif umumnya berasal akibat substitusi Si^{4+} oleh Al^{3+} . (Grim R E, 1968)



Sumber : <http://webmineral.com>, 10 Maret 2010

Gambar 2.4 Mineral 2:1

2.2 Bentonit

Bentonit adalah nama dagang untuk jenis lempung yang mengandung mineral monmorilonit antara 80 – 90 %. Fragmen sisa umumnya merupakan campuran dari mineral mineral pengotor seperti kuarsa, kristobalit, feldspar, dan mineral-mineral lempung lain, tergantung pada daerah geologisnya. Menurut kamus geologi, bentonit adalah endapan karang yang dibentuk dari perubahan tempat dari abu vulkanis, komposisi terbesar dari tanah liat monmorillonit yang pada umumnya mempunyai kemampuan cukup besar untuk menyerap air, juga dipakai secara komersil dalam cairan drilling, katalis, cat, pengisi plastik dan sebagainya (Andu, 1987). Bentonit adalah jenis batuan hasil alterasi dari material-material, gelas, tuff atau abu vulkanis (Soedarmo, 1981). Komposisi mineral utamanya adalah mineral monmorillonit dan sedikit biodelit dengan sejumlah mineral-mineral pengikutnya seperti orthoklas, oligoklas biotit, pyroxen dan kwarsa.

Bentonit merupakan mineral yang terdiri dari kristal alumino-silikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Ion-ion logam tersebut dapat diganti oleh kation lain tanpa merusak struktur bentonit dan dapat menyerap air secara *reversible*. Bentonit tidak dapat diidentifikasi hanya berdasarkan analisa komposisi kimianya saja, melainkan harus dianalisa strukturnya. Berdasarkan penyusunnya bentonit dibagi menjadi Na-Bentonit (natrium bentonit) dan Ca-Bentonit (kalsium bentonit).

2.2.1 Natrium Bentonit (Na-Bentonit)

Bentonit jenis ini mempunyai kandungan ion Na^+ relatif lebih banyak dibandingkan dengan kandungan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} , selain itu bentonit juga memiliki sifat mengembang apabila terkena air. Kandungan Na_2O umumnya lebih besar dari 2%. Bentonit jenis natrium banyak digunakan sebagai pencampur pembuatan cat, perekat pasir cetak dalam industri pengecoran dan sebagainya.

2.2.2 Kalsium bentonit (Ca-Bentonit)

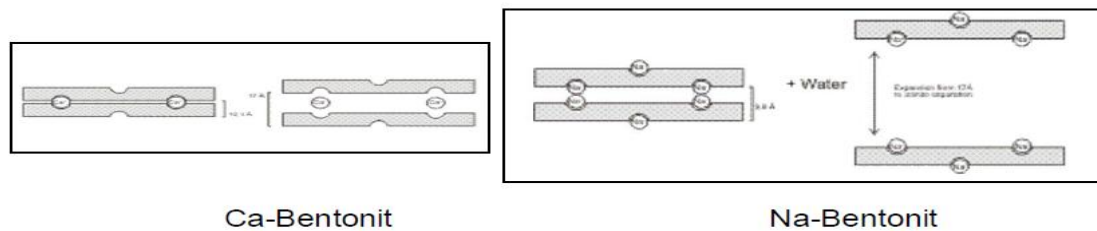
Bentonit jenis ini memiliki kandungan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} yang relatif lebih banyak dibandingkan kandungan ion Na^{+} -nya, mempunyai sifat sedikit menyerap air, dan bila didispersikan ke dalam air akan cepat mengendap (tidak membentuk suspensi), serta memiliki pH 4 -7. Ca-bentonit digunakan untuk bahan cat warna dan sebagai bahan perekat pasir cetak. (Sukandarrumidi, 1999)

Perbedaan dan perbandingan sifat-sifat lainnya antara Na-bentonit dengan Ca-bentonit dapat dilihat pada Tabel

Tabel 2.1. Sifat-sifat Na-bentonit dan Ca-bentonit

Sifat Fisik	Ca-bentonit	Na-bentonit
Kekuatan dalam keadaan basah	Tinggi	Sedang
Perkembangan daya ikat	Cepat	Sedang
Kekuatan tekan	Sedang	Tinggi
Panas	Rendah	Tinggi
Kering	Rendah	Tinggi
Keawetan :		
Daya tahan terhadap penyusutan	Rendah	Tinggi
Daya mengembang	Tidak baik	Sangat baik
Kemantapan terhadap panas pada temperatur cetak	Sangat baik	Sedang
Daya mengalirkan pasir	Mudah	sukar

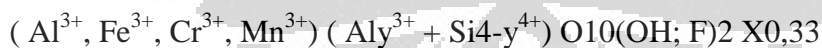
(Sukandarrumidi, 1999)



Sumber : www.ceg.fsv.cvut.cz/ENceg_uvod03_bentonit.htm, 11 Maret 2010
Gambar 2.5 Kalsium Bentonit dan Natrium bentonit

2.2.3 Montmorilonit

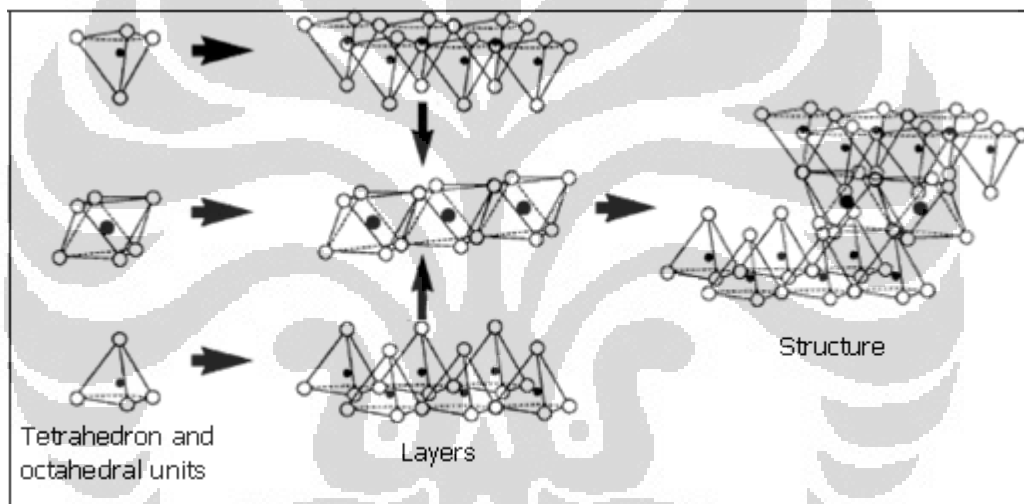
Montmorillonite merupakan salah satu contoh mineral kelas pilosilikat. *Montmorillonite* membentuk kristal mikroskopik atau setidaknya kristal *micaceous* berlapis sangat kecil. Kandungan air sangat bervariasi dan apabila air diabsorpsi, *montmorillonite* cenderung mengembang sampai beberapa kali volume awal. Sifat ini membuat *montmorillonite* menjadi mineral yang bermanfaat untuk berbagai tujuan, seperti : pembersih dan penjernih larutan gula, sebagai bahan pemucat pada proses penjernihan minyak makan, penyerap ion-ion logam dan penjernih air minum. *Montmorillonite* juga merupakan konstituen utama abu vulkanik yang disebut bentonit. Sebagai spesi mineral, *montmorillonite* tidak mendapat banyak perhatian karena sampel *montmorillonite* murni bersifat massive, pucat dan sangat tidak menarik. Menurut Rose dan Hendrick rumus kimia secara umum dari mineral *montmorilonit* dapat ditulis :



Kation-kation yang dipertukarkan dalam struktur kristal *montmorilonit* kebanyakan adalah Na^+ dan Ca^{2+} , namun terdapat kation lain sebagai pengotor yang dapat ditukar seperti K^+ , Mg^{2+} , Li^+ , Rb^+ dan Cs^+ .

Montmorilonit tergolong mineral tipe 2:1, karena pada struktur kristalnya tersusun atas dua lapisan tetrahedral yang merupakan silika yang mengapit satu lapisan oktahedral. (Gambar 2.6).

Secara alami struktur montmorillonit mengalami proses substitusi isomorfis, dimana posisi Al^{3+} digantikan oleh Mg^{2+} , Fe^{2+} dan Si^{4+} digantikan Al^{3+} , Fe^{3+} . Sebagai konsekuensinya terdapat netto muatan negatif pada permukaan dan harus dinetralkan oleh kation-kation seperti seperti Na^+ , K^+ , Ca^+ dan lain-lain yang terserap di permukaan lembaran montmorillonit, kation ini disebut kation *interlayer* (*exchangeable cations*).

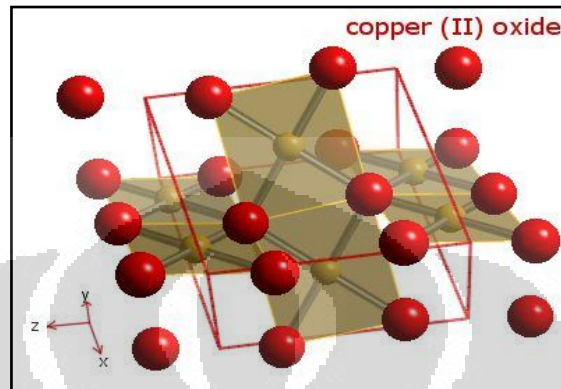


Sumber: <http://webmineral.com>, 11 Maret 2010
Gambar 2.6. Struktur *Montmorillonite*

2.3. CuO

Oksida logam CuO merupakan padatan hitam ionik dengan titik leleh 1200°C . CuO merupakan oksida basa sehingga mudah larut dalam asam mineral seperti asam klorida dan asam sulfat membentuk garam-garam tembaga (II). CuO mempunyai sistem kristal monoklinik (Gambar 2.7). Kegunaan dari oksida logam CuO antara lain sebagai pewarna dari keramik. Salah satu aplikasi oksida logam CuO adalah sebagai

semikonduktor, karena CuO memiliki bandgap sekitar 1,3-1,7 eV. (DIWAKAR CHAUHAN, V R SATSANGI, SAHAB DASS, & ROHIT SHRIVASTAV, 2006)



Sumber : [http://www.chemistrydaily.com/chemistry/copper\(II\)oxide](http://www.chemistrydaily.com/chemistry/copper(II)oxide). 12 maret 2010

Gambar 2.7 Struktur kristal CuO

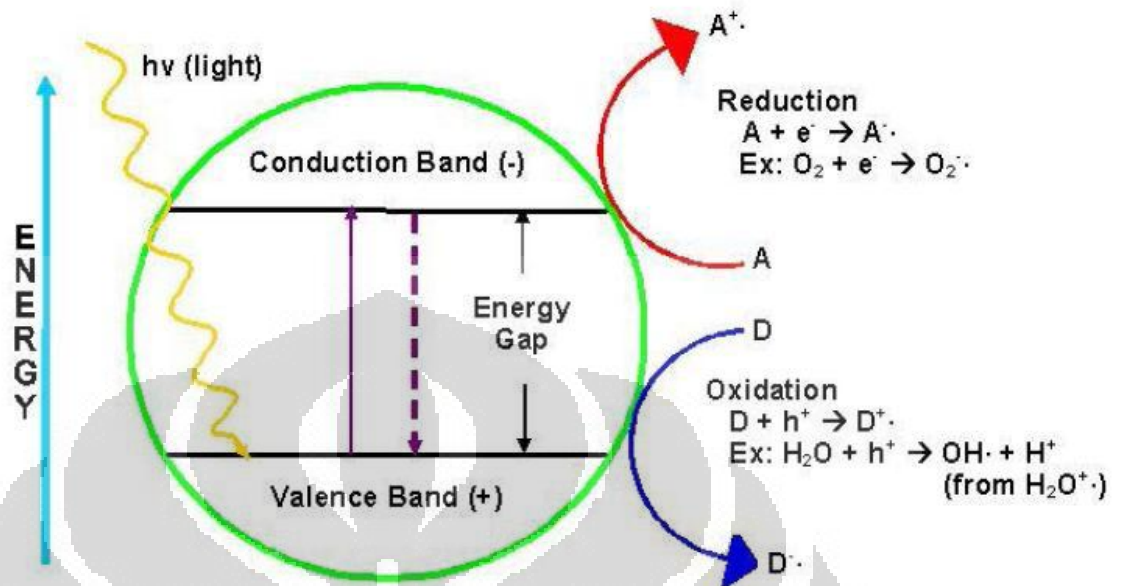
2.4 Fotokatalis

Material semikonduktor dapat dimanfaatkan dalam proses fotokatalis. Proses fotokatalis terjadi apabila energi dari sinar yang diberikan sesuai dengan energi celah pita (*bandgap*) dari material semikonduktor tersebut. Pada semikonduktor dikenal istilah pita konduksi dan pita valensi. Pita valensi merupakan pita yang terbentuk dari orbital molekul yang berikatan (*bonding*), sedangkan pita konduksi merupakan pita yang terbentuk dari molekul yang tidak berikatan (*nonbonding*). Pita konduksi dan pita valensi ini memegang peranan penting dalam semikonduktor. Jarak antara pita konduksi dan pita valensi ini dinamakan celah pita (*bandgap*). Energi *bandgap* merupakan besaran energi yang diperlukan suatu elektron untuk dapat tereksitasi dari pita valensi menuju ke pita konduksi. Semakin besar *bandgap* dari suatu senyawa atau unsur maka semakin sulit elektron untuk dapat tereksitasi dan semakin berkurang dampak efek fotokatalis yang akan diberikan. (Oxtoby, 2002)

Oksidasi fotokatalitik heterogen merupakan suatu proses di mana polutan dioksidasi dengan menggunakan semikonduktor fotokatalis yang mempunyai sifat tidak beracun serta memiliki fasa tidak sama dengan substrat. Partikel semikonduktor

akan menjadi oksidator yang mampu mendegradasi sejumlah polutan bila dikenai cahaya dengan panjang gelombang yang sesuai dengan *bandgap* semikonduktor tersebut. Degradasi total polutan organik (mineralisasi sempurna) ini akan menghasilkan CO₂, H₂O, dan asam mineral. Salah satu fotokatalis yang sudah dikenal adalah semikonduktor oksida logam.

Suatu partikel fotokatalis oksida logam dapat disintesis di dalam suatu matriks, seperti lempung montmorillonit, sebagai *host material* yang berperan untuk membatasi pertumbuhan ukuran partikel oksida tersebut. Salah satu cara modifikasi terhadap montmorillonit untuk sintesis material nano semikonduktor fotokatalis adalah melalui pilarisasi, yaitu suatu proses penyisipan dari *guest material* ke dalam antarlapis *host material* dengan struktur berlapis tanpa merusak struktur lapisan tersebut dilanjutkan konversi termal untuk membentuk oksida logam. Pilarisasi montmorillonit didasarkan pada fenomena mengembang jari montmorillonit. Selama terhidrasi jarak antarlapis montmorillonit meningkat, namun setelah dehidrasi lapisan montmorillonit rusak dan permukaan antarlapisnya tidak dapat diakses lagi untuk proses kimia. Spesies pemilar yang stabil mampu mempertahankan struktur lapisan montmorillonit dan menjaga porositas yang lebih tinggi selama hidrasi dan dehidrasi sehingga montmorillonit terpillar akan memiliki luas permukaan dan volume pori yang tinggi, distribusi ukuran serta pilar oksida logam yang bersifat katalitik aktif.



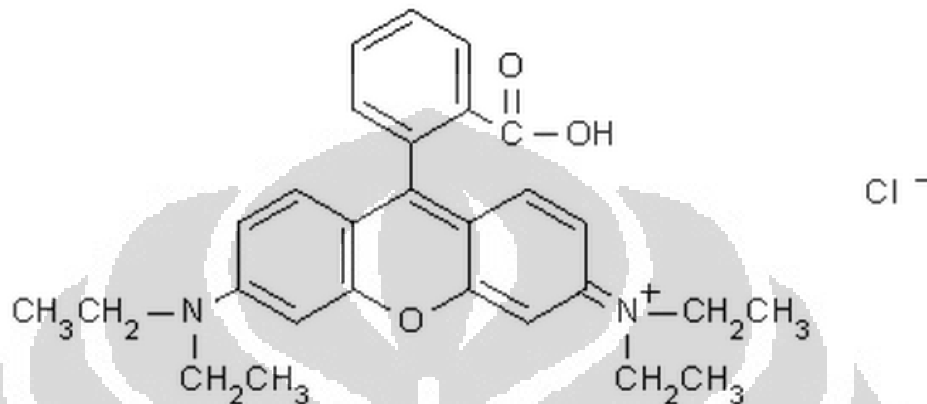
Sumber : (Oxtoby, 2002)

Gambar 2.8 Proses Fotokatalis

2.5. Rhodamin B

Zat warna tekstil merupakan gabungan dari senyawa organik tidak jenuh, kromofor sebagai pembawa warna, dan ausokrom sebagai pengaktif kerja kromofor dan pengikat antara warna dengan serat. Rhodamin B adalah pewarna sintetis yang digunakan pada industri tekstil dan kertas. Rhodamin B termasuk golongan zat warna basa yang disebut juga zat warna kation, karena gugus pembawa warna terdapat pada kationnya. Zat warna ini larut dalam air, biasanya digunakan untuk mencelup serat-serat binatang, poliamida dan poliakrilat. Zat warna Rhodamin B berbentuk serbuk kristal merah keunguan dan dalam larutan akan berwarna merah terang berpendar, mempunyai rumus molekul $C_{28}H_{31}ClN_2O_3$ (Gambar 2.8), berat molekulnya 479,02 gram/mol, titik lelehnya $210^{\circ}C$ - $211^{\circ}C$, densitasnya 0,79 gram/cm³ dan mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 558 nm. Senyawa Rhodamin B ini akan

digunakan sebagai model zat warna yang digunakan untuk degradasi secara fotokatalisis. (Junaedi & Rosyid, 2008)



Sumber : <http://omlc.ogi.edu/spectra/PhotochemCAD/html/rhodamineB.html>. 10 Maret 2010

Gambar 2.9 Struktur Rhodamin B

2.6. Alat Uji

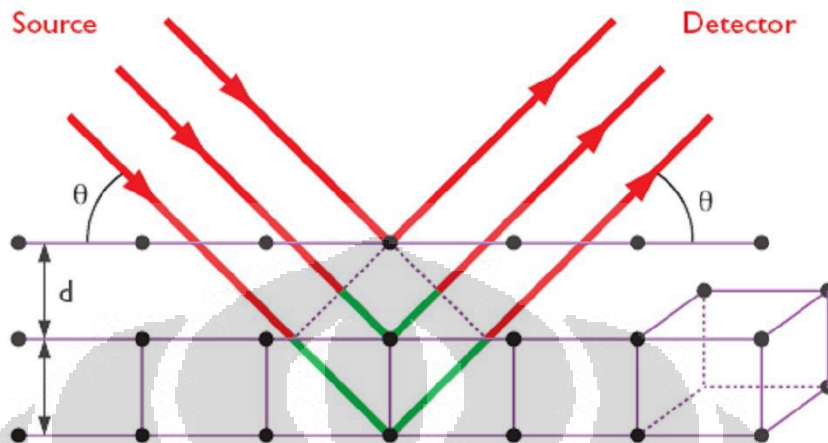
2.6.1. Difraksi Sinar-X (XRD)

Max von Laude menyatakan bahwa kristal dapat digunakan sebagai kisi tiga dimensi untuk difraksi radiasi elektromagnetik. Ketika radiasi elektromagnetik melewati suatu materi, terjadi interaksi dengan elektron dalam atom dan sebagian dihamburkan ke segala arah. Dalam beberapa arah, gelombang berada dalam satu fasa dan saling memperkuat satu sama lain sehingga terjadi interferensi konstruktif sedangkan sebagian tidak satu fase dan saling meniadakan sehingga terjadi interferensi destruktif. (Gunlazuardi, Jarnuzi, 2005; Hardjono, 1992)

Interferensi konstruktif tergantung pada jarak antar bidang (d), besar sudut difraksi (θ) dan berlangsung hanya apabila memenuhi hukum Bragg :

Universitas Indonesia

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n= 1, 2, 3, \dots$$



Sumber : (Hardjono, 1992)

Gambar 2.10 Difraksi Sinar X

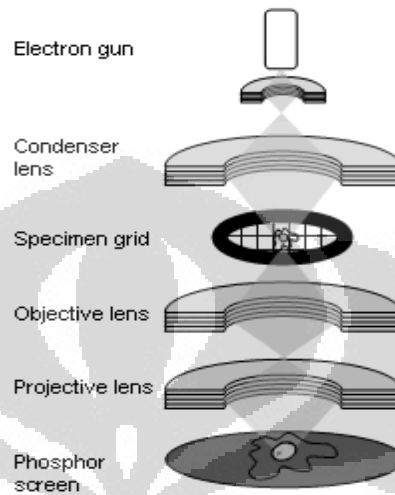
Penurunan konvensional Hukum Bragg dengan menganggap setiap bidang kisi memantulkan radiasi. Dalam difraktometer sampel disebarkan pada bidang datar, dan pola difraksinya dimonitor secara elektronik (Gambar 2.10). Pada umumnya digunakan untuk analisa kuantitatif dan kualitatif, karena pola difraksi itu merupakan sejenis sidik jari yang dapat dikenali.

2.6.2. Scanning Electron Microscop (SEM)

Mikroskop pemindai elektron atau SEM adalah sebuah mikroskop yang mampu melakukan pembesaran objek sampai 2 juta kali, yang menggunakan elektrostatik dan elektro magnetik untuk mengontrol pencahayaan dan tampilan gambar serta memiliki kemampuan pembesaran objek serta resolusi yang jauh lebih bagus daripada mikroskop cahaya.

Mikroskop elektron ini menggunakan jauh lebih banyak energi dan radiasi elektro magnetik yang lebih pendek dibandingkan mikroskop cahaya. Prinsip dasar dari electron microscopy ini yaitu memfokuskan sinar elektron (*electron beam*) di permukaan obyek dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang

muncul dari permukaan obyek. Penggunaan detektor X-ray memudahkan dalam mengambil gambar dari electron yang tereksitasi yang ditampilkan dalam layar. Prinsip dasar *electron microscopy* ditampilkan dalam gambar 2.11.



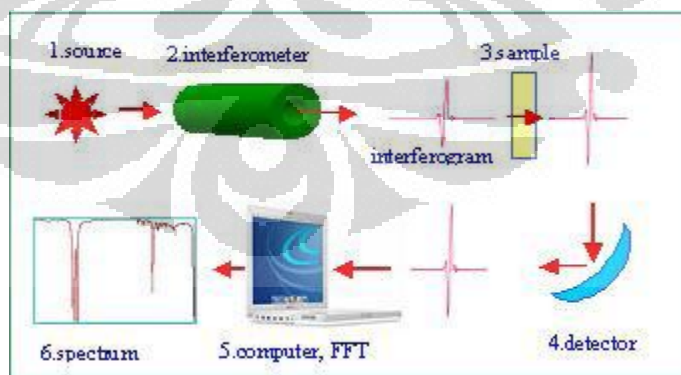
Sumber : (William R. Herguth, n.d.)

Gambar 2.11 . Prinsip dasar *electron microscopy*

Alat instrumen SEM menghasilkan electron berenergi tinggi yang difokuskan ke arah sampel. berkas elektron kemudian dipindai di atas permukaan sampel. Elektron dipercepat dalam keadaan vakum agar dapat berjalan lurus hingga didapat panjang gelombang yang sangat kecil, mungkin hanya satu per seratus ribu dari panjang gelombang cahaya putih. Berkas dari elektron yang bergerak sangat cepat ini lalu difokuskan pada sampel dan kemudian akan diserap atau dihamburkan oleh sampel. serapan atau hamburan ini akan diproses secara elektronik dan diubah menjadi sebuah gambar. Mikroskop elektron yang biasa digunakan untuk mempelajari suatu material dapat memberikan pembesaran gambar hingga 0,001 micron.(William R. Herguth, n.d.)

2.6.3. Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)

Instrumen FTIR menggunakan sumber radiasi dalam kisaran inframerah (bilangan gelombang = 4000-400 cm^{-1}). Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkakan (*bending*) ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul. Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan amplitudo vibrasi atom-atom yang saling berikatan. Panjang gelombang absorpsi oleh suatu tipe tertentu ikatan, bergantung pada jenis vibrasi ikatan tersebut. Oleh karena itu tipe ikatan yang berbeda (C-H, C-C, C-O dll) menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang berbeda. Pada FTIR (Gambar 2.12) sampel diletakkan dalam instrumen dengan sumber radiasi inframerah. Spektrometer secara otomatis membaca sejumlah radiasi yang menembus sampel dengan kisaran frekuensi tertentu dan merekam pada kertas berapa persen radiasi yang ditransmisikan. Karena setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda, maka tidak ada dua molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai bentuk serapan yang tepat sama. Instrumen FTIR terdiri sumber cahaya, monokromator, detektor, dan sistem pengolah data (komputer). Spektum yang dihasilkan merekam panjang gelombang atau frekuensi versus % T. (Ewing, 1985; Oxtoby, 2002)



Sumber : (Ewing, 1985)

Gambar 2.12 Komponen FTIR

2.6.4. Spektrofotometer UV-Vis

Molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-Vis karena mengandung elektron yang dapat dieksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Spektrofotometer UV-Vis dapat membaca transisi pada panjang gelombang antara 190-1000 nm. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi, sesuai persamaan :

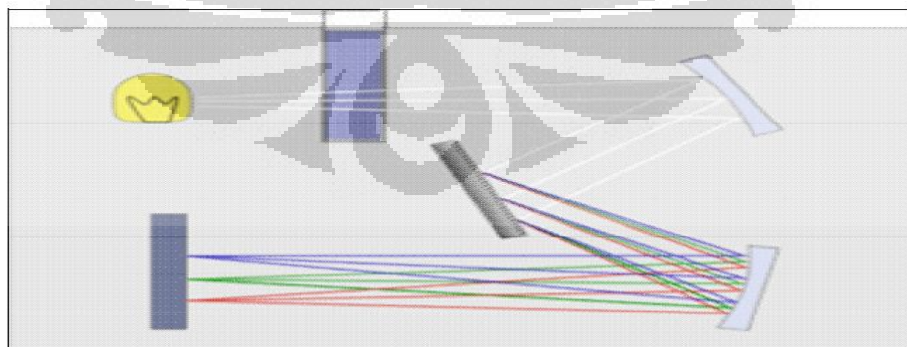
$$A = \epsilon \cdot b \cdot C$$

$$A = a \cdot b \cdot C$$

A = absorbansi ϵ = absorptivitas molar a = absorptivitas

C = konsentrasi b = tebal kuvet

Radiasi yang ditembakkan pada suatu sampel ada yang diserap dan ada yang diteruskan. Logaritma daya radiasi yang diserap per daya radiasi yang diteruskan merupakan nilai absorbansi (lihat Gambar 2.13). Penggunaan utama spektrofotometer UV-Vis, yang bergantung pada transisi antara level energi elektronik, yaitu mengidentifikasi sistem elektron π terkonjugasi. Energi yang dibutuhkan untuk memindahkan elektron dari suatu keadaan standar ke keadaan lain berada pada spektrum elektromagnetik antara visible dan ultraviolet.



Sumber : <http://sentrabd.com/main/info/insight/spectrophotometer.htm>. 18 Mei 2010

Gambar 2.13 UV-Vis Spektrofotometer

2.6.5. Spektrofotometri Serapan Atom (AAS)

Spektroskopi atom digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan secara kualitatif dan kuantitatif logam dalam larutan. Pengukuran dalam AAS berdasarkan radiasi yang diserap oleh atom yang tidak tereksitasi dalam bentuk uap. Dalam spektroskopi emisi, pengukuran didasarkan pada energi yang diemisikan ketika atom-atom dalam keadaan tereksitasi untuk kembali ke keadaan dasar. Atom-atom yang tidak tereksitasi dikenai energi berupa cahaya dari lampu yang sesuai dengan logam yang diukur, sehingga elektronnya akan mengalami transisi elektronik dan menghasilkan spektrum serapan. Rangkaian alat spektroskopi serapan atom terdiri dari sumber cahaya, pengatomisasi, dan sistem pendeteksi cahaya (monokromator, detektor dan pencatat). Sumber cahaya yang digunakan untuk spektroskopi serapan atom umumnya adalah lampu *hollow cathode* berisi unsur yang sama dengan unsur yang akan digunakan untuk pembentukan atom dalam wujud gas. Monokromator digunakan untuk memilih panjang gelombang emisi cahaya yang diinginkan. Detektor yang digunakan adalah suatu fotomultiplier karena sangat sensitif dan responnya terhadap cahaya seragam pada daerah panjang gelombang ultraviolet dan sinar tampak. (William R. Herguth, n.d.)

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia pada bulan Februari sampai Mei 2010.

3.2 Alat

3.2.1 Alat Laboratorium

Peralatan laboratorium yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas seperti gelas piala 500 mL, gelas piala 250 mL dan gelas piala 100 mL, termometer, labu ukur 1000 mL, labu ukur 500 mL, labu ukur 250 mL dan labu ukur 100 mL, pipet ukur, mortar, magnetik stirer, neraca analitik, oven, autoclave, sentrifuge dan lampu UV-a.

3.2.2 Alat Uji Karakterisasi

Alat uji yang digunakan untuk analisa dan karakterisasi adalah XRD, FTIR, UV-DRS, UV-Visible, AAS, XRF, dan SEM.

3.3 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bentonit Alam dan bahan-bahan kimia yang dibeli dari Merck, diantaranya Natrium Hidroksida (NaOH), Asam Asetat (CH_3COOH), Natrium Klorida (NaCl), Perak Nitrat (AgNO_3), Tembaga(II)nitrat trihidrat ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), Amonium Hidroksida (NH_4OH), Etanol 95% ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), Zat Warna Rhodamin-B dan aquades.

3.4 Cara

Cara kerja pada penelitian ini dilakukan berdasarkan prosedur yang telah dilakukan peneliti-peneliti sebelumnya (Nurdani, 2009; Syarif, 2009) dengan beberapa modifikasi.

3.4.1 Preparasi Bentonit Alam

Enam puluh lima bentonit alam dipanaskan di dalam oven pada suhu 110 - 120⁰ C selama 2 jam. Bentonit kering yang diperoleh dari proses tersebut kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan berukuran 50 *mesh*.

3.4.2 Purifikasi karbonat dengan Larutan Buffer pH 4,8

Bentonit hasil preparasi didispersikan kedalam 250 mL larutan buffer natrium asetat (CH_3COONa) pH = 4,8. Dilakukan pengadukan selama 5 jam sampai gelembung gas CO_2 yang merupakan indikasi karbonat hilang. Campuran bentonit kemudian dipisahkan dari filtratnya dengan cara disentrifugasi dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110-120⁰ C.

3.4.3 Penjenuhan bentonit dengan NaCl 1 M

Sebanyak 50 gram bentonit hasil purifikasi yang telah halus didispersikan ke dalam 1100 mL larutan Natrium Klorida (NaCl) 1 M. Suspensi diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam pada suhu 70⁰ C. Campuran dipisahkan dengan cara dekantasi dan endapan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa ion klorida. Filtrat diuji dengan menggunakan larutan Perak Nitrat (AgNO_3) 1M sampai tidak terbentuk endapan putih AgCl . Bentonit yang telah bebas ion Cl^- dikeringkan dalam oven pada suhu 110- 120⁰ C kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan berukuran 120 *mesh*. Bentonit yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan alat uji XRD, FTIR, dan SEM. Untuk selanjutnya bentonit ini dinamakan Na-Bentonit.

3.4.4 Preparasi Larutan Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)]^{2+}$

Sebanyak masing-masing 3,8290 gram; 5,1054 gram; dan 6,3818 gram $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam aquades sampai diperoleh larutan Cu^{2+} 1M. Kedalam larutan tersebut dimasukkan NH_4OH 1M perlahan-lahan secara berurutan masing-masing 42,24 mL; 56,35 mL dan 70,42 mL. Kemudian ditambahkan larutan etanol : air dengan komposisi 1 : 4 kemudian larutan ini di stirer selama 1 jam pada temperatur kamar. Untuk selanjutnya secara berurutan larutan ini dinamakan larutan kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)]^{2+}$ A, B dan C.

3.4.5 Sintesis CuO-Bentonit

Tahap ini dimulai dengan pembuatan suspensi Na-Bentonit, masing-masing dibuat dari 6,8 gram ; 6,4 dan 6,0 gram Na-bentonit yang didispersikan dalam aquades sebanyak 68, 64 dan 60 mL. Masing-masing suspensi Na-Bentonit dituangkan secara berurutan ke dalam larutan kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ A, B dan C (memberikan persen berat 15%, 20% dan 25%). Setelah semua suspensi ditambahkan, campuran distirer dan direfluks pada suhu 80⁰C selama 2 jam. Kemudian masing-masing campuran di masukkan ke dalam autoclave dan dipanaskan pada suhu 160⁰ C selama 5 jam. Dilakukan penyaringan pada suspensi hasil autoclave dan endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 110-120⁰ C untuk menghilangkan uap air. Kemudian dilakukan kalsinasi secara bertahap sampai suhu 400⁰ C untuk mendapatkan material CuO-Bentonit. Untuk selanjutnya hasil sintesis ini berturut

turut dinamakan 15%, 20% dan 25% CuO-Bentonit. Hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, UV Vis Diffuse Reflectance, XRF, dan SEM. Kemudian dilakukan uji leaching pada material hasil sintesis di mana 100 mg masing-masing CuO-Bentonit hasil sintesis didispersikan dalam 100 mL aquades dan dilakukan pengadukan selama 3 jam. Endapan dipisahkan dari campuran dan filtratnya digunakan untuk uji kandungan Cu^{2+} menggunakan instrument AAS. Kemudian dilakukan penentuan persentase kandungan Cu pada masing-masing bentonit hasil sintesis. Sebanyak 50 mg CuO-Bentonit hasil sintesis dilarutkan dalam 100 mL larutan HNO_3 : HCl dengan komposisi 1 : 3. Selanjutnya diambil 5 mL alikuot larutan tersebut untuk diencerkan dalam labu 100 mL kemudian diuji menggunakan instrumen AAS.

3.4.6 Uji Aplikasi Fotokatalis

3.4.6.1 Pembuatan Larutan stok Rhodamin-B

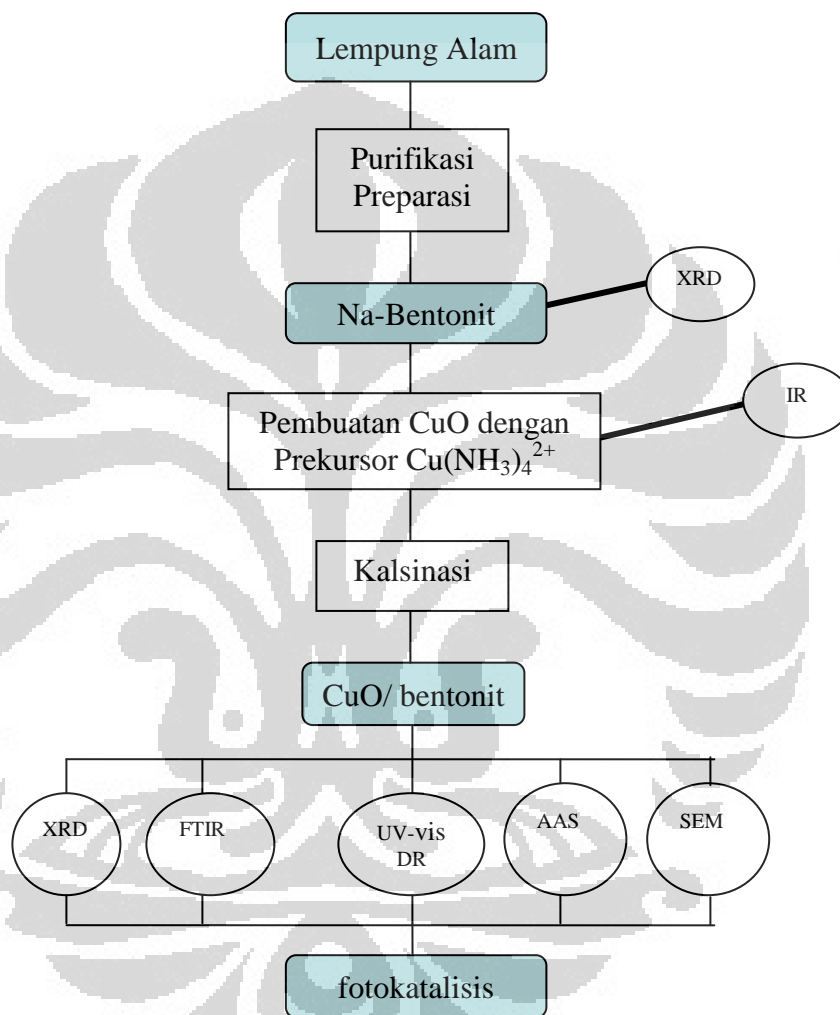
Larutan Rhodamin-B 10^{-3} M dibuat dengan menimbang sebanyak 0,479 gram padatan Rhodamin-B dan dilarutkan dalam labu ukur 1 L dengan aquades. Rhodamin B yang digunakan untuk uji aplikasi selanjutnya dipersiapkan dengan pengenceran larutan stok menjadi 1×10^{-5} M.

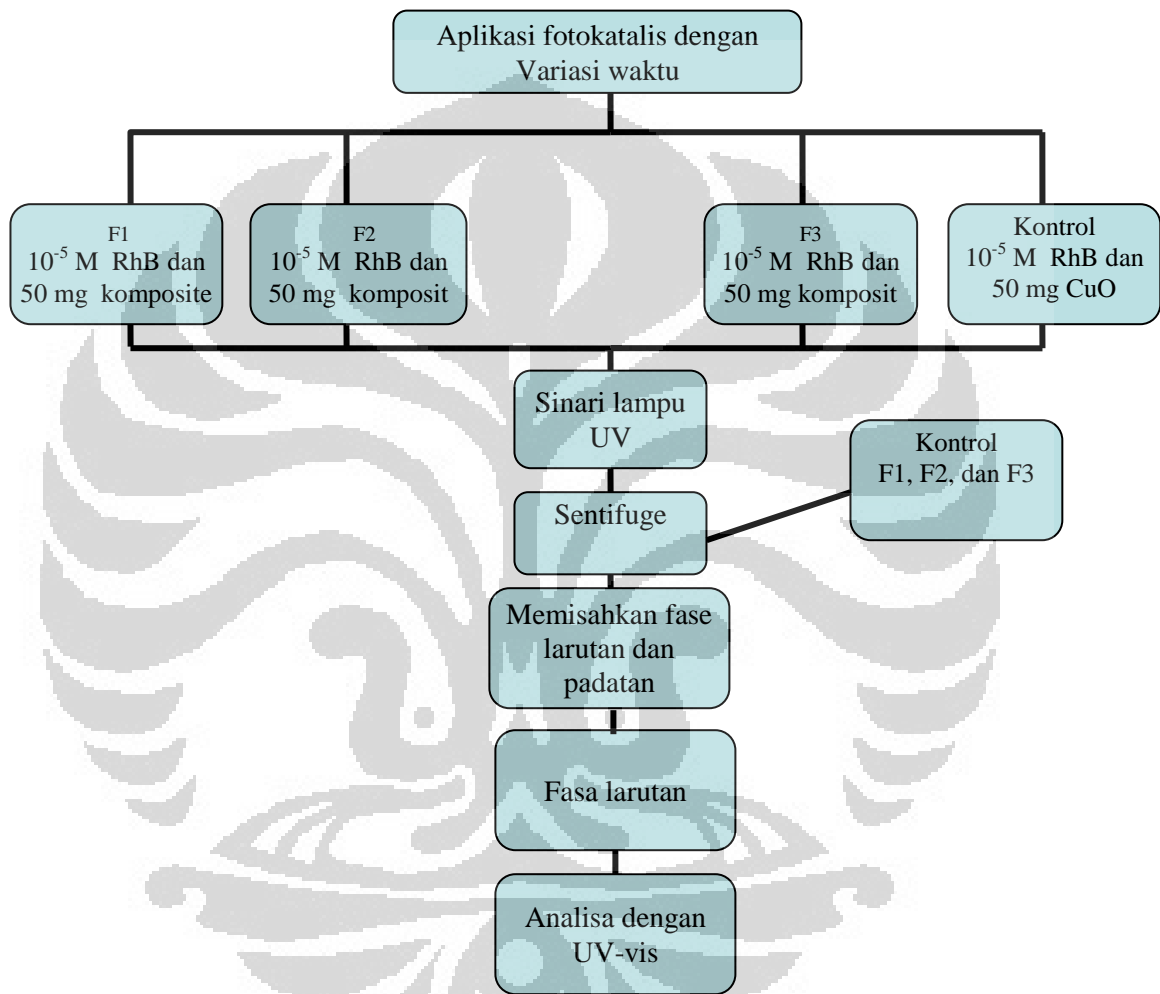
3.4.6.2 Uji Variasi Waktu

Sebanyak 50 mg CuO-Bentonit didispersikan ke dalam 100 mL larutan zat warna Rhodamin-B 1×10^{-5} M. Proses fotokatalis dilakukan di bawah penyinaran lampu UV-a dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, 120, 150, dan 180 menit. Reaktor batch yang digunakan memiliki 1 buah lampu UV-a dengan panjang gelombang 315-400 nm. Pada masing-masing interval waktu secara berurutan diambil alikuot sebanyak 5 mL kemudian disentrifugasi dan absorbansi filtratnya diukur dengan alat uji Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum Rhodamin-B.

Pada penelitian ini dilakukan perlakuan yang sama dengan menggunakan beberapa kontrol. Sebagai kontrol efek fotolisis (kontrol 1) dilakukan dengan penyinaran terhadap 100 mL larutan Rhodamin-B 1×10^{-5} M tanpa material CuO-Bentonit. Sebagai kontrol efek sorpsi (kontrol 2), 50 mg material Na-Bentonit didispersikan ke dalam 100 mL larutan Rhodamin-B 1×10^{-5} M tanpa penyinaran lampu UV. Sebagai kontrol efek fotokatalis (kontrol 3) dari lampu UV, dilakukan dengan mendispersikan 50 mg material CuO-Bentonit dalam 100 mL larutan Rhodamin-B 1×10^{-5} M tanpa disinari lampu UV. Sebagai kontrol efek fotokatalis (kontrol 4) dari material semikonduktor, dilakukan dengan penyinaran lampu UV pada 50 mg material CuO dalam 100 mL larutan Rhodamin-B 1×10^{-5} M.

3.5. DIAGRAM ALIR PENELITIAN





BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

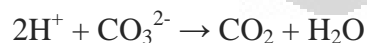
4.1. Preparasi Bentonit

Sebelum bentonit digunakan untuk sintesis CuO-Bentonit, dilakukan tahap preparasi bentonit alam terlebih dahulu. Preparasi bentonit dilakukan melalui tiga tahap yaitu preparasi bentonit alam, purifikasi karbonat dan penjujukan bentonit dengan menggunakan larutan Natrium Klorida (NaCl).

Tahap awal preparasi bentonit dimulai dengan memanaskan bentonit alam dalam oven pada suhu 110-120°C selama 2 jam. Proses pemanasan ini bertujuan untuk menghilangkan uap air dan pengotor yang mudah menguap. Bentonit yang sudah kering kemudian diayak menggunakan ayakan berukuran 50 mesh untuk mendapatkan ukuran partikel bentonit yang lebih seragam.

Bentonit hasil preparasi kemudian digunakan dalam tahap purifikasi. Proses purifikasi bertujuan untuk menghilangkan karbonat yang kemungkinan masih terdapat di dalam bentonit. Purifikasi karbonat dilakukan dengan mendispersikan 60 gram bentonit ke dalam 250 mL larutan buffer Natrium Asetat (CH₃COONa) pH 4,8 sambil dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirer* selama 5 jam.

Reaksi yang terjadi adalah :



Gas CO₂ yang dihasilkan akan teramati sebagai gelembung-gelembung yang muncul pada permukaan campuran. Proses pengadukan dihentikan bila gelembung gas tidak teramati lagi pada permukaan campuran tersebut. Kemudian campuran

disentrifugasi untuk memisahkan padatan bentonit dari larutan buffer Natrium Asetat (CH_3COONa).

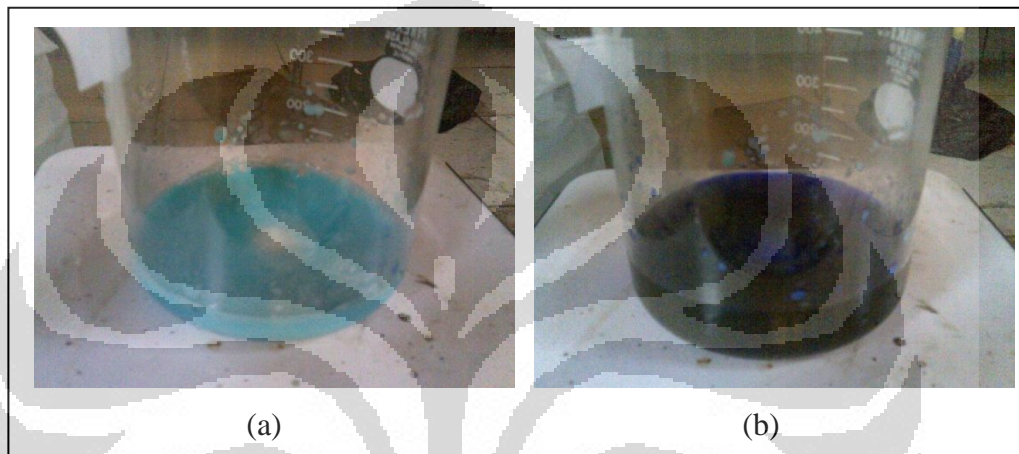
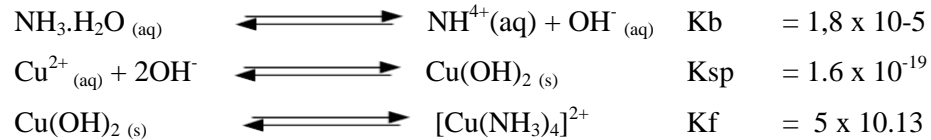
Tahap terakhir dari preparasi bentonit adalah penjenuhan dengan larutan Natrium Klorida (NaCl) 1M. Proses penjenuhan ini bertujuan untuk mensubstitusi ion Ca^{2+} yang terdapat dalam ruang interlayer bentonit alam dengan ion Na^+ sehingga terjadi pertukaran ion dari Ca-bentonit menjadi Na-bentonit. Substitusi ini diharapkan akan mengubah daya mengembang dari bentonit alam pada ruang interlayer yang awalnya kurang mengembang (*non-swelling*) menjadi lebih mengembang (*swelling*). Perubahan sifat dari *non-swelling* menjadi *swelling* diharapkan agar penyisipan CuO pada ruang interlayer bentonit menjadi lebih mudah. Na-bentonit lebih bersifat mengembang daripada Ca-bentonit karena ketika berada dalam air permukaan interlayer bentonit akan memberikan gaya tarik terhadap absorpsi molekul air. Ion Na^+ yang berada pada permukaan lembaran bentonit akan berasosiasi dengan daerah yang mengalami defisiensi muatan positif pada salah satu lembaran saja, sehingga jarak antara lembaran akan terpisah cukup jauh dan memungkinkan interaksi dengan air lebih banyak. Sementara ion Ca^{2+} tidak dapat berasosiasi secara efektif dengan dua pusat negatif pada satu lembaran sehingga harus berasosiasi dengan dua lembaran sekaligus. (Irwansyah, 2007)

4.2 Preparasi Kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

Sintesis kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dilakukan dengan melarutkan tembaga(II)nitrat trihidrat ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) sebagai sumber Cu^{2+} dalam aquades dengan komposisi tertentu hingga memiliki nilai molaritas sebesar 1M. Kemudian secara perlahan dituangkan larutan ammonia (NH_4OH) 1M secara perlahan dengan dilakukan pengadukan di atas *magnetic stirrer*. Pada awalnya akan terbentuk larutan berwarna biru langit (Gambar 4.1.a) yang merupakan indikasi terbentuknya larutan tembaga dihidroksida ($\text{Cu}(\text{OH})_2$) dan penambahan NH_4OH berlebih akan merubah

larutan ini kembali menjadi warna biru tua (Gambar 4.2.b). Perubahan warna terakhir merupakan indikasi telah terbentuknya kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dalam fasa larutan.

Reaksi yang terjadi :



Gambar 4.1. Larutan (a) $\text{Cu}(\text{OH})_2(\text{s})$ (b) $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}(\text{aq})$

Kemudian ditambahkan larutan etanol 95% yang bertujuan untuk menarik kelebihan air dan menjaga kestabilan struktur kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ yang terbentuk. Larutan ini merupakan spesi yang diharapkan bias berperan dalam pertukaran ion dan sebagai agen pemilar pada lapisan bentonit.

Pada penelitian ini digunakan larutan kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ yang bermuatan positif agar proses pertukaran kation berjalan dengan efektif. Proses kimia yang terlibat adalah pertukaran ion yang digambarkan sebagai kompetisi antara ion-ion tersebut dengan kation terhidrat yang berada pada antar layer bentonit. Selektivitas pertukaran ion $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ akan lebih besar sebab konsentrasinya dalam larutan lebih banyak dan muatannya lebih besar dibandingkan kation terhidrat yang akan dipertukarkan. Selektivitas semakin tinggi untuk kation bermuatan lebih besar (Figueras, 1998). Pada penelitian sebelumnya (Nurdani, 2009) digunakan

kompleks $\text{Cu}(\text{OH})_4^{2-}$ yang bermuatan negatif. Akibatnya proses pertukaran kation di dalam ruang antar layer bentonit menjadi kurang selektif.

4.3. Sintesis CuO-Bentonit

Pada penelitian ini sintesis CuO-bentonit dilakukan dengan metode hidrotermal seperti yang telah dilaporkan oleh Seong-Ju Hwang, *et.al.* Sebelum dicampurkan dengan larutan kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, bentonit didispersikan dalam aquades terlebih dahulu yang selanjutnya dicampurkan pada larutan kompleks $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ lalu direfluks pada suhu 80°C disertai proses pengadukan. Setelah dilakukan proses refluks selama 2 jam campuran dimasukkan dalam autoclave yang dilapisi teflon untuk menjalani proses reaksi hidrotermal pada suhu 160°C selama 5 jam. Setelah proses hidrotermal ini autoclave didinginkan di bawah aliran air kran. Padatan yang dihasilkan kemudian dikalsinasi secara bertahap hingga suhu 400°C selama 5 jam di mana senyawa pengotor organik akan terurai seiring dengan kenaikan suhu dan pembentukan kristal CuO berlangsung sempurna. Penelitian Shrivastav *et.al* mengkonfirmasi bahwa sintesis CuO paling optimum berada pada suhu $400^\circ - 650^\circ\text{C}$.

Reaksi yang terjadi adalah:



4.4. Karakterisasi

CuO-Bentonit yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan alat uji XRD, FTIR, UV-Vis Diffuse Reflectance, AAS, dan SEM.

4.4.1. Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Tabel 4.1 memperlihatkan data AAS untuk penentuan kadar Cu pada CuO-Bentonit 15%, 20%, dan 25%. Penentuan ini dilakukan dengan melarutkan 50 mg CuO-Bentonit dalam 100 mL campuran HCl : HNO₃ = 3 : 1. Selanjutnya 5 mL cuplikan larutan tersebut diencerkan dalam labu ukur 100 mL dan diukur dengan instrumen AAS. Dari tabel tersebut melalui perhitungan secara gravimetri dapat diketahui persentase CuO sebenarnya yang ada di dalam bentonit. Dengan metode AAS hasil penentuan kadar Cu yang didapat lebih mendekati kadar Cu yang dimasukkan ke dalam bentonit.

Tabel 4.1. Data AAS persentase kadar Cu dalam CuO-Bentonit

Sampel	Absorbansi (A)	kadar Cu (ppm)	% CuO-Bentonit Hasil Sintesis
CuO-Bentonit 15%	0.1584	3.00	15.02 %
CuO-Bentonit 20%	0.2092	3.89	19.48 %
CuO-Bentonit 25%	0.2528	4.66	23.33 %

Karakterisasi dengan alat uji *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) juga bertujuan untuk memperoleh nilai kadar Cu dari uji leaching pada CuO-Bentonit dan kadar Cu pada CuO-bentonit. Tujuan dilakukannya uji leaching adalah untuk mengetahui kestabilan ikatan material CuO pada bentonit sebelum dipakai pada aplikasi fotokatalis.

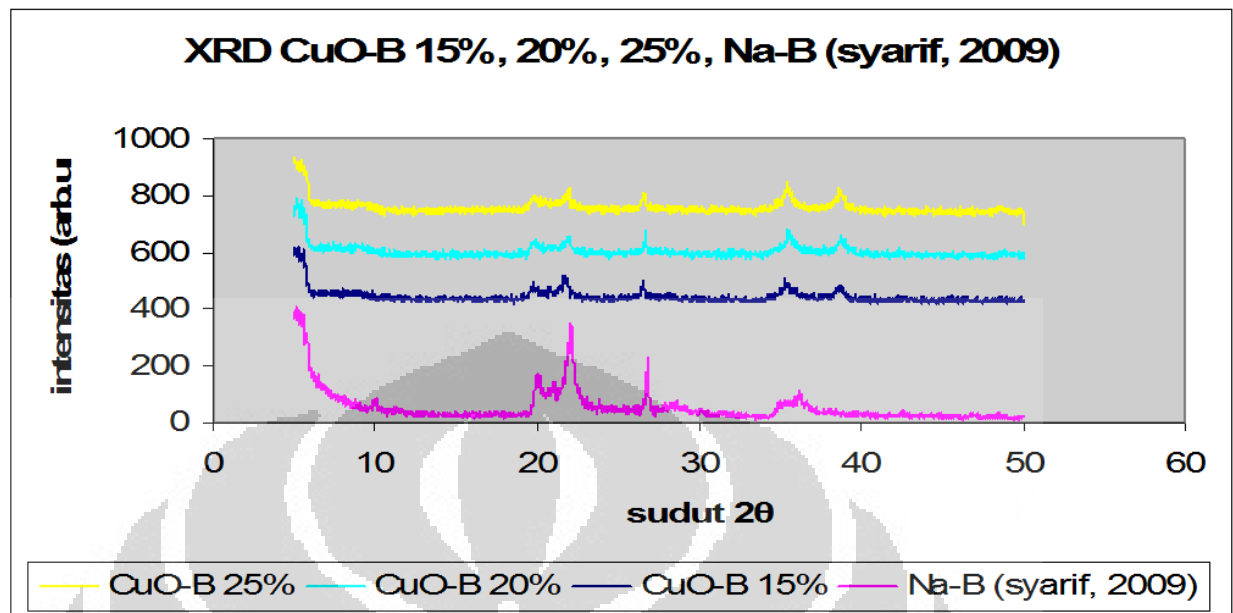
Tabel 4.2. Uji Leaching CuO-Bentonit

Sample	Absorbansi (A)	kadar Cu (ppm)	% leaching
CuO-bentonit 15%	0.0986	1.9700	1.64%
CuO-bentonit 20%	0.1355	2.6208	1.64%
CuO-bentonit 25%	0.1202	2.3510	1.18%

Uji leaching dilakukan dengan mendispersikan 100 mg CuO-Bentonit di dalam 100 mL akuades dengan pengadukan selama 180 menit. Kemudian filtrat diukur dengan menggunakan instrumen AAS. Tabel 4.2 memperlihatkan data AAS untuk uji leaching logam Cu pada CuO-Bentonit 15%, 20%, dan 25% hasil sintesis. Dari tabel tersebut terlihat bahwa leaching logam Cu mempunyai nilai yang relatif kecil pada CuO-Bentonit 15%, 20%, dan 25% hasil sintesis. Sehingga dapat diindikasikan bahwa leaching Cu yang relatif kecil tidak berpengaruh signifikan untuk uji fotokatalis CuO-Bentonit terhadap degradasi zat warna Rhodamin B.

4.4.2. *X-Ray Diffractometry (XRD)*

Gambar 4.2 menggambarkan pola difraksi bentonit. Pada difraktogram XRD Gambar 4.2 tampak puncak-puncak khas untuk bentonit dan dirangkum pada Tabel 4.3. Kemunculan puncak khas untuk Na-Bentonit diperlihatkan pada posisi sudut $2\theta = 5,72 ; 19,94 ; 26,79$ dan $35,09$. Dimana pada puncak difraktogram $2\theta = 5,72$ dan $19,94$ merupakan karakteristik untuk kerangka bentonit. Sedangkan pada puncak difraktogram $2\theta = 26,79$ dan $35,09$ merupakan puncak karakteristik untuk SiO_2 . Pada Gambar 4.2 terlihat bahwa CuO-Bentonit memiliki pola difraksi yang hampir sama dengan Na-Bentonit dimana terdapat intensitas yang cukup tinggi pada posisi 2θ Na-Bentonit. Berdasarkan data tersebut dapat diindikasikan bahwa proses penyisipan material CuO pada lapisan interlayer bentonit tidak merubah struktur bentonit alam.



Gambar 4.2. XRD Bentonit

Tabel 4.3 Sudut 2θ XRD Bentonit dan CuO-Bentonit

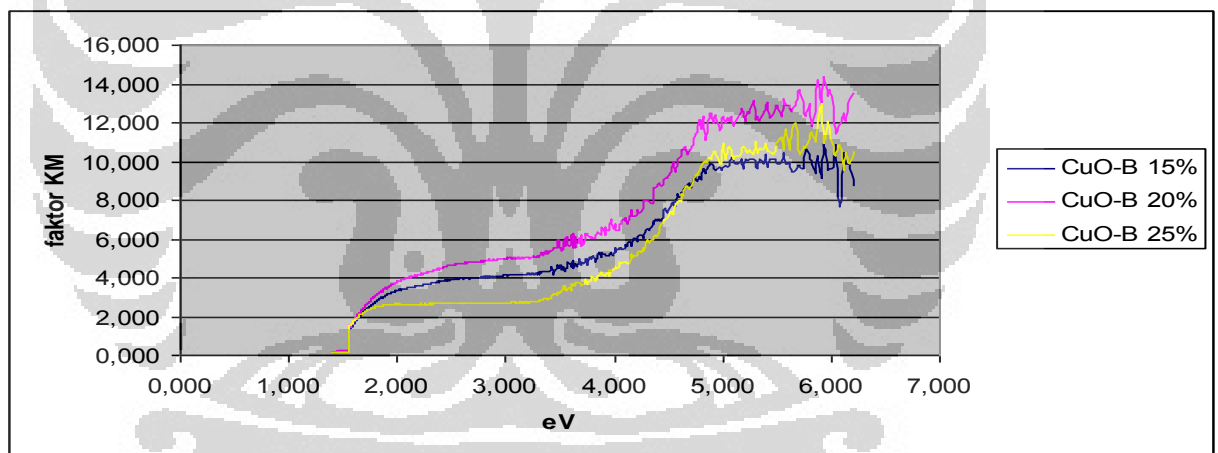
Na-B	15% CuO-B	20% CuO-B	25% CuO-B	Karakteristik
[20]	[20]	[20]	[20]	
5,72	N/A	5,60	5,71	MMT
19,94	19,66	19,79	19,73	MMT
22,09	21,77	21,93	21,79	Kristobalit
26,79	26,57	26,63	26,52	SiO ₂
35,09	35,40	35,57	35,47	SiO ₂
	38,75	38,71	38,71	CuO

Pola difraksi CuO-Bentonit juga menunjukkan puncak baru yang tercatat pada sudut $2\theta = 35,40$; $35,57$ dan $35,47$ secara berturut-turut untuk CuO-Bentonit 15%, 20% dan 25%. Penelitian dilakukan oleh Rohit Shrivastav *et.al* mengkonfirmasi bahwa puncak CuO teramati pada $2\theta = 36$ dan $2\theta = 38$ (DIWAKAR CHAUHAN, V R SATSANGI, SAHAB DASS, & ROHIT SHRIVASTAV, 2006). Yuan Hui *et.al* juga

mengkonfirmasi nilai $2\theta = 38$ dan $2\theta = 42$ adalah puncak CuO. Berdasarkan data tersebut dapat diasumsikan bahwa penyisipan material CuO pada bentonit berhasil dilakukan.

4.4.3. UV-vis Diffuse Reflectance Spectrophotometry (UV-Vis DRS)

Gambar 4.3 memperlihatkan kurva UV-Vis Diffuse Reflectance CuO-Bentonit 15%, 20% dan 25%. Dengan menggunakan perhitungan faktor Kubelka-Munk diperoleh nilai energy celah (*band gap*) untuk CuO-Bentonit 15%, 20% dan 25% berturut-turut 1,33 eV; 1,31 eV ; 1,28 eV. Penelitian yang dilakukan oleh Toyoda mengkonfirmasi bahwa bandgap CuO adalah 1 eV sampai 1,45 eV (Toyoda, Sasano, & Takenaka, n.d.)



Gambar 4.3 Kurva Bandgap CuO-Bentonit

4.4.4. Infrared Spectrophotometry (FTIR)

Metode analisis menggunakan spektroskopi inframerah bermanfaat untuk melengkapi data karakteristik dari difraksi sinar-X. Data serapan untuk bentonit alam,

[Cu(NH₃)₄]²⁺-Bentonit dan CuO-Bentonit yang tampak dari hasil spektroskopi FTIR berada pada daerah 400 cm⁻¹ - 4000 cm⁻¹ telah diringkas pada Tabel 4.4.

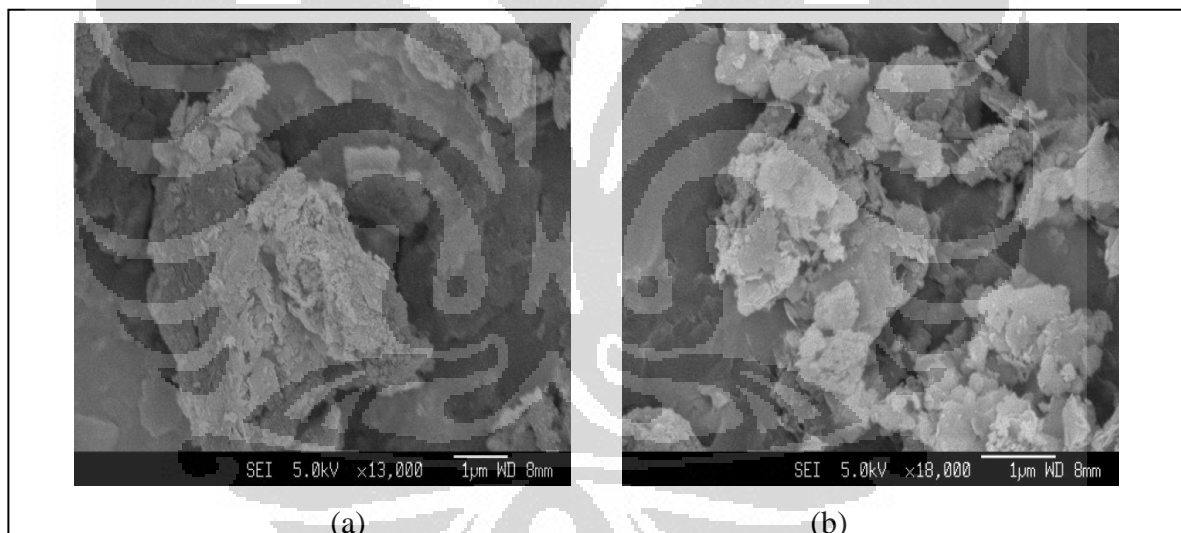
Tabel 4.4. Bilangan Gelombang FTIR bentonit alam, CuO-Bentonit, dan Cu(NH₃)₄²⁺bentonit

Bentonit	Bilangan Gelombang cm ⁻¹			
Bentonit alam	3640	1870 1629	1040 920 798	695 525 473
CuO-Bentonit 15%	3641	1873 1632 1427	1045 918 796	694 524 470
CuO-Bentonit 20%	3641	1873 1632 1427	1041 922 798	690 524 472
CuO-Bentonit 25%	3641	1873 1632 1427	1041 924 798	688 524 472
Cu(NH ₃) ₄ ²⁺ -bentonit 15%	3643 3028	1392	1036 914 796	681 524 470
Cu(NH ₃) ₄ ²⁺ -bentonit 20%	3624 3028	1632 1392	1032 914 798	677 522 463
Cu(NH ₃) ₄ ²⁺ -bentonit 25%	3622 3028	1632 1392	1034 916 798	675 524 476

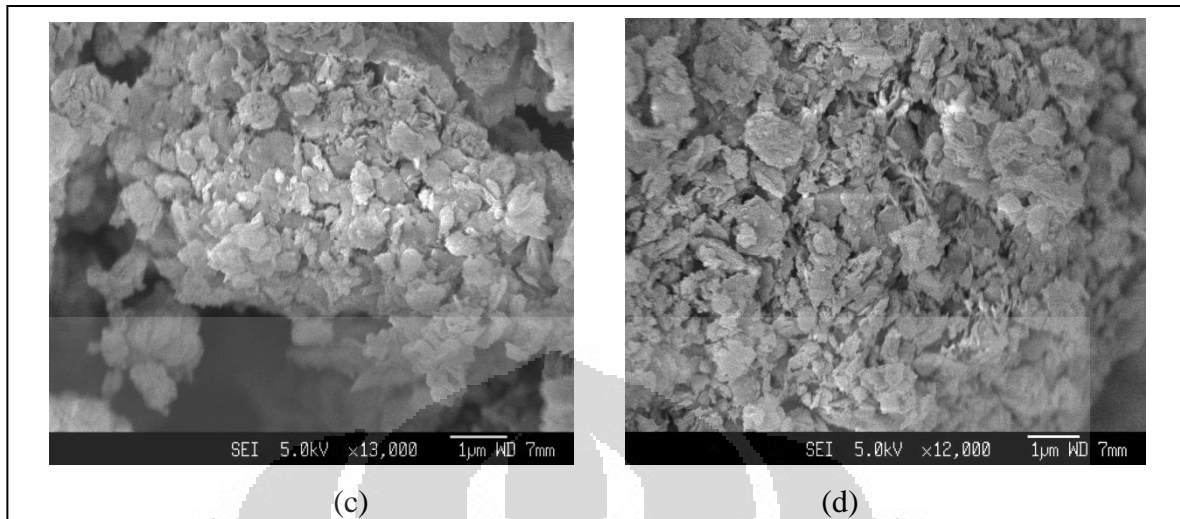
Tabel 4.4 memperlihatkan pita serapan FTIR untuk bentonit alam, CuO-Bentonit, dan senyawa intermediet Cu(NH₃)₄²⁺-bentonit. Pada spektra FTIR bentonit alam

tampak pita serapan pada bilangan gelombang 3640 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya besi (II) akibat adanya stretching OH pada trioktahedral $[\text{Fe}^{2+}]_3\text{OH}$ (Fialips, 2002; R. Mikutta, 2005). Pada spektra FTIR untuk CuO-Bentonit 15%, 20%, dan 25% (lampiran xx) tampak indikasi serupa pada bilangan gelombang 3641 cm^{-1} . Pada bentonit alam dan CuO-Bentonit 15 %, 20 % dan 25 % terdapat pita serapan pada kisaran 1632 cm^{-1} yang merupakan pita deformasi H-O-H (Vlasova, 2003). Vibrasi Si-O-Si *stretching* muncul pada bilangan gelombang sekitar $1030\text{-}1045\text{ cm}^{-1}$. Pita serapan pada 920 cm^{-1} merupakan deformasi Al_2OH (Mikutta, 2005). Pada CuO-bentonit 15 %, 25 % dan 25 % ditemukan pita serapan pada $918\text{-}924\text{ cm}^{-1}$. Pita sekitar 798 cm^{-1} adalah pita deformasi $\text{Fe}^{3+}\text{MgOH}$.

4.4.5. Scanning Electron Microscope (SEM)



Gambar 4.4. (a) Foto SEM bentonit alam, dan (b) CuO-Bentonit 15%



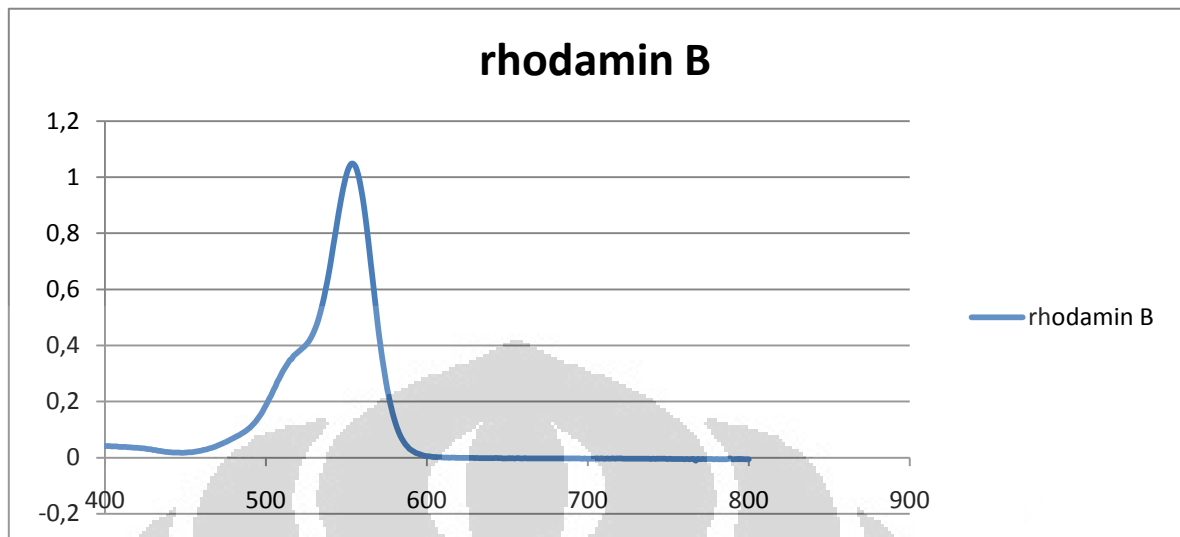
Gambar 4.5. (c) Foto SEM CuO-Bentonit 20%, dan (d) CuO-Bentonit 25%

Gambar 4.4 dan gambar 4.5 memperlihatkan foto SEM untuk bentonit alam dan CuO-Bentonit 15%, 20%, dan 25%. Dari foto tersebut dapat diketahui bahwa struktur bentonit tidak mengalami perubahan setelah proses interkalasi.

4.5. Uji Fotokatalis CuO-Bentonit Terhadap Degradasi Zat Rhodamin B

Uji aplikasi fotokatalis dilakukan dengan menggunakan larutan Rhodamin B 10^{-5} M sebagai model zat warna percobaan dilakukan dengan metode batch dimana CuO-Bentonit yang didispersikan ke dalam larutan Rhodamin B yang disinari dalam reaktor dengan menggunakan lampu UV. Setelah waktu tertentu jumlah alikuot diambil untuk ditentukan nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV vis.

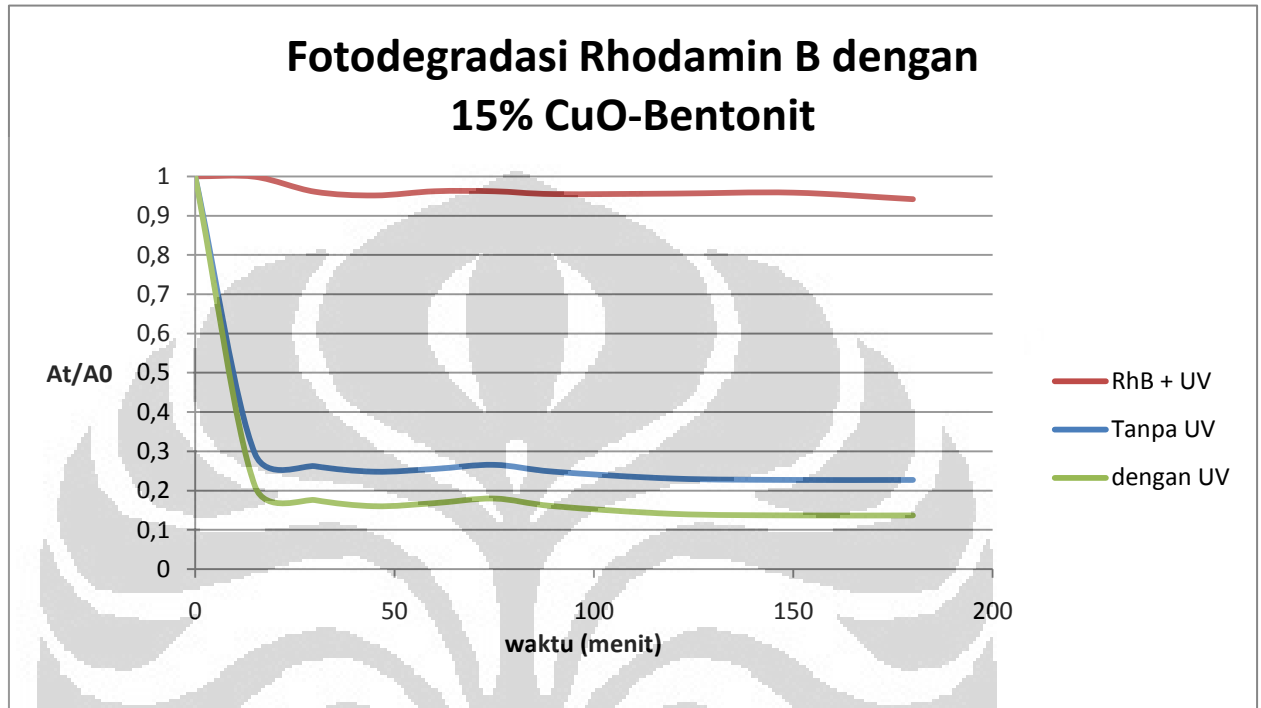
Gambar 4.6 memperlihatkan kurva pita serapan larutan Rhodamin B 10^{-5} M. Dari gambar tersebut terlihat bahwa Rhodamin B memiliki serapan pita panjang gelombang maksimum pada panjang gelombang 554 nm.



Gambar 4.6 Kurva pita serapan larutan Rhodamin B 10^{-5} M

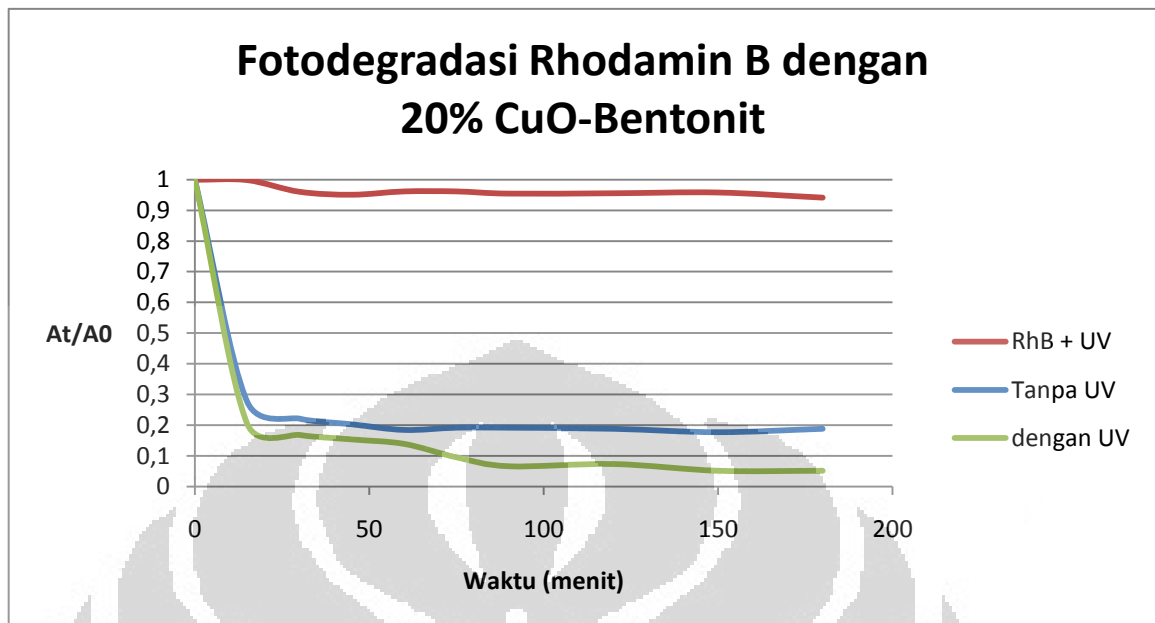
Gambar 4.7 memperlihatkan kurva fotodegradasi dari larutan Rhodamin B yang menggunakan CuO-Bentonit 15%. Dari kurva tersebut menunjukkan bahwa penurunan konsentrasi dari larutan rhodamin B yang menggunakan CuO-Bentonit 15 % yang disinari oleh lampu UV lebih besar dibandingkan dengan CuO-Bentonit 15 % yang tidak disinari oleh lampu UV. Pada CuO-Bentonit 15 % yang tidak disinari lampu UV terjadi penurunan konsentrasi pada larutan Rhodamin B. Hal ini diduga lebih disebabkan karena adanya kemampuan sorpsi bentonit. Kemampuan fotokatalisis CuO-Bentonit juga diperkuat dengan dilakukannya kontrol terhadap larutan Rhodamin B yang disinari dengan lampu UV tanpa menggunakan katalis. Pada masing-masing interval waktu tidak terjadi perubahan konsentrasi Rhodamin B. Hal ini berarti penurunan konsentrasi larutan Rhodamin B diindikasikan disebabkan oleh daya sorpsi dan fotokatalis dari CuO-Bentonit 15 %. Perbedaan yang kecil antara penurunan konsentrasi Rhodamin B yang menggunakan fotokatalis CuO-Bentonit 15 % yang disinari lampu UV dan yang tidak disinari lampu UV mungkin disebabkan karena masih terdapat banyak sisi sorpsi yang masih belum ditempati oleh CuO sementara jumlah CuO yang ada dalam bentonit relatif sedikit sehingga secara

keseluruhan penurunan konsentrasi larutan Rhodamin B lebih didominasi oleh daya sorpsi.



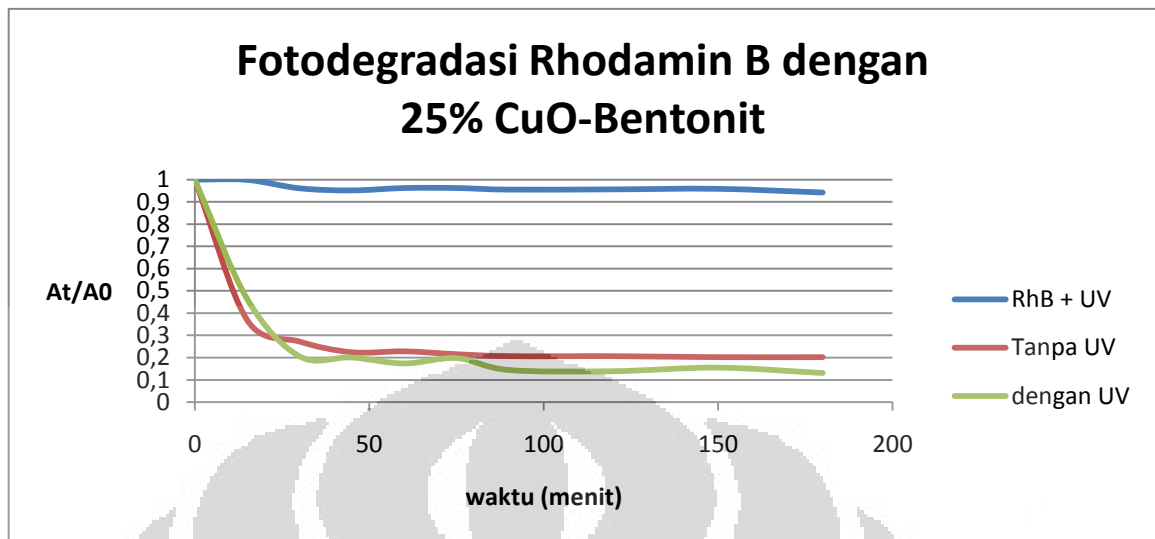
Gambar 4.7 Kurva Fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO-Bentonit 15 %

Gambar 4.8 memperlihatkan kurva fotodegradasi dari larutan Rhodamin B yang menggunakan CuO-Bentonit 20 %. Dari kurva menunjukkan bahwa ada kemiripan dengan Gambar 4.7, tetapi selisih antara pengurangan konsentrasi Rhodamin B yang disebabkan oleh CuO-Bentonit 20 % yang disinari lampu dengan yang tidak disinari lampu lebih besar. Hal ini dimungkinkan karena sisi sorpsi bentonit ditempati oleh CuO yang relatif banyak dengan distribusi yang merata, sehingga penurunan konsentrasi Rhodamin B didominasi oleh proses fotokatalisis jika dibandingkan dengan fotodegradasi oleh CuO-Bentonit 15%.



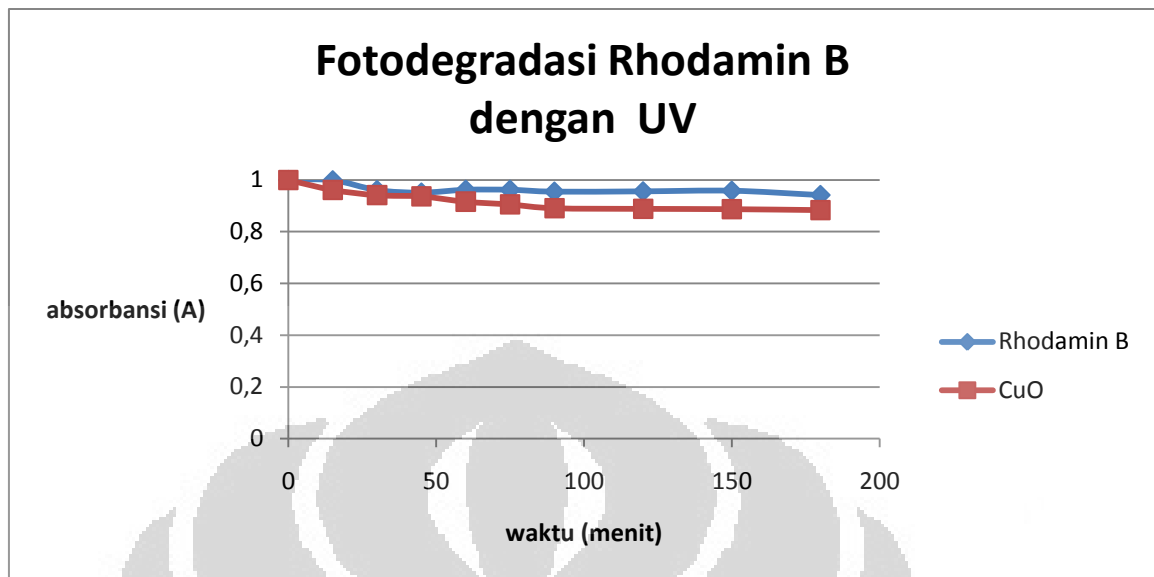
Gambar 4.8 Kurva Fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO-Bentonit 20 %

Gambar 4.9 memperlihatkan kurva fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO Bentonit 25 %. Dari kurva terlihat perbedaan penurunan konsentrasi Rhodamin B oleh CuO-bentonit 25 % yang disinari lampu UV dan tidak disinari lampu UV. Dari kurva juga menunjukkan bahwa penurunan konsentrasi Rhodamin B oleh CuO-Bentonit 25 % yang relatif kecil. Hal ini dimungkinkan karena karena sisi sorpsi dari bentonit yang semakin berkurang karena ditempati oleh CuO yang kemungkinan membentuk agregat, sehingga kemampuan fotokatalisis dari CuO-Bentonit berkurang.



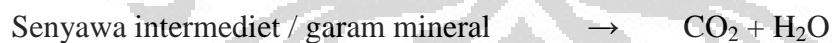
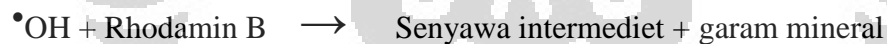
Gambar 4.9. Kurva Fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO-Bentonit 25 %

Dari gambar 4.10 dapat diketahui bahwa penurunan konsentrasi Rhodamin B setelah waktu penyinaran selama 180 menit hanya tidak lebih dari 10% dari konsentrasi awal. Hal ini disebabkan oleh nilai *band gap* CuO yang kecil (1,28 – 1,33 eV) sehingga *life time photohole* dan *photoelectron* yang terbentuk ketika elektron tereksitasi menjadi singkat atau segera mengalami rekombinasi. Akibatnya *photohole* yang terbentuk hanya sedikit yang mengoksidasi H₂O membentuk radikal $\bullet\text{OH}$ untuk mendegradasi zat warna Rhodamin B. Selain itu energi yang dimiliki CuO dalam bentonit tidak berkesesuaian dengan energi yang dibutuhkan untuk memutus ikatan dalam zat warna Rhodamin B.



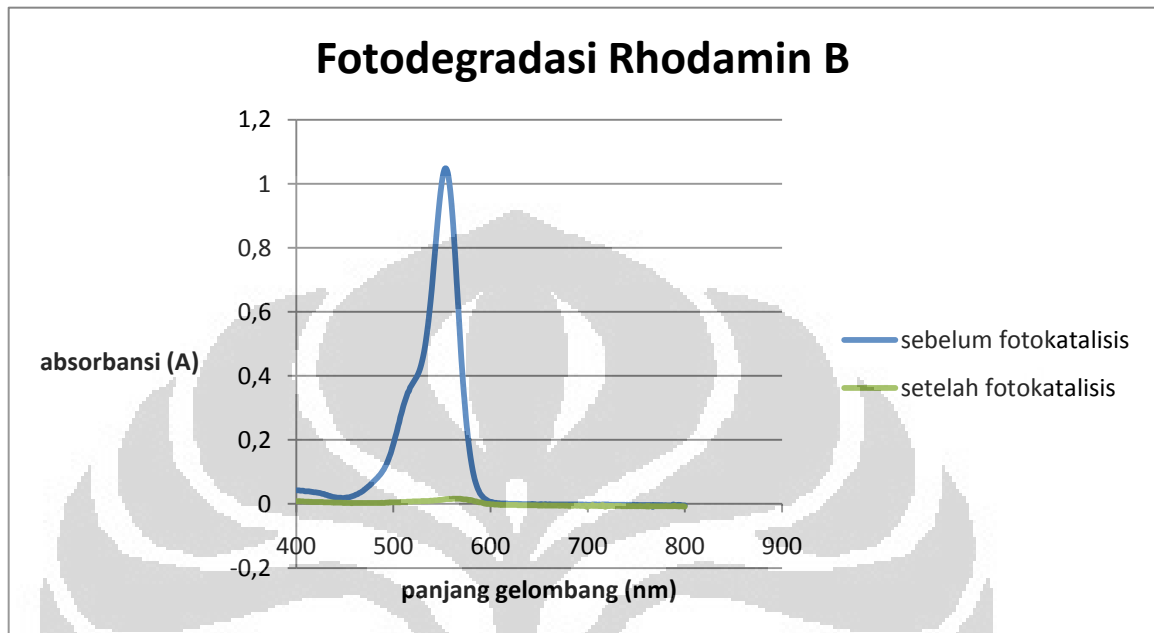
Gambar 4.10. kurva kontrol fotodegradasi Rhodamin B oleh CuO

Reaksi yang mungkin terjadi saat proses fotokatalisis:



Reaksi di atas menggambarkan reaksi yang mungkin terjadi antara CuO-Bentonit dengan Rhodamin B. Berdasarkan reaksi di atas dapat digambarkan kemungkinan interaksi yang terjadi antara partikel CuO dengan Rhodamin B dalam proses fotokatalisis. Radikal $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan diharapkan dapat berinteraksi dengan molekul Rhodamin B sehingga molekul Rhodamin B akan terdegradasi membentuk senyawa intermediet dan garam mineral yang kemudian akan terlepas ke udara

menjadi gas CO₂ dan molekul air. (BYRAPPA, 2006)



Gambar 4.11. Spektra UV-Vis Fotodegradasi Rhodamin B dengan CuO-Bentonit 20%

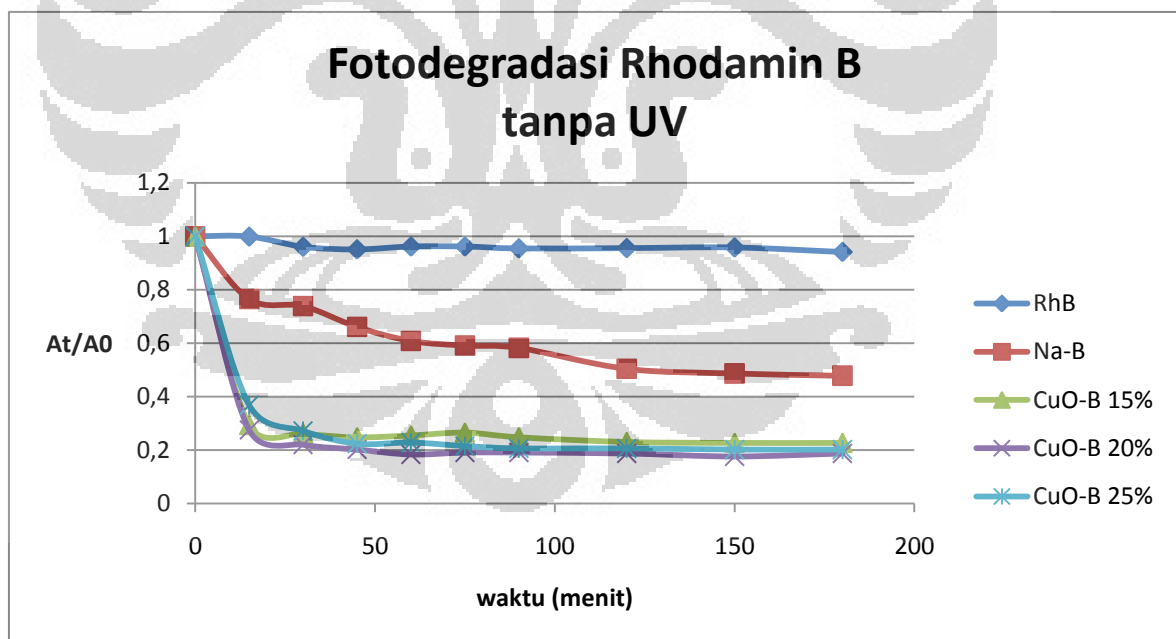
Gambar 4.11 memperlihatkan spektra UV-Vis fotodegradasi Rhodamin B dengan CuO-Bentonit 20%. Berdasarkan spektra di atas, dapat diamati bahwa penurunan absorbansi terjadi setelah dilakukan proses fotokatalisis terhadap Rhodamin B. Berdasarkan pola spektra UV-Vis dari fotodegradasi Rhodamin B dapat diamati terjadinya pola yang sama antara spektra sebelum dan sesudah terjadinya proses fotokatalisis. Penelitian yang dilakukan oleh Feng Chen, *et.al* menginformasikan bahwa senyawa intermediet yang dihasilkan hanya mengalami proses pengurangan gugus alkil (Gambar 4.11) sehingga secara keseluruhan gugus kromofornya mirip dengan Rhodamin B awal (Chen, Zhao, & Hidaka, 2003)

Kemampuan fotokatalis CuO-Bentonit terhadap Rhodamin B juga diperkuat dengan dilakukannya kontrol terhadap larutan Rhodamin B yang disinari lampu UV tanpa menggunakan material fotokatalis. Pada masing-masing interval waktu tidak terjadi perubahan konsentrasi. Hal ini berarti bahwa penurunan konsentrasi Rhodamin B dalam larutan yang mengandung material fotokatalis murni disebabkan oleh sorpsi

dan kemampuan fotokatalis dan bukan disebabkan oleh peristiwa penguapan larutan Rhodamin B selama proses reaksi dilakukan.

Gambar 4.12 memperlihatkan kurva gabungan aplikasi CuO-Bentonit dengan variabel kontrol tanpa menggunakan sinar lampu UV terhadap aktifitas fotodegradasi Rhodamin B. Pola penurunan kurva tersebut mendeskripsikan kemampuan sorpsi dari material CuO-Bentonit 15%, 20% dan 25% yang terjadi seiring dengan penurunan kurva kemampuan sorpsi dari Na-Bentonit. Dari Gambar 4.13 dapat dilihat bahwa kemampuan sorpsi CuO-Bentonit lebih besar bila dibandingkan dengan Na-Bentonit. Hal ini dapat disebabkan karena CuO yang disisipkan dalam ruang antar layer bentonit berfungsi sebagai agen pemilar. dengan adanya agen pemilar ini ruang antar layer bentonit menjadi lebih luas sehingga kemampuan sorpsi pun meningkat.

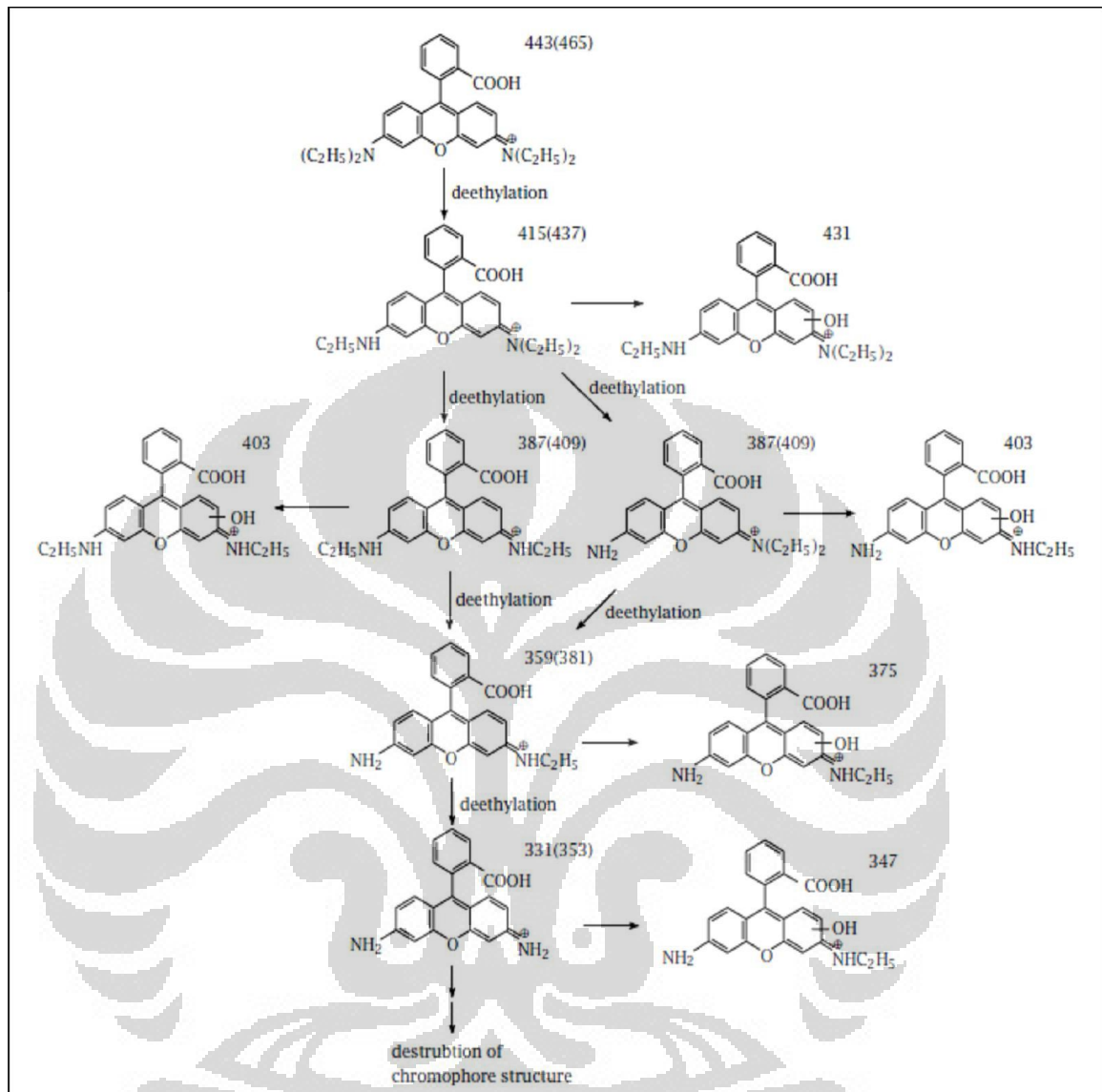
Alasan ini juga dapat digunakan mengapa penurunan konsentrasi rhodamin B sangat besar walau pun kemampuan fotokatalis CuO tidak begitu bagus. Penurunan konsentrasi Rhodamin yang terjadi sebagian besar diakibatkan oleh efek sorpsi material CuO-Bentonit.



Gambar 4.12. Kurva Fotodegradasi Rhodamin B Tanpa Lampu UV

Berdasarkan perbandingan kemampuan fotokatalisis pada ketiga material CuO-Bentonit hasil sintesis, CuO-Bentonit 20% memiliki kemampuan sorpsi dan fotokatalisis yang paling baik terhadap Rhodamin B. Hal ini mungkin disebabkan oleh distribusi partikel CuO yang cukup baik sehingga dapat masuk dan menempati ruang interlayer dari bentonit. Distribusi dari partikel CuO berkaitan dengan letak terjadinya proses fotokatalis. Material CuO yang terbentuk diduga berada di permukaan dan di ruang interlayer dari bentonit. Dalam proses fotokatalis interaksi antara Rhodamin B dan CuO-Bentonit terjadi pada sisi aktif dari material fotokatalis yaitu CuO. Sehingga dengan bertambahnya jumlah sisi aktif dari CuO-Bentonit maka akan meningkatkan kemampuan fotokatalisis dari CuO-Bentonit tersebut.





Sumber : (Chen et al., 2003)

Gambar 4.13. Produk Intermediet Fotodegradasi Rhodamin B

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh pada penelitian ini adalah :

1. CuO-bentonit 10 %, 20 % dan 30 % berhasil disintesis dengan metode hidrotermal.
2. Bandgap yang didapat pada penelitian CuO-bentonit 10 %, 20 %, 30 % berturut-turut adalah 1,33 eV; 1,31 eV ; 1,28 eV.
3. CuO-bentonit dapat bertindak fotokatalis aktif untuk degradasi zat warna Rhodamin B.
4. CuO-bentonit 20 % merupakan fotokatalis yang paling optimum untuk mendegradasi zat warna Rhodamin B.

5.2. Saran

Untuk penelitian selanjutnya disarankan :

1. Melakukan sintesis CuO-bentonit dengan menggunakan metode yang berbeda agar terbentuk hasil CuO-Bentonit yang optimum.
2. Melakukan karakterisasi yang lebih mendalam seperti luas permukaan, konsentrasi dan kristalinitas CuO yang terbentuk agar dipastikan CuO-Bentonit yang terbentuk bersifat fotokatalis aktif.
3. Melakukan studi senyawa intermediate yang terbentuk selama proses fotokatalisis.

Daftar Pustaka

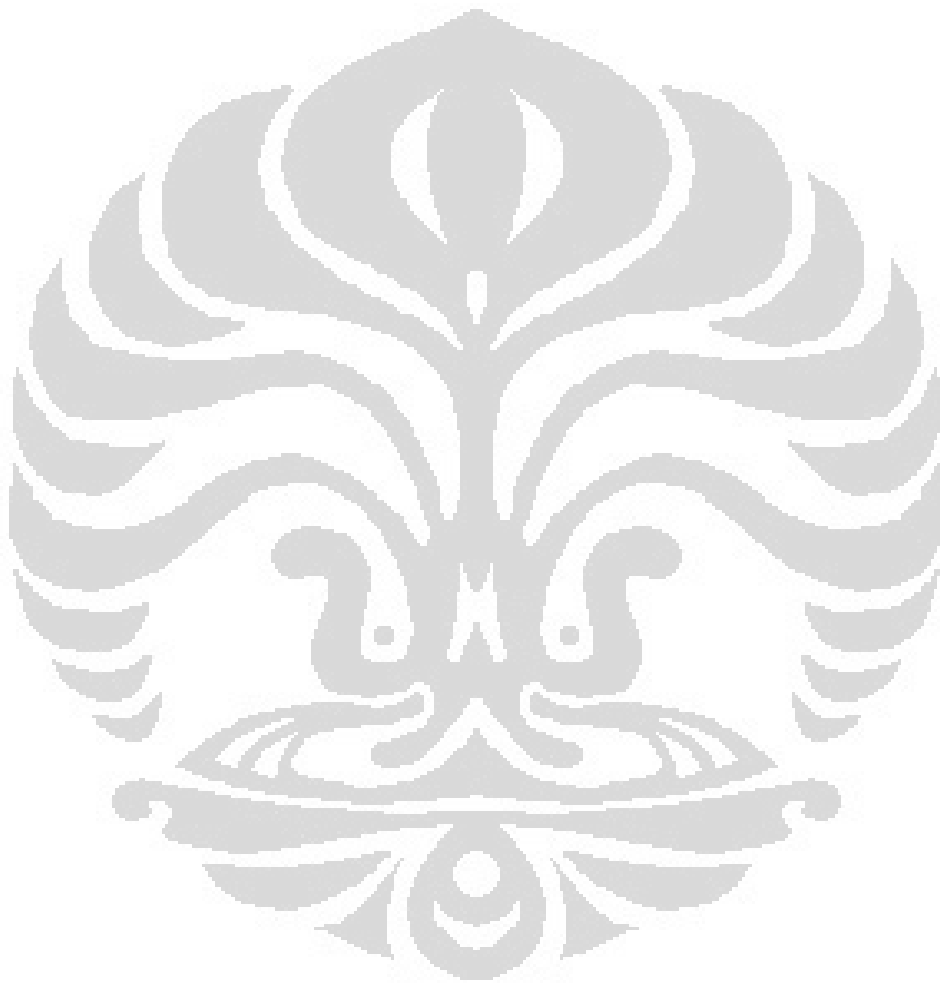
- Grim R E. (1968). Clay Mineralogy 2nd edn. *McGraw-Hill*.
- L. Rout, S. Jammi, & T. Punniyamurthy. (2007). Novel CuO nanoparticle catalyzed C-N cross coupling of amines with iodobenzene. *Organic Letters*, 9, 3397–3399.
- Toyoda, K., Sasano, J., & Takenaka, T. (n.d.). Preparation of 1.45-eV-Bandgap CuO Thin-films by Solution Electrochemical Reaction. *Toyohashi University of Technology*.
- BYRAPPA, K. (2006). Photocatalytic degradation of Rhodamin B dye using hydrothermally synthesized ZnO. *Indian Academy of Science*, 29, 433-438.
- Chen, F., Zhao, J., & Hidaka, H. (2003). Highly selective deethylation of rhodamine B: Adsorption and photooxidation pathways of the dye on the TiO₂/SiO₂ composite photocatalyst. *J. Photoenergy*, 05, 209-217.
- Fialips, C. (2002). Effect of Fe Oxidation State on the IR Spectra of Garfield Nontronite. *American Mineralogist*, 87, 630-641.
- Irwansyah. (2007). *Modifikasi Bentonit menjadi Organoclay dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilammonium Bromida melalui Interkalasi metode Ultrasonik*. Universitas Indonesia.
- Mikutta, R. (2005). Review : organic Matter Removal from Soil using Hydrogen Peroxide, Sodium Hypochloride, and Disodium Peroxodisulphate, 69.
- Nurdani, Y. (2009). *Sintesis dan Karakterisasi CuO-Bentonit serta Aplikasinya Sebagai Fotokatalis*.

Toyoda, K., Sasano, J., & Takenaka, T. (n.d.). Preparation of 1.45-eV-Bandgap CuO Thin-films by

Solution Electrochemical Reaction. *Toyohashi University of Technology*.

Vlasova, M. (2003). Structural-Phase Transformation in Bentonite after Acid Treatment.

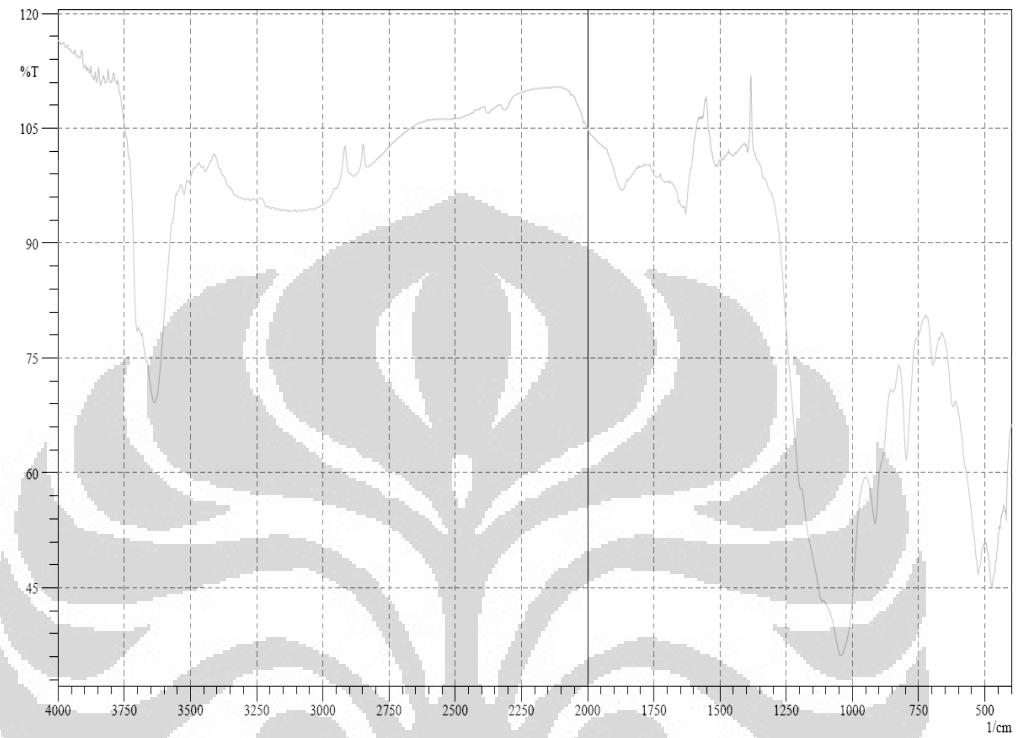
Science of sintering, 35, 155-166.



Lampiran 1

FTIR Bentonit Alam

SHIMADZU



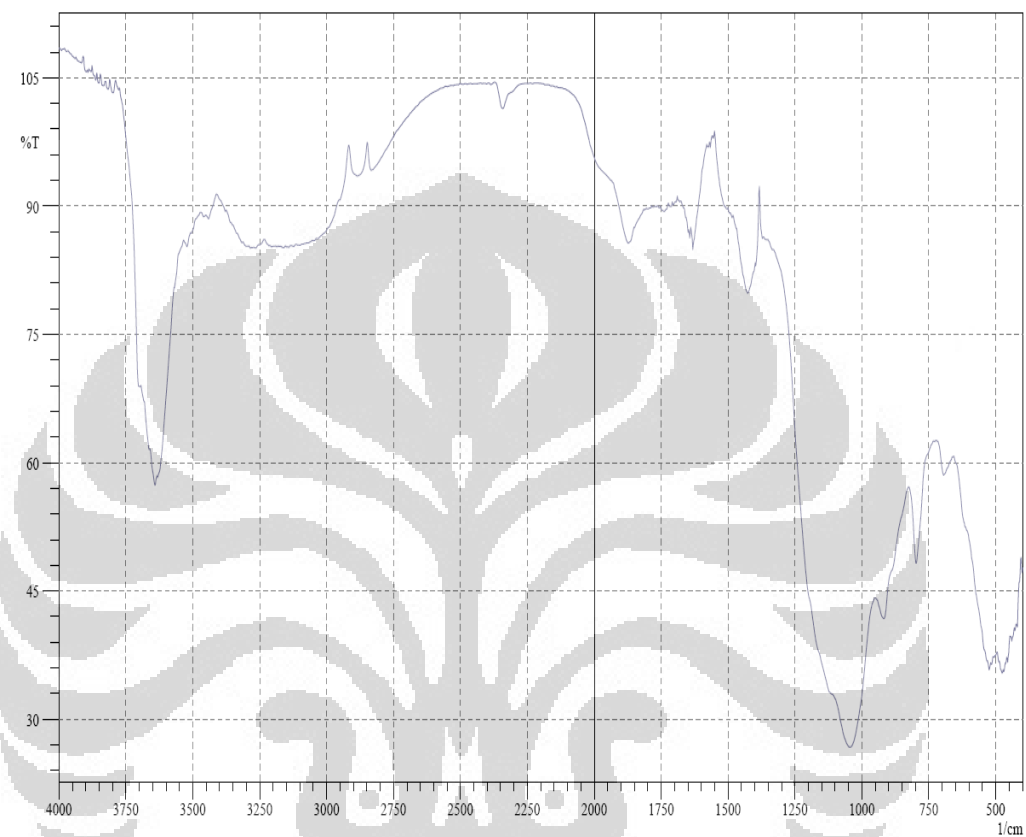
Comment:

No. of Scans; 50
Resolution; 4 [1/cm]

Date/Time; 04/19/2010 16:16:44
User; Administrator

Lampiran 2
FTIR CuO-Bentonit 15%

SHIMADZU



Comment;

No. of Scans; 50

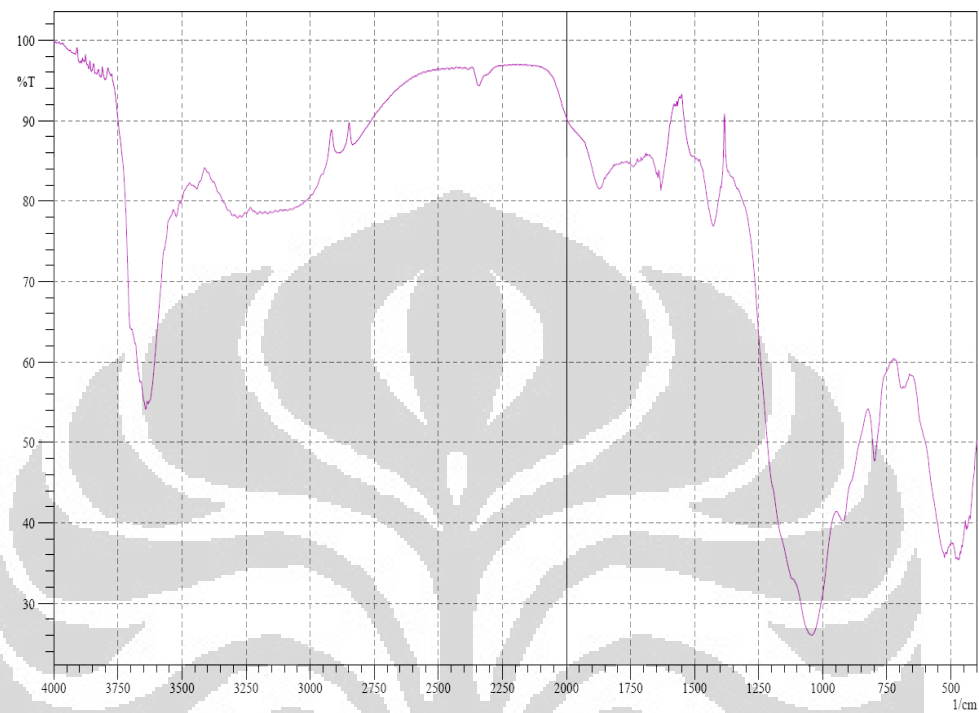
Date/Time; 04/19/2010 15:42:51

Resolution; 4 [1/cm]

User; Administrator

Lampiran 3
FTIR CuO-Bentonit 20%

SHIMADZU

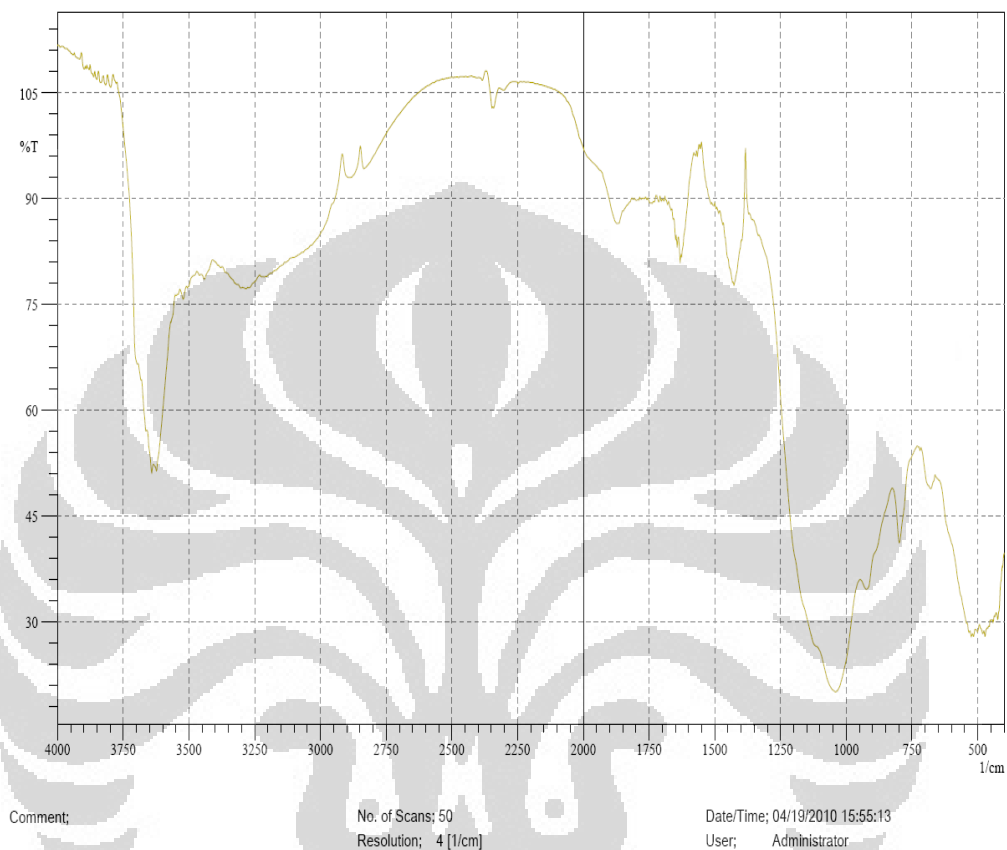


Comment;

No. of Scans; 50
Resolution; 4 [1/cm]Date/Time; 04/19/2010 15:48:54
User; Administrator

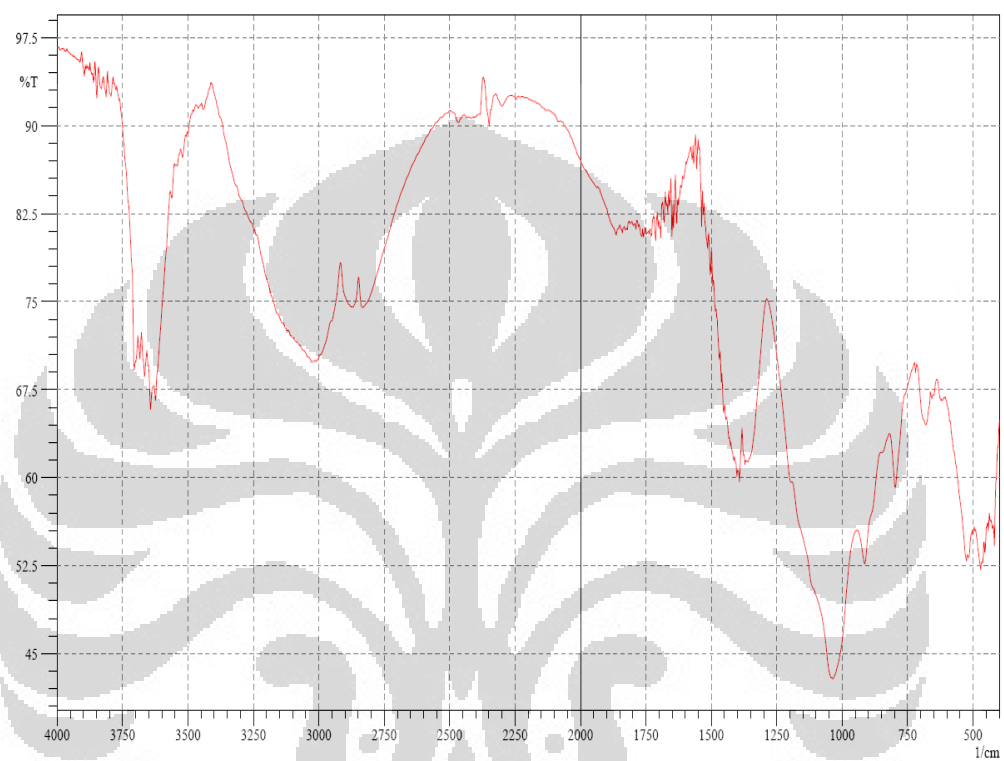
Lampiran 4
FTIR CuO-Bentonit 25%

SHIMADZU



Lampiran 5
FTIR $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ - Bentonit 15%

SHIMADZU

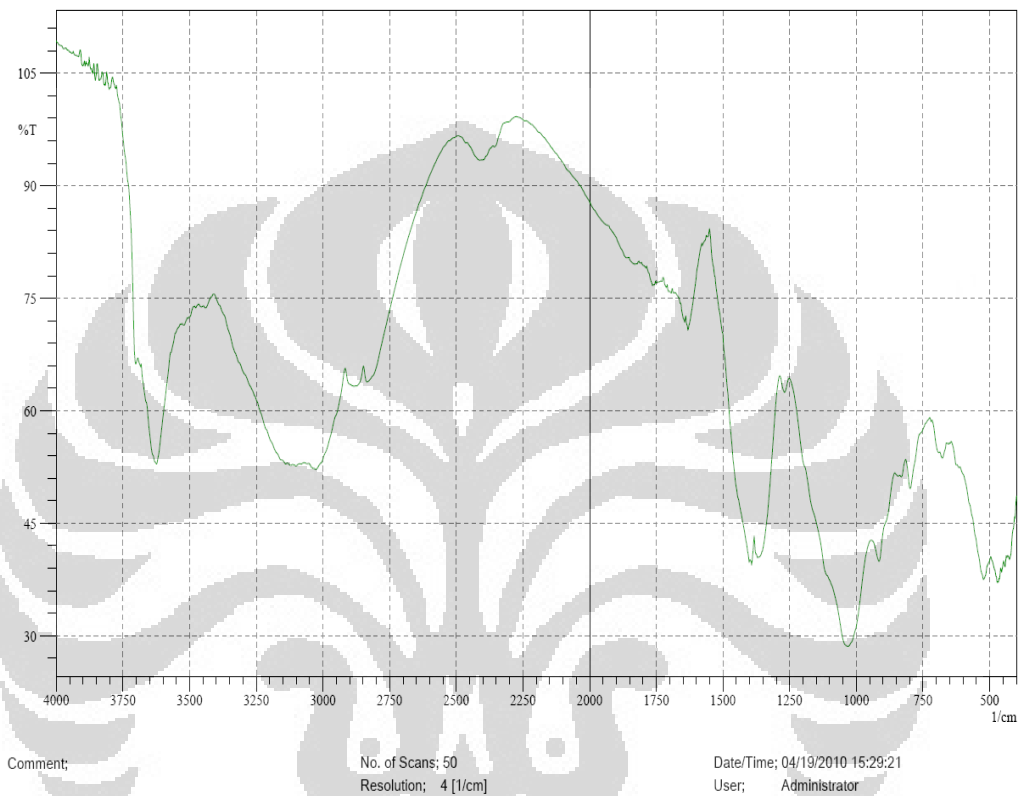


Comment:

No. of Scans; 50
Resolution; 4 [1/cm]Date/Time; 04/19/2010 15:21:05
User; Administrator

Lampiran 6
FTIR $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ - Bentonit 20%

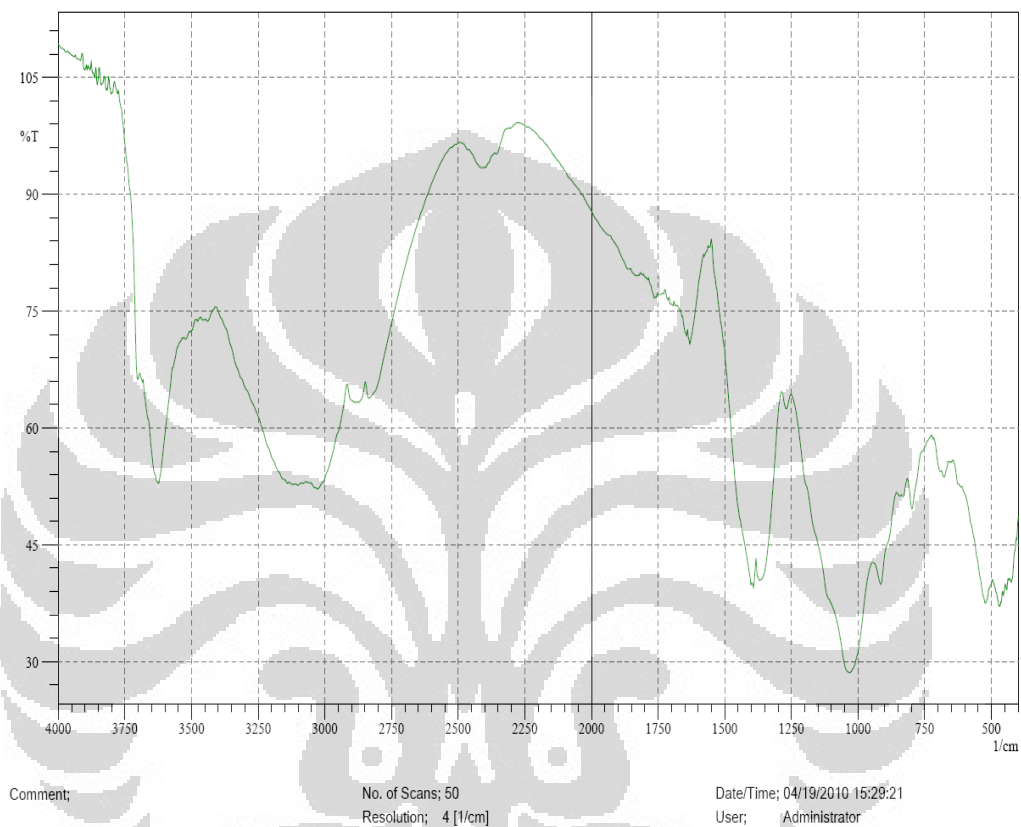
SHIMADZU



Lampiran 7

FTIR $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ - Bentonit 25%

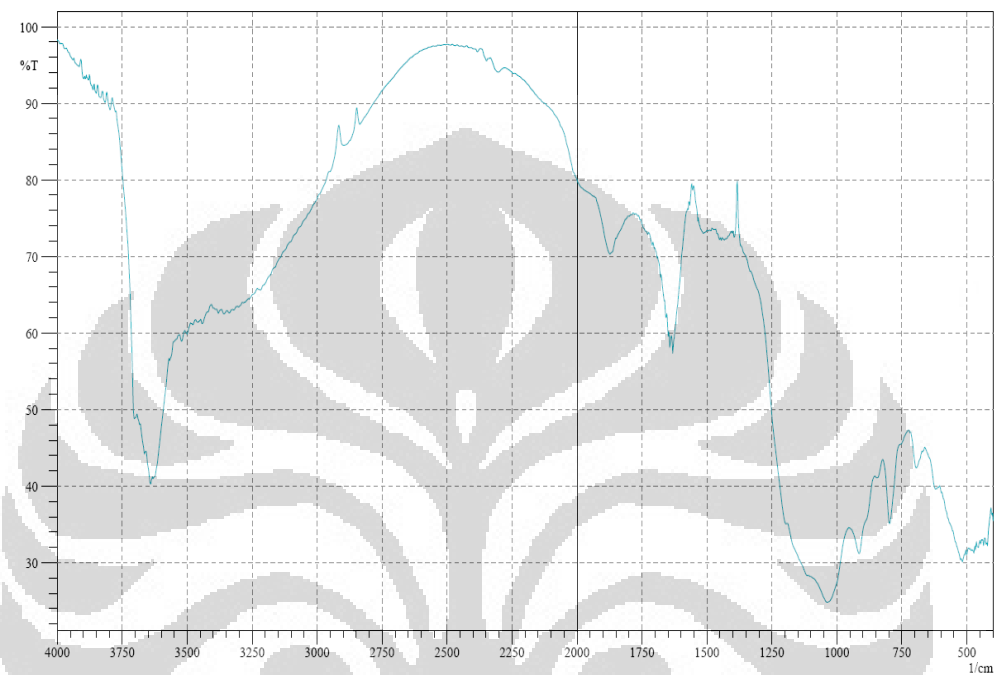
SHIMADZU



Lampiran 8

FTIR Na-Bentonit

SHIMADZU



Comment;

No. of Scans; 50
Resolution; 4 [1/cm]Date/Time; 04/19/2010 16:11:11
User; Administrator

Lampiran 9

XRD 2 θ CuO-Bentonit 15%

No.	Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	FWHM [$^{\circ}$ 2Th.]	Area [cts* $^{\circ}$ 2Th.]	Backgr.[cts]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	19,6675	0,3936	16,05	32	4,51395	41,32	58,86
2	21,7748	0,3936	27,26	33	4,08164	70,21	100
3	26,5782	0,4723	19,51	33	3,35387	41,88	59,64
4	35,4078	0,6298	34,13	30	2,53516	54,94	78,25
5	38,7549	0,551	21,55	30	2,32357	39,64	56,45

Lampiran 10

XRD 2 θ CuO-Bentonit 20%

No.	Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	FWHM [$^{\circ}$ 2Th.]	Area [cts* $^{\circ}$ 2Th.]	Backgr.[cts]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	5,6005	0,3149	19,14	124,43	15,78042	61,62	86,82
2	9,0489	0,9446	15,16	51	9,773	16,27	22,92
3	19,7918	0,3936	20	38	4,48587	51,51	72,57
4	21,9386	0,4723	26,52	38	4,05154	56,92	80,2
5	26,6297	0,3149	15,24	36	3,3475	49,07	69,14
6	35,572	0,6298	44,09	38	2,52384	70,98	100
7	38,7108	0,3936	20,87	38	2,32611	53,75	75,72

Lampiran 11

XRD 2 θ CuO-Bentonit 25%

No.	Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	FWHM [$^{\circ}$ 2Th.]	Area [cts* $^{\circ}$ 2Th.]	Backgr.[cts]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	5,7179	0,4723	23,4	131,21	15,45655	50,22	59,99
2	9,157	0,9446	12,98	54	9,65788	13,93	16,65
3	19,7398	0,3149	13,12	45	4,49758	42,25	50,48
4	21,7989	0,4723	24,78	46	4,07718	53,18	63,53
5	26,5206	0,4723	20,92	46	3,36103	44,91	53,65
6	35,4763	0,3936	32,5	44	2,53043	83,71	100
7	38,7135	0,4723	31,08	42	2,32596	66,71	79,7
8	48,5996	0,576	12,62	37	1,87188	16,43	19,63

Lampiran 12

Data AAS kurva standar kadar Cu

standard	absorbansi
0,5	0,0192
0,8	0,0286
1	0,0479
1,2	0,0554
1,5	0,0814
1,8	0,088
2	0,0932
3	0,145
4	0,2086
5	0,2814

