

**UNIVERSITAS INDONESIA**

**DEGRADASI ZAT WARNA INDIGOSOL DENGAN METODE  
OKSIDASI KATALITIK MENGGUNAKAN ZEOLIT ALAM  
TERAKTIVASI DAN OZONASI**

**TESIS**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar magister sains**

**SUPARNO  
0806421962**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM PASCA SARJANA KIMIA  
DEPOK  
DESEMBER 2010**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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



Nama : SUPARNO  
NPM : 0806421962  
Tanda Tangan :  
Tanggal : 5 Januari 2011

## HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :  
Nama : Suparno  
NPM : 0806421962  
Program Studi : Kimia  
Judul Tesis : DEGRADASI ZAT WARNA INDIGOSOL  
DENGAN METODE OKSIDASI KATALITIK  
MENGUNAKAN ZEOLIT ALAM  
TERAKTIVASI DAN OZONASI

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

### DEWAN PENGLUJI

Pembimbing	: Dr. rer. nat Widayanti Wibowo	(  )
Penguji	: Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc.	(  )
Penguji	: Dr. Emil Budiarto	(  )
Penguji	: Dr. Ivandini Tribidasari A	(  )
Penguji	: Dr. Yuni Krisyuningsih	(  )

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : 5 Januari 2011

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

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

Nama : Suparno  
NPM : 0806421962  
Program Studi : Kimia  
Departemen : Kimia  
Fakultas : MIPA  
Jenis karya : Tesis

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 :

**Degradasi Zat Warna Indigosol dengan Metode Oksidasi Katalitik Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi dan Ozonasi**

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 mempublikasikan 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 Januari 2011  
Yang menyatakan

( Suparno )

## KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Dr. rer.nat. Widayanti Wibowo, selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, pikiran dan penuh kesabaran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini, seluruh Dosen Kimia yang telah memberikan motivasi selama proses perkuliahan;
- (2) Alfin, Febri, Puji dari Laboratorium Afiliasi Universitas Indonesia yang telah banyak membantu dalam usaha memperoleh data yang saya perlukan, pa Hedi S, mba Ina yang telah membantu dalam penyediaan peralatan dan bahan laboratorium ;
- (3) Istri dan keluarga saya yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral; dan
- (4) Pak Amin F, Netra D, Wahyu S, Doharman P, Saryanti, Nasrida, Yeni, Sri Widayah, Mak Suryantini D, Hadi Ismail sahabat yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan tesis ini.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

**Penulis**

2011

## ABSTRAK

Nama : Suparno  
Program Studi : Kimia  
Judul : Degradasi Zat Warna Indigosol dengan Metode Oksidasi Katalitik Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi dan Ozonasi.

Penelitian ini membahas tentang proses degradasi zat warna tipe indigosol (bejana larut) menggunakan katalis Zeolit teraktivasi. Zeolit yang dipergunakan jenis Modernite dengan ukuran 3 – 5 mm. Preparasi katalis Zeolit dengan sonikasi, menambahkan asam, merefluks, memanaskan dalam oven pada suhu 150<sup>0</sup>C selama 2 jam. Variasi massa zeolit 1, 2 dan 4 gram dilakukan untuk optimasi massa dalam degradasi Indigosol violet pada berbagai konsentrasi (100, 200, 500 dan 1000 ppm) menggunakan ozon dalam waktu 30 menit, 60 menit dan 120 menit. Degradasi yang optimal sebanyak 95,46% pada massa zeolit 4 gram dengan ozonasi selama 2 jam atau 1,73 kali jika dibandingkan ozonisasi tanpa zeolit. Pengukuran COD dilakukan sebelum perlakuan dan setelah perlakuan untuk menentukan penurunan COD. Besarnya penurunan COD adalah 75,24%

Kata Kunci : zeolit, sonikasi, katalis teraktivasi, indigosol, COD  
xi + 65 halaman : 27 gambar; 6 tabel  
Daftar Pustaka : 45 (1978 – 2008)

## ABSTRACT

Name : Suparno  
Study Program : Chemistry  
Title : Degradation of Dyes Indigosol with Catalytic Oxidation  
Method Using Natural Zeolites Activated and Ozonation.

This study discusses the type of dye degradation process indigosol (vessel soluble) using activated Zeolite catalysts. Zeolite used type Modernite with size 3-5 mm. Zeolite catalyst preparation by sonication, add acid, refluxing, heating in an oven at a temperature of 150 °C for 2 hour. Variasi zeolite mass 1, 2 and 4 grams performed to optimize the mass in indigosol violet degradation in various concentrations (100, 200, 500 and 1000 ppm) using ozone in 30 minutes, 60 minutes and 120 minutes. Optimal degradation as much as 95.46% on the mass of zeolite 4 grams with ozonasi for 2 hours or 1.73 times when compared to ozonation without zeolite. COD measurements conducted before treatment and after treatment to determine the COD reduction. The amount of COD reduction was 75.24%

Keywords : zeolites, sonication, activated catalyst, indigosol, COD  
xi + 65 pages : 27 images; 6 tables  
References : 45 (1978 – 2008)

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH .....	iv
KATA PENGANTAR .....	v
ABSTRAK .....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
<b>1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Hipotesis Penelitian .....	4
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
2.1 Zat Warna .....	5
2.1.1 Penggolongan Zat Warna .....	6
2.1.2 Zat Warna Indigo .....	6
2.1.3 Zat Warna Indigosol .....	8
2.2 Katalis Heterogen.....	8
2.2.1 Zeolit sebagai Katalis Heterogen.....	9
2.2.2 Struktur Kerangka Zeolit .....	10
2.2.3 Klasifikasi Zeolit.....	12
2.2.4 Aktivasi Zeolit .....	12
2.2.5 Zeolit Mordenit .....	14
2.3. Ozonasi.....	15
2.3.1 Mekanisme langsung .....	15
2.3.2 Mekanisme tidak langsung .....	15
2.4. Kebutuhan Oksigen Kimia .....	16
2.5. Spektrofotometer UV-Vis.....	18
2.6. Spektrofotometri Inframerah.....	20
2.6.1 Pengertian.....	20
2.6.2 Vibrasi Molekul dan Spektra IR.....	20
2.7. <i>Scanning electron microscope electron dispersive X-ray</i> .....	21
<b>3. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>23</b>
3.1. Alat .....	23
3.2. Bahan.....	23
3.3. Cara Kerja .....	23
3.3.1. Preparasi Bahan.....	23
3.3.2. Bagan kerja oksidasi katalitik zat warna indigosol menggunakan ozon .....	26



<b>4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>27</b>
4.1 Penentuan Konsentrasi Ozon .....	27
4.2 Aktivasi Zeolit .....	28
4.2.1 Karakterisasi Zeolit .....	29
4.2.2 Analisis Jenis Mineral.....	29
4.2.3 Analisis Spektroskopi Inframerah terhadap zeolit .....	30
4.3 Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Indigosol .....	31
4.3.1 Penentuan Kurva Kalibrasi Standar.....	33
4.3.2 Degradasi Zat Warna Indigosol Violet dalam beberapa variasi massa zeolit.....	34
4.3.3 Degradasi zat warna Indigosol Violet .....	37
4.4 Penentuan Chemical Oxygen Demand (COD) .....	39
<b>5. KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>44</b>
5.1 Kesimpulan .....	44
5.2 Saran.....	44
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>45</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>50</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Unit Struktural Indigo .....	7
Gambar 2.2	Sintesis Indigo dari Anilin .....	7
Gambar 2.3	Tetrahedral Alumina dan Silika pada Struktur Zeolit .....	11
Gambar 2.4	Rangka zeolit yang terbentuk dari 4 atom O dengan satu atom Si.	11
Gambar 2.5	Struktur Zeolit dalam 2 Dimensi.....	12
Gambar 2.6	Struktur rangka mordenit .....	14
Gambar 2.7	Skema ozonasi senyawa aromatik .....	16
Gambar 3.1	Bagan kerja degradasi indigosol.....	26
Gambar 4.1	Perbedaan permukaan zeolit berdasarkan SEM .....	29
Gambar 4.2	Perbandingan hasil scanning EDX sebelum dan sesudah perlakuan asam.....	29
Gambar 4.3	Spektrum Inframerah zeolit .....	31
Gambar 4.4	Spektrum UV-Vis larutan Indigosol Violet.....	32
Gambar 4.5	Kurva Absorbansi Indigosol Violet pada berbagai Konsentrasi ....	33
Gambar 4.6	Kurva Kalibrasi Standar Indigosol (0 – 100 ppm) .....	33
Gambar 4.7	Kurva Kalibrasi Standar Indigosol (0 – 500 ppm) .....	34
Gambar 4.8	Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 100 ppm dengan variasi massa zeolit.....	35
Gambar 4.9	Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 200 ppm dengan variasi massa zeolit.....	35
Gambar 4.10	Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 500 ppm dengan variasi massa zeolit.....	36
Gambar 4.11	Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 1000 ppm dengan variasi massa zeolit.....	36
Gambar 4.12	Kurva Absorbansi Indigosol Violet 1000 ppm .....	37
Gambar 4.13	Reaksi ozonasi indigo langsung .....	38
Gambar 4.14	Mekanisme reaksi degradasi indigo.....	39
Gambar 4.15	Kurva Pengukuran COD 500 ppm dan 1000 ppm .....	40
Gambar 4.16	Penurunan COD 20 mL limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit.....	41
Gambar 4.17	Penurunan COD 20 mL limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit.....	41
Gambar 4.18	Penurunan COD 50 mL limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit.....	42
Gambar 4.19	Penurunan COD 50 mL limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit.....	42

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Nama dan Struktur Kimia Kromofor .....	5
Tabel 2.2	Karakteristik dasar zeolit .....	10
Tabel 2.3	Potensial redoks dari zat pengoksidasi .....	15
Tabel 2.4	Spektrum Tampak dan Warna-warna Komplementer .....	19
Tabel 4.1	Penentuan Konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ melalui titrasi Yodometri .....	27
Tabel 4.2	Penentuan Konsentrasi Ozon melalui Yodometri .....	27
Tabel 4.3	Komposisi material zeolit .....	28



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Industri tekstil dan produk tekstil merupakan salah satu bidang usaha yang berkembang di Indonesia. Perkembangan industri ini dapat dilihat dari nilai ekspor tekstil dan produk tekstil (TPT) yang terus meningkat. Batik dalam pengertian yang berkembang, dapat dimasukkan kedalam dua kategori, yaitu batik yang dahulu dikenal sebagai produk kerajinan telah berkembang menjadi TPT, yang menjadi andalan dan primadona ekspor industri kita. Data-data dari Departemen Perindustrian menunjukkan bahwa pada tahun 2006 tenaga kerja pada industri TPT sebanyak 1,2 juta orang, belum termasuk industri TPT skala kecil dan rumah tangga, dengan nilai ekspor US\$ 9,45 milyar dan meningkat menjadi US\$ 10,03 milyar pada tahun 2007. Tahun 2009 ekspor TPT mencapai US\$ 11,80 milyar dengan surplus sekitar US\$ 5 milyar, dan penyerapan tenaga kerja langsung sebanyak 1,62 juta atau keseluruhannya 3 juta orang, sudah termasuk tenaga kerja yang tidak langsung. Industri batik pada tahun 2006 berjumlah 48.287 unit usaha tersebar di 17 propinsi, dan menyerap tenaga kerja sebanyak 792.300 orang. Sedangkan nilai produksi mencapai Rp. 2,90 triliun dan nilai ekspor US\$ 110 juta. Angka ini akan terus meningkat terlebih setelah dikukuhkannya batik Indonesia sebagai Warisan Budaya Dunia (World Heritage) bukan benda oleh PBB melalui UNESCO pada tanggal 2 Oktober 2009 yang ditetapkan di Perancis. Bentuk dukungan masyarakat di Indonesia terhadap pengukuhan tersebut terlihat dari pemakaian batik diberbagai kalangan masyarakat, seperti anak sekolah, pegawai instansi pemerintah maupun swasta, karyawan tempat hiburan dan lain sebagainya.

Terlepas dari peranannya sebagai komoditi ekspor yang diandalkan, ternyata industri ini menimbulkan masalah yang serius bagi lingkungan terutama masalah yang diakibatkan oleh limbah cair yang dihasilkan. Industri tekstil menghasilkan air limbah dengan parameter BOD, COD, padatan tersuspensi dan warna yang relatif tinggi. Disamping itu limbah cair ini dapat pula mengandung

logam berat yang bergantung pada zat warna yang digunakan. Umumnya tujuan dari pengolahan limbah cair Industri tekstil adalah mengurangi tingkat polutan organik, logam berat, padatan tersuspensi dan warna sebelum dibuang ke badan air. Pada saat ini polutan di Indonesia tidak memasukkan warna sebagai parameter yang diatur. Walaupun demikian, limbah yang mengandung warna seringkali menimbulkan kesulitan dalam penggunaan selanjutnya karena masalah estetika.

Batik dikenal kaya akan warna-warna yang cerah dan kuat. Tidak semua jenis zat warna tekstil dapat digunakan untuk memberi warna pada batik yang pewarnaannya menggunakan lilin batik. Hal ini disebabkan lilin batik tidak tahan terhadap alkali kuat dan tidak semua zat warna tahan terhadap rebusan dengan air panas untuk menghilangkan lilin batik. Warna-warna cerah batik berasal dari zat warna alami dan juga zat warna sintetis. Zat warna alam dapat diperoleh dari tumbuhan, yaitu bagian daun, buah, kulit kayu, kayu atau bunga, seperti zat warna indigo yang diperoleh dari fermentasi daun nila (*indigofera tinctoria L*). Zat pewarna alam umumnya mudah pudar agar tidak memudar dan dapat menempel dengan baik pada serat kain, maka proses pewarnaannya didahului dengan proses memasukkan unsur logam ke dalam serat yang disebut proses mordanting. Kecerahan warna batik yang dikehendaki dapat diatur dari lama perendaman dan jenis larutan ion logam, seperti tawas (ion logam  $Al^{3+}$ ), tunjung (ion logam  $Fe^{2+}$ )

Saat ini pewarnaan batik lebih banyak menggunakan zat warna sintetis, yaitu zat warna indigosol atau disebut bejana larut. Senyawa indigo tidak larut dalam air dan menjadi larut setelah tereduksi menjadi leuco-indigo. Leuco-indigo setelah terserap ke dalam serat kain akan dengan cepat teroksidasi kembali oleh oksigen dalam udara dan menjadi tidak larut. Hal inilah yang menyebabkan zat warna indigo tidak mudah memudar berwarna rata dan cerah. Banyak zat warna komersial (*dyes*) untuk pewarna tekstil, kertas dan lain-lain dibuat secara sintetis dan merupakan senyawa yang larut dalam air. Pada umumnya zat warna sintetis ini memiliki struktur molekul terdiri dari dua sampai tiga cincin benzena dan sangat stabil, sehingga keberadaannya dalam lingkungan perairan tidak mudah diuraikan secara biologis dan membutuhkan metode yang sangat efektif untuk menghilangkan warna limbah industri yang menggunakan bahan pewarna sintetis. Teknik pengolahan limbah berwarna dengan cara flokulasi, adsorpsi dan

penukaran ion tidak efektif untuk menghilangkan zat warna. Metode yang perlu dikembangkan adalah dengan reaksi oksidasi katalitik untuk mendegradasi senyawa organik yang stabil menjadi senyawa intermediet yang selanjutnya dapat mudah terdegradasi secara biologis di alam.

Reaksi oksidasi membutuhkan oksidator yang sangat kuat dan pada penelitian ini oksidator yang dipilih adalah ozon. Ozon termasuk oksidator yang ramah lingkungan dan banyak digunakan pada pengolahan air minum dan limbah. Ozon dalam air akan mengoksidasi senyawa organik dengan dua cara, yaitu oksidasi langsung dengan molekul  $O_3$  atau dengan membentuk radikal bebas hidroksil. Radikal bebas hidroksil ini sangat reaktif dan diharapkan mampu mendegradasi molekul warna menjadi tidak berwarna dan juga mampu menurunkan kandungan bahan organik (COD) limbah. Laju reaksi ozon dapat ditingkatkan dengan katalis yang merupakan oksida logam, seperti  $TiO_2$ ,  $MnO_2$  atau garam ion logam seperti  $Mn^{2+}$ ,  $Mn^{4+}$ ,  $Fe^{2+}$  yang dapat memacu pembentukan radikal hidroksil. Zeolit yang diaktivasi dengan perlakuan asam dapat menjadi promotor atau inisiator pada reaksi pembentukan radikal sehingga laju dekomposisi ozon dalam air meningkat (Valdés *et al.*, 2008a)

Zat warna banyak digunakan pada proses pencelupan dan pencapan Industri batik. Limbah cair dari kedua proses ini merupakan salah satu sumber pencemaran air yang cukup tinggi jika tidak dilakukan pengolahan limbah. Teknologi pengolahan limbah cair baik secara biologi, kimia, fisika, maupun kombinasi antara ketiga proses tersebut dapat digunakan untuk mengolah limbah cair Industri batik. Beberapa penelitian penghilangan warna dan senyawa organik yang ada dalam limbah cair Industri batik telah banyak dilakukan, misalnya dengan cara kimia menggunakan koagulan, secara fisika dengan sedimentasi, adsorpsi dan lain-lain. Pengolahan limbah cair dengan menggunakan proses biologi juga banyak diterapkan untuk mereduksi senyawa organik dari limbah cair Industri tekstil. Namun efisiensi penghilangan warna melalui proses biologi ini seringkali tidak memuaskan, karena zat warna mempunyai sifat tahan terhadap degradasi biologi (*recalcitrance*).

Penghilangan warna secara kimia menggunakan koagulan akan menghasilkan lumpur (*sludge*) dalam jumlah yang relatif besar. Lumpur yang

**Universitas Indonesia**

dihasilkan ini akhirnya akan menimbulkan masalah baru bagi unit pengolahan limbah. Menurut Peraturan Pemerintah No. 19 tahun 1994, lumpur yang dihasilkan Industri tekstil diklasifikasikan sebagai limbah B3, sehingga membutuhkan pengolahan limbah lebih lanjut terhadap lumpur yang terbentuk. Dengan adanya penanganan lanjutan ini akan menaikkan biaya operasional unit pengolahan limbah. Sedangkan penggunaan karbon aktif untuk menghilangkan warna juga memerlukan biaya yang cukup tinggi karena harga karbon aktif relatif mahal. Untuk mengatasi masalah di atas diperlukan alternatif baru untuk mengolah limbah cair industri tekstil yang efektif dan efisien dalam menurunkan polutan organik dan zat warna, yaitu dengan cara oksidasi katalitik menggunakan zeolit alam teraktivasi dan ozonasi.

## **1.2. Permasalahan**

Dibutuhkan pengolahan limbah zat warna secara efektif dengan menggunakan zeolit dan meminimalkan produk limbah sekunder dengan cara menggabungkan proses perlakuan ozonasi dan zeolit.

## **1.3. Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mempelajari kemampuan zeolit modernit sebagai katalis oksidasi untuk mendegradasi zat warna indigosol menggunakan ozon.
2. Mengetahui hubungan antara hasil degradasi (mineralisasi) dan penurunan COD.

## **1.4. Hipotesis**

Metode oksidasi katalitik menggunakan katalis zeolit teraktivasi pada ozonasi akan dapat menghasilkan degradasi zat warna Indigosol dan terjadi penurunan COD yang paling tepat untuk digunakan sebagai perlakuan terhadap limbah zat warna Indigosol.

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Zat Warna

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. zat organik tidak jenuh yang dijumpai dalam pembentukan zat warna adalah senyawa aromatik antara lain senyawa hidrokarbon aromatik dan turunannya, fenol dan turunannya serta senyawa-senyawa hidrokarbon yang mengandung nitrogen.

Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. Pada Tabel 2.1. dapat dilihat beberapa nama gugus kromofor dan memberi daya ikat terhadap serat yang diwarnainya.

Gugus auksokrom terdiri dari dua golongan, yaitu:

Golongan kation :  $-\text{NH}_2$  ;  $\text{NHR}$  ;  $-\text{NR}_2$ .

Golongan anion :  $-\text{SO}_3\text{H}$  ;  $-\text{OH}$  ;  $-\text{COOH}$  dan lain-lain.

Tabel 2.1. Nama dan Struktur Kimia Kromofor (Heaton, 1994).

Nama Gugus	Struktur Kimia
Nitroso	$\text{NO}$ atau $(-\text{N}-\text{OH})$
Nitro	$\text{NO}_2$ atau $(-\text{NN}-\text{OOH})$
Grup Azo	$-\text{N}=\text{N}-$
Grup Etilen	$-\text{C}=\text{C}-$
Grup Karbonil	$-\text{CO}-$
Grup Karbon-Nitrogen	$-\text{C}=\text{NH}$ ; $\text{CH}=\text{N}-$
Grup Karbon-Sulfur	$-\text{C}=\text{S}$ ; $-\text{C}-\text{S}-\text{S}-\text{C}-$

Serapan warna dapat dilihat pada spektrum terdiri dari radiasi elektromagnetik yang terletak pada panjang gelombang antara 400 nm sampai 800 nm. Radiasi yang tersebar secara merata antara 400 nm – 800 nm akan tampak sebagai cahaya putih, yang akan terurai dalam warna-warna spektrum bias dengan adanya penyaringan prisma. Warna spektrum berturut-turut adalah: Violet, Indigo, Biru, Hijau, Kuning, Jingga dan Merah.

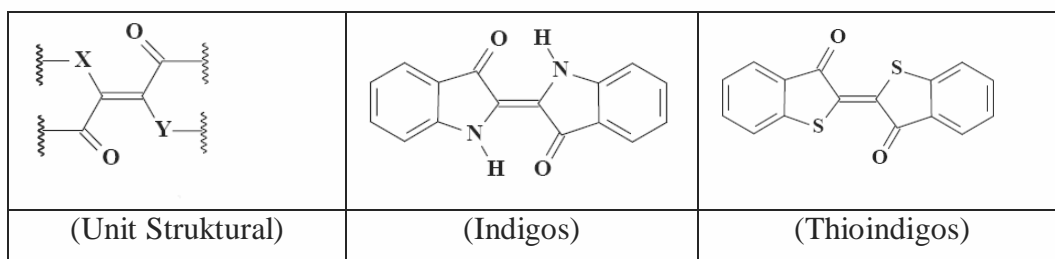


## 1. Penggolongan Zat Warna

Zat warna dapat digolongkan menurut sumber diperolehnya yaitu zat warna alam dan zat warna sintetik. Penggolongan zat warna menurut "Colours Index" volume 3, yang terutama menggolongkan atas dasar sistem kromofor yang berbeda misalnya zat warna Azo, Antrakuinon, Ftalosa, Nitroso, Indigo, Benzodifuran, Okazin, Polimetil, Di- dan Tri-Aril Karbonium, Poliksilik, Aromatik Karbonil, Quinonaftalen, Sulfer, Nitro, Nitrosol dan lain-lain (Heaton, 1994). Zat warna Azo merupakan jenis zat warna sintesis yang cukup penting, lebih dari 50% zat warna dalam daftar Color Index adalah jenis zat warna azo. Zat warna azo mempunyai sistem kromofor dari gugus azo (-N=N-) yang berikatan dengan gugus aromatik. Lingkungan zat warna azo sangat luas, dari warna kuning, merah, jingga, biru AL (Navy Blue), violet dan hitam, serta warna hijau yang sangat terbatas. Penggolongan lain yang biasa digunakan terutama pada proses pencelupan dan pencapan pada Industri tekstil adalah penggolongan berdasarkan aplikasi (cara pewarnaan). Zat warna tersebut dapat digolongkan sebagai zat warna asam, basa, direk, dispersi, pigmen, reaktif, solven, belerang, bejana dan lain-lain. Dari uraian di atas jelaslah bahwa tiap-tiap jenis zat warna mempunyai kegunaan tertentu dan sifat-sifatnya tertentu pula. Pemilihan zat warna yang akan dipakai bergantung pada bermacam faktor antara lain : jenis serat yang akan diwarnai, macam warna yang dipilih dan warna-warna yang tersedia, tahan luntarnya dan peralatan produksi yang tersedia. Jenis yang paling banyak digunakan saat ini adalah zat warna reaktif dan zat warna dispersi. Hal ini disebabkan produksi bahan tekstil dewasa ini adalah serat sintetik seperti serat polamida, poliester dan poliakrilat. Bahan tekstil sintetik ini, terutama serat poliester, kebanyakan hanya dapat dicelup dengan zat warna dispersi.

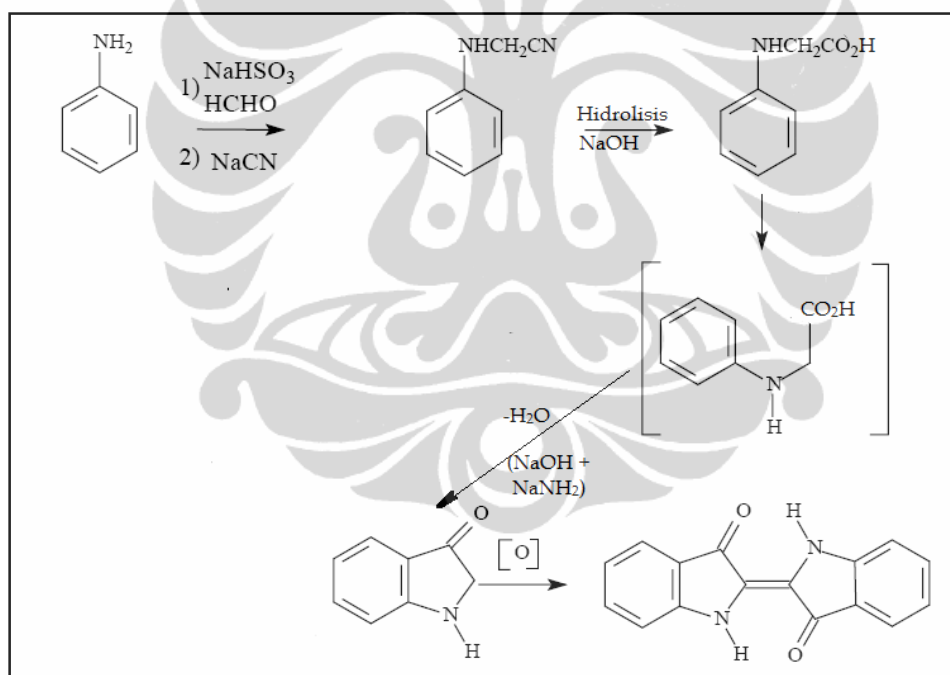
## 2. Zat Warna Indigo

Indigo dengan rumus molekul  $C_{16}H_{10}O_2N_2$  dan memiliki massa molekul relatif 262,269 adalah Dyestuff penting dengan warna biru khas, awalnya indigo berasal dari beberapa jenis tanaman, akan tetapi hampir semua senyawa turunan Indigo yang diproduksi pada saat ini adalah sintesis, senyawa ini terutama digunakan untuk pencelupan kain katun agar berwarna biru. Semua pewarna Indigo mengandung unit struktural sebagai berikut :



Gambar 2.1 Unit Struktural Indigo (Zhao, 2006)

Mayoritas pewarna Indigo memiliki X/Y dan gugus karbonil dalam suatu sistem cincin karena kemudahan sintesis dan kestabilannya. *Indigos* dan *thioindigos* merupakan senyawa indigo yang paling penting. Sintesis indigo dimulai dari *aniline*. Tahap pertama *aniline* dikondensasi dengan formaldehid-natrium bisulfat dan natrium sianida untuk memberikan *N-cyanomethyl-aniline*. Senyawa antara ini dihidrolisis menjadi natrium *phenylglycinate* untuk menjadi *indoxyl* kemudian dioksidasi dalam udara menjadi indigo.



Gambar 2.2 Sintesis indigo dari anilin (Zhao, 2006)

Indigo ditemukan menjadi stabil pada rantai media *triglyceril oil* pada temperatur sampai 900 °C. Namun untuk degradasi warna sekitar 70% setelah 5 jam terpapar 3x10<sup>5</sup> lux, sesuai dengan jumlah hasil dari 1,8x10<sup>-4</sup> mol Einstein-1 untuk sinar visible dan 1,4x10<sup>2</sup> mol Einstein-1 untuk UV, sebagai determinasi untuk sinar monokromatik 600 nm dan 313 nm.

### 3. Zat Warna Indigosol

Zat warna indigosol atau bejana larut adalah zat warna yang ketahanan lunturnya baik, berwarna rata dan cerah. Zat warna ini dapat dipakai secara pecelupan dan coletan . Warna dapat timbul setelah dibangkitkan dengan natrium nitrit dan asam seperti asam sulfat atau asam florida. Jenis warna indigosol antara lain:

*Indigosol Yellow Indigosol Green IB*

*Indigosol Yellow JGK Indigosol Blue 0 4 B*

*Indigosol Orange HR Indigosol Grey IBL*

*Indigosol Pink IR Indigosol Brown IBR*

*Indigosol Violet ARR Indigosol Brown IRRD*

*Indigosol Violet 2R Indigosol Violet IBBF*

Saat ini pewarnaan batik lebih banyak menggunakan zat warna sintetik , yaitu zat warna indigosol atau disebut bejana larut. Senyawa indigo tidak larut dalam air dan menjadi larut setelah tereduksi menjadi leuco-indigo. Leuco-indigo setelah terserap kedalam serat kain akan dengan cepat akan dengan cepat teroksidasi kembali oleh oksigen dalam udara dan menjadi tidak larut. Hal inilah yang menyebabkan zat warna indigo tidak mudah memudar berwarna rata dan cerah.

### 2.2 Katalis Heterogen

Pada umumnya katalis heterogen mengalami proses katalitik yang lebih rumit daripada katalis homogen karena fase katalisnya berbeda dengan fase reaktan. Pada proses katalisis heterogen terjadi tahapan reaksi sebagai berikut (Gates, 1991) :

1. Transport reaktan ke permukaan katalis.
2. Interaksi antara reaktan dan katalis (adsorpsi).
3. Reaksi antara spesies-spesies teradsorpsi untuk menghasilkan produk.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Transport produk menjauhi katalis.

Tahap 1 dan 5 melibatkan transport fisik dan menempatkan ukuran rongga sebagai faktor penting. Pada tahap 2 dan 4 terdapat interaksi antara reaktan dan katalis

yang melibatkan perubahan kimia. Tahap 3 merupakan tahap penurunan energi aktivasi reaksi. Katalis heterogen dapat berupa logam, oksida logam dan zeolit.

### 1. Zeolit sebagai Katalis Heterogen

Nama zeolit ini berasal dari bahasa Yunani yaitu "Zeni" dan "Lithos" yang berarti batu yang mendidih, karena apabila dipanaskan membuih dan mengeluarkan air (Breck, 1974). Disebut demikian karena mineral ini mempunyai sifat mendidih atau mengembang apabila dipanaskan. Zeolit merupakan batuan atau mineral alam yang secara kimiawi termasuk golongan mineral silika dan dinyatakan sebagai alumina silikat terhidrasi, berbentuk halus, dan merupakan hasil produk sekunder yang stabil pada kondisi permukaan karena berasal dari proses sedimentasi, pelapukan maupun aktivitas hidrotermal (Sariman, 1998).

Zeolit mempunyai struktur berongga dengan dinding berupa polihedral dari  $(\text{SiO}_4)^{4-}$  dan  $(\text{AlO}_4)^{5-}$ . Rongga ini dapat saling berhubungan membentuk saluran yang biasanya diisi oleh air dan kation penyeimbang muatan yang dapat saling dipertukarkan. Zeolit mempunyai rongga dan celah dengan luas permukaan dalam yang jauh lebih besar daripada luas permukaan kristal bagian luarnya. Molekul atau ion yang lebih kecil atau sama dengan ukuran rongga dapat masuk ke dalamnya, sehingga menyebabkan zeolit bersifat sebagai penyerap air. Zeolit juga digunakan sebagai penukar ion, karena kation-kation logam alkali atau alkali tanah yang dapat bergerak bebas didalam rongga dapat saling dipertukarkan dengan kation-kation logam lainya dengan jumlah muatan yang sama. Zeolit mempunyai selektivitas yang tinggi terhadap molekul polar, hal ini disebabkan oleh medan elektrik yang berasal dari kation didalam rongga zeolit sehingga bersifat sebagai pusat absorpsi untuk molekul polar.

Dalam zeolit sisi aktifnya berada pada pori berukuran molekul dan *cage*. Selama reaksi, transformasi molekul berlangsung secara kontinu disebabkan limitasi sterik akibat struktur zeolit. Selektivitas pori-pori zeolit terhadap besar ukuran molekul dan bentuknya disebut "*molecular shape selectivity*" (Weitkamp, J. & Puppe, L, 1999). Terdapat tiga tipe selektivitas yaitu: selektivitas reaktan, selektivitas produk dan selektivitas keadaan transisi. Selektivitas reaktan dan produk merupakan manifestasi reaksi yang dikontrol oleh difusi. Tipe pertama terjadi karena reaktannya memiliki aktifitas difusi yang lebih besar sehingga lebih

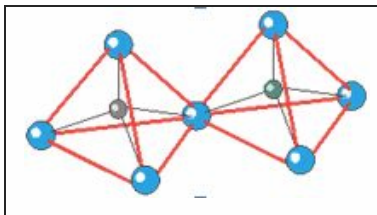
dahulu bereaksi dan selektif, tipe kedua terjadi karena produknya lebih mudah terdifusi daripada molekul bulky yang terperangkap di dalam pori zeolit. Selektifitas keadaan transisi berlangsung bila suatu reaksi keadaan transisinya terhalangi akibat hambatan ruang. Secara umum efek zeolit dalam katalisis senyawa organik diringkaskan dalam tabel berikut:

Tabel 2.2 Karakteristik dasar zeolit. (Weitkamp, J. & Puppe, L, 1999).

Karakteristik zeolit	Pengaruh yang dihasilkan
Sisi aktif zeolit berada dalam pori dan saluran berdimensi molekular.	Selektifitas bentuk molekul. <ul style="list-style-type: none"> <li>• Selektifitas bentuk reaktan.</li> <li>• Selektifitas bentuk produk.</li> <li>• Selektifitas bentuk keadaan transisi.</li> </ul>
Zeolit sebagai adsorben: adsorpsi spesifik.	Pengaruh konsentrasi <ul style="list-style-type: none"> <li>• Selektifitas Reagent</li> <li>• Efek Jaring/Perangkap.</li> </ul>
Sisi aktif zeolit berada dalam pori dan saluran berdimensi molekular + adsorpsi spesifik	Selektifitas gugus fungsi
Zeolit sebagai pelarut padat.	<p><i>Multifunctional synergy</i>: banyak tahap menjadi satu tahap</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• hidrogenasi + alkilasi</li> <li>• hidrolisis + hidrogenasi</li> <li>• hidrasi + dehidrogenasi</li> </ul> <p><i>Tuning of chemical properties: easy</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• katalisis hidrogenasi</li> <li>• katalisis oksidasi</li> <li>• memilah dengan baik sifat asam basa</li> </ul> <p><i>New chemistry by zeolites</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ti-zeolit</li> <li>• Kapsul kompleks</li> </ul>

## 2. Struktur Kerangka Zeolit

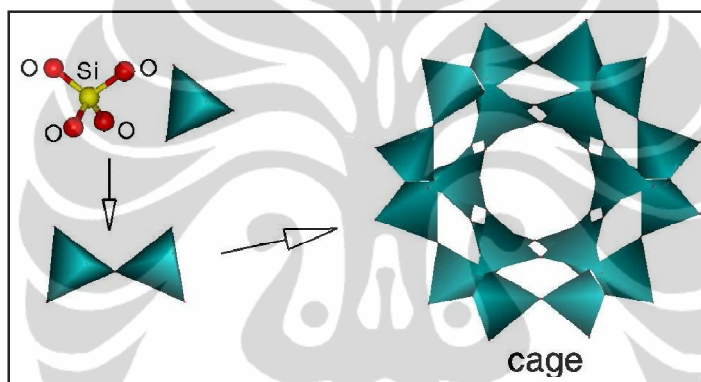
Mineral zeolit dikenal sebagai bahan alam dan umumnya dalam bentuk batuan *clinoptilolite*, *mordenite*, *erionite*, *chabazite*, *stilbite*, *analcime* dan *laumonlite*, sedangkan *offerite*, *paulingite*, dan *mazzite* hanya sedikit dan jarang dijumpai. Zeolit merupakan senyawa alumina silika dengan rasio (Si/Al) yang mempunyai pori dan luas permukaan yang relatif besar, sehingga mempunyai sifat adsorpsi yang tinggi. Zeolit dengan kandungan Si yang tinggi seperti *clinoptilolite*, *mordenite*, dan *ferrierite* dikelompokkan sebagai batuan *acidic* (Setyowati, 2002). Zeolit merupakan kristal berongga yang terbentuk oleh jaringan silikaalumina tetrahedral tiga dimensi dan mempunyai struktur yang relatif teratur dengan rongga yang di dalamnya terisi oleh logam alkali atau alkali tanah sebagai penyeimbang muatannya. Rongga-rongga tersebut merupakan suatu sistem saluran yang didalamnya terisi oleh molekul air (Ismaryata, 1999).



Gambar 2.3 Tetrahedral alumina dan silika pada struktur zeolit (Las, 2004)

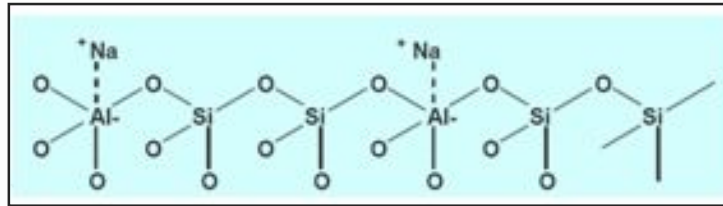
Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  dan  $(\text{SiO}_4)^{4-}$  yang saling berhubungan melalui atom oksigen dan di dalam struktur tersebut  $\text{Si}^{4+}$  dapat diganti  $\text{Al}^{3+}$  dengan substitusi isomorfik.

Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung muatan positif dari ion-ion logam alkali dan alkali tanah dalam kerangka kristal tiga dimensi (Hay, 1966), dengan setiap oksigen membatasi antara dua tetrahedral.



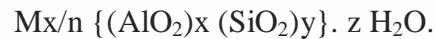
Gambar 2.4 Rangka zeolit yang terbentuk dari ikatan 4 atom O dengan 1 atom Si (Bell, 2001)

Pada struktur zeolit, semua atom Al dalam bentuk tetrahedral sehingga atom Al akan bermuatan negatif karena berkoordinasi dengan empat atom oksigen dan selalu dinetralkan oleh kation alkali tanah di dalam rongga-rongganya untuk mencapai senyawa yang stabil, seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ , atau  $\text{Ba}^{2+}$ , dan lain-lain yang berfungsi sebagai kation penetral (Gambar 2.5). Kation-kation ini terikat kurang kuat didalam pusat rongga dengan posisi yang tidak tetap sehingga dapat bergerak bebas dalam rongga zeolit dan mudah ditukar dengan kation lain yang bermuatan sama. Selain kation logam alkali atau alkali tanah, didalam rongga juga terdapat molekul air yang dapat bergerak bebas dan dapat didehidrasi dari zeolit dengan cara pemanasan.



Gambar 2.5 Struktur zeolit dalam 2 dimensi

Formula untuk satuan sel zeolit adalah



M : kation alkali / alkali tanah

n : valensi logam alkali / alkali tanah

{ } : kerangka alumina

z : jumlah molekul air yang terhidrat.

x dan y : jumlah tetrahedron per unit sel

(Martin, 2000).

### 3. Klasifikasi Zeolit

Menurut cara pembentukannya, zeolit dibagi menjadi 2 jenis, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetik/buatan. Zeolit alam terbentuk melalui dua jalur, yaitu pembentukan pada temperatur di bawah 40°C akibat proses sedimentasi dan juga melalui pembentukan pada temperatur tinggi akibat proses vulkanis, sedangkan zeolit buatan terbentuk sebagai hasil dari rekayasa manusia melalui proses kimia, yaitu dengan mengkondisikan rasio antara Si dan Al, zat pengarah yang diberikan, pH campuran, suhu pemanasan hidrotermal, dan waktu sintesis. Zeolit alam mempunyai rasio Si/Al yang berbeda-beda, hal ini bergantung pada kondisi hidrotermal lingkungan seperti suhu, tekanan, pH dan komposisi air setempat. Hal ini yang menjadikan zeolit buatan mempunyai kelebihan dari zeolit alam yaitu proses pembuatannya dapat disesuaikan dengan kebutuhan. Tiap jenis zeolit buatan mempunyai diameter pori yang berbeda-beda bergantung pada banyaknya tetrahedral silika dan alumina penyusun pori zeolit.

### 4. Aktivasi zeolit

Ada banyak cara aktivasi zeolit antara lain dengan perlakuan asam, perlakuan garam dan proses hidrotermal. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Khairinal dan Trisunaryanti (2000), dealuminasi zeolit alam dengan perlakuan asam menghasilkan rasio Si/Al lebih tinggi dibandingkan dengan

Universitas Indonesia

dealuminasi melalui proses hidrotermal. Perlakuan asam menyebabkan kemampuan adsorpsi zeolit menjadi lebih tinggi, karena banyaknya pori-pori zeolit yang membuka dan permukaan zeolit yang lebih luas.

Pada penelitian ini dipilih aktivasi zeolit dengan perlakuan asam. Melalui modifikasi tertentu zeolit dapat diubah menjadi suatu padatan yang mempunyai manfaat lebih, antara lain sebagai katalis, adsorben, penukar ion dan sebagai padatan pendukung lainnya (Ismaryata, 1999).

Sifat zeolit meliputi: dapat terdehidrasi, penukar ion, adsorpsi, katalis dan penyaringan/pemisahan (Amelia, 2003).

#### 1. Dehidrasi

Dehidrasi adalah proses yang bertujuan untuk melepaskan molekul-molekul air dari kisi kristal sehingga terbentuk suatu rongga dengan permukaan yang lebih besar dan tidak lagi terlindungi yang berpengaruh terhadap proses adsorpsi. Proses dehidrasi mempunyai fungsi utama melepas molekul air dari kerangka zeolit sehingga mempertinggi keaktifan zeolit. Jumlah molekul air sesuai dengan jumlah pori-pori atau volume yang hampa yang akan terbentuk bila unit sel kristal zeolit tersebut dipanaskan.

#### 2. Penukar ion

Penukar ion di dalam zeolit adalah proses dimana ion asli yang terdapat dalam intra kristalin diganti dengan kation lain dari larutan.

#### 3. Adsorpsi

Pada keadaan normal, ruang hampa dalam kristal zeolit terisi oleh molekul air bebas yang berada di sekitar kation. Bila kristal zeolit dipanaskan pada suhu sekitar 300-400<sup>0</sup>C air tersebut akan keluar sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan. Dehidrasi menyebabkan zeolit mempunyai struktur pori yang sangat terbuka, dan mempunyai luas permukaan internal yang luas sehingga mampu mengadsorpsi sejumlah besar substansi selain air.

#### 4. Katalis

Zeolit sebagai katalis hanya mempengaruhi laju reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan reaksi karena mampu menaikkan perbedaan lintasan molekular dari reaksi. Katalis berpori dengan pori-pori sangat kecil akan memuat molekul-molekul kecil tetapi mencegah molekul besar masuk. Selektivitas molekuler



seperti ini disebut *molecular sieve* yang terdapat dalam substansi zeolit alam (Bambang P, dkk, 1995).

#### 5. Penyaringan / pemisahan

Zeolit dapat memisahkan molekul gas atau zat dari suatu campuran tertentu karena mempunyai rongga yang cukup besar dengan garis tengah yang bermacam-macam (antara 2-3 Å). Volume dan ukuran garis tengah ruang kosong dalam kristal-kristal ini menjadi dasar kemampuan zeolit untuk bertindak sebagai penyaring molekul. Molekul yang berukuran lebih kecil dapat masuk ke dalam pori, sedangkan molekul yang berukuran lebih besar dari pori akan tertahan. Untuk mendapatkan kandungan aluminium yang optimum pada zeolit dapat dilakukan dengan metode dealuminasi. Dealuminasi dapat digunakan untuk mengontrol aktivitas keasaman dan ukuran pori-pori zeolit yang berhubungan dengan fungsi zeolit sebagai penyerap (Khairinal dan Trisunaryanti, 2000).

#### 5. Zeolit Mordenit

Mordenit adalah mineral langka namun merupakan jenis zeolit yang melimpah. Mordenit bisa berwarna kuning, merah, merah jambu, putih kehijauan atau bahkan bening.



Gambar 2.6 Struktur rangka mordenit (Schmidt, W., n.d)

Mordenit digunakan sebagai katalis heterogen ozonasi *methylene blue* dan dapat meningkatkan proses degradasi zat warna MB (Valdes, H., 2008).

Kelebihan zeolit pada umumnya termasuk mordenit sebagai katalis heterogen antara lain: tidak mengembang (*non swelling*), secara kimia stabil terhadap beragam media kaustik, tahan panas, kemungkinan regenerasi yang baik, dan memiliki kemampuan penyerapan yang tinggi (Korkuna, O., et al., 2004).

Struktur kristal mordenit sangat kompleks, terdiri dari dua tipe saluran pori (*pore channels*) dan sistem rongga (*void systems*) yang berbeda. Saluran A

terbentuk dari gabungan 12-MR (*membered rings*) setiap cincinnya mengandung 12 atom oksigen. Saluran B terdiri dari 8-MR yang setiap cincinnya mengandung 8 atom oksigen. Saluran A berbentuk eliptikal dengan diameter 0,65 – 0,70 nm sementara saluran B memiliki diameter 0,26 – 0,57 nm. Saluran A dan B terhubung secara tegak lurus (Bobonich, F.M., et.al.,1980)

### 2.3 Ozonasi

Setiap proses ozonasi selalu berdasarkan pada mekanisme reaksi langsung dan tidak langsung. Hal ini selalu berkaitan dengan pembentukan radikal  $\text{OH}^\cdot$  pada desintegrasi ozon dalam air yang merupakan oksidator lebih kuat dari reaksi dengan ozon secara langsung.

#### 1. Mekanisme langsung

Ada 3 jenis reaksi secara langsung yaitu:

2. Siklo Adisi (Mekanisme *Criegee*)
3. Reaksi Elektrofilik
4. Reaksi Nukleofilik

#### 2. Mekanisme tidak langsung

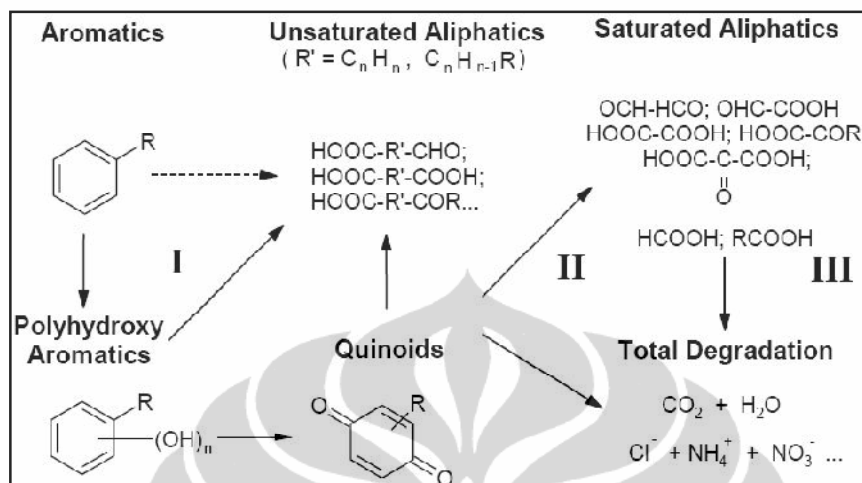
Berlawanan dengan yang terjadi pada reaksi langsung, mekanisme reaksi radikal  $\text{OH}^\cdot$  lebih selektif walaupun sangat kompleks.

Tabel 2.3 Potensial redoks dari zat pengoksidasi (U. von Gunten,2003)

Substansi	Potensial (V)
Fluorin (F)	2,87
Radikal Hidroksil (OH)	2,86
Atom Oksigen (O)	2,42
Molekul Ozon (O <sub>3</sub> )	2,07
Hidrogen Peroksida (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	1,78
Chlorin (Cl)	1,36
Chlorin dioksida (ClO <sub>2</sub> )	1,27
Molekul Oksigen (O <sub>2</sub> )	1,23

Pada senyawa aromatik, penyerangan awal molekul ozon membentuk senyawa hidroksil pada posisi orto- dan para-. Senyawa ini sangat mudah terozonasi lebih lanjut membentuk senyawa quinoid yang kemudian dapat terbuka

cincinnya membentuk senyawa alifatik dengan gugus fungsi karbonil dan karboksil. Degradasi lebih lanjut menghasilkan  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ .



Gambar 2.7 Skema ozonasi senyawa aromatik (Langlais et al., 1991).

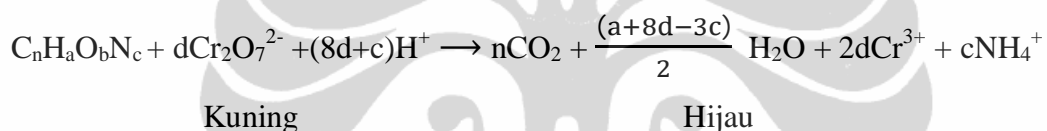
Keuntungan penggunaan ozon (Prado et al., 1992):

- Mudah diproduksi dari udara atau oksigen melalui lucutan listrik
- Mudah bereaksi dengan senyawa organik dan anorganik disebabkan oleh potensial reduksi yang tinggi dan reaktifitasnya.
- Tidak menghasilkan produk samping yang bersifat toksik.
- Ozonasi menghasilkan penurunan COD, warna, bau dan kekeruhan air.
- Kelebihan ozon dalam air akan terdekomposisi menghasilkan oksigen tanpa meninggalkan residu.

## 2.4 Kebutuhan Oksigen Kimia (KOK)

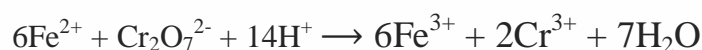
Limbah industri batik mengandung banyak senyawa organik berwarna, dari warna yang dilepaskan oleh senyawa organik selanjutnya akan menjadi sumber polutan yang perlu diperhatikan dalam lingkungan perairan. Zat warna disintesis dari senyawa organik yang memiliki massa molekul yang besar, serta mempunyai sejumlah cincin aromatik (*monocyclic, polycyclic, heterocyclic*) dan beberapa gugus lainnya (*acid, base, dye chromophore,.*) (Menezes, E., et al., 2003). Dengan demikian pengolahan limbah zat warna bukan merupakan masalah yang sederhana.

COD juga merupakan parameter yang umum dipakai untuk menentukan tingkat pencemaran bahan organik pada air limbah. COD adalah banyaknya oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi secara kimia bahan organik di dalam air. Uji COD dapat dilakukan lebih cepat dari pada uji BOD, karena waktu yang diperlukan hanya sekitar 2 jam. Kebutuhan Oksigen Kimia (KOK) atau Chemical Oxygen Demand (COD) adalah jumlah oksigen (mg O<sub>2</sub>) yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat-zat organik yang ada dalam satu liter sampel air, dimana pengoksidanya adalah K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> atau KMnO<sub>4</sub>. Angka BOD merupakan ukuran bagi pencemaran air oleh zat-zat organik yang secara alamiah dapat dioksidasi melalui proses mikrobiologis dan mengakibatkan berkurangnya oksigen terlarut dalam air. Sebagian besar zat organik melalui tes COD ini dioksidasi oleh K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dalam keadaan asam yang mendidih optimum, reaksi dalam penetapan COD yaitu :



$$(\text{dimana } d = \frac{2n}{3} + \frac{a}{6} - \frac{b}{3} - \frac{c}{2})$$

Perak sulfat (Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) ditambahkan sebagai katalisator untuk mempercepat reaksi. Sedangkan merkuri sulfat (HgSO<sub>4</sub>) ditambahkan untuk menghilangkan gangguan klorida yang pada umumnya ada dalam air buangan. Untuk memastikan bahwa hampir semua zat organik habis teroksidasi maka zat pengoksidasi K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> masih harus berlebih sesudah direfluks, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> yang berlebih menentukan berapa besar oksigen yang telah terpakai. Kelebihan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ditentukan melalui titrasi dengan ferro ammonium sulfat (FAS). Reaksi yang berlangsung adalah sebagai berikut:



Indikator ferroin digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi yaitu disaat warna hijau biru larutan berubah menjadi merah coklat. Kelebihan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dalam larutan blanko adalah K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> awal, karena diharapkan blanko tidak mengandung zat organik yang dioksidasi oleh K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Alaerts dan Santika 1984)

## 2.5 Spektrofotometer UV-Vis

Semua molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-Vis karena molekul mempunyai elektron yang dapat dieksitasikan ke tingkat yang lebih tinggi. Panjang gelombang dimana absorpsi itu terjadi bergantung pada kekuatan elektron yang terikat dalam molekul tersebut, dengan kata lain panjang gelombang berbanding terbalik dengan energi radiasi.

Elektron dalam suatu ikatan kovalen tunggal terikat dengan kuat, sehingga agar elektron tersebut dapat bereksitasi diperlukan radiasi yang besar dengan memberikan panjang gelombang yang kecil. Elektron dalam ikatan tunggal bereksitasi dari  $\sigma$  ke  $\sigma^*$ . Jika suatu molekul mengandung sebuah atom yang mempunyai elektron bebas, sebuah elektron tidak terikat (nonbonding) dapat tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi, karena elektron nonbonding tidak terikat terlalu kuat seperti elektron bonding  $\sigma$ , maka absorpsinya terjadi pada panjang gelombang yang lebih panjang. Transisi yang terjadi disini adalah  $n-\sigma^*$  untuk menunjukkan bahwa sebuah elektron nonbonding dinaikkan ke orbital antibonding  $\sigma^*$ . Pada ikatan rangkap 2 maupun rangkap 3 mempunyai elektron  $\pi$ , yang dapat dieksitasikan ke tingkat  $\pi^*$ . Dalam molekul terkonjugasi (yaitu molekul yang memiliki ikatan-ikatan rangkap berselang-seling dengan ikatan tunggal) absorpsi bergeser ke panjang gelombang yang lebih panjang. Geseran ke panjang gelombang yang lebih panjang mencerminkan fakta bahwa elektron dalam suatu sistem terkonjugasi kurang kuat terikat daripada sistem tak terkonjugasi, karena energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasikan elektron dalam ikatan tersebut kecil. Kebanyakan penerapan spektrofotometri ultraviolet dan visible pada senyawaan organik didasarkan pada transisi  $n-\pi^*$  ataupun  $\pi-\pi^*$  dan karenanya diperlukan hadirnya gugus kromofor dalam molekul itu. Spektrofotometri UV-Vis biasanya beroperasi dari 175 atau 200 sampai 1000 nm. Spektrofotometer UV beroperasi dari 175 sampai 400 nm. Sedangkan spektrofotometer visible (tampak) beroperasi dari 400 sampai 1000 nm. Warna dapat memudahkan kita untuk menunjukkan bagian – bagian tertentu dari spektrum. Pengelompokan warna dan panjang gelombang secara kasar ditunjukkan pada Tabel 2.4

Tabel 2.4 Spektrum tampak dan warna-warna komplementer

Panjang Gelombang (nm)	Warna	Warna Komplementer
400 – 435	Ungu	Kuning-kehijauan
435 – 480	Biru	Kuning
480 – 490	Hijau-kebiruan	Oranye
490 – 500	Biru-kehijauan	Merah
500 – 560	Hijau	Merah-ungu
560 – 580	Kuning-kehijauan	Ungu
580 – 595	Kuning	Biru
595 – 610	Oranye	Hijau-kebiruan
610 – 750	Merah	Biru-kehijauan

Spektrofotometri adalah suatu cara analisis yang didasarkan pada pengukuran intensitas sinar oleh spektrofotometer. Sinar yang digunakan adalah sinar yang mempunyai panjang gelombang tunggal (monokromatik). Hukum yang mendasari analisis ini adalah hukum Lambert-Beer yang menyatakan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi, tebal media, dan sifat spesifik zat yang mengadsorpsi dengan persamaan :

$$A = -\log T = \log P^0/P$$

di mana :     A = Absorbansi

                  T = Transmittan

                  P<sup>0</sup> = Besarnya radiasi yang masuk

                  P = Besarnya radiasi yang diteruskan

Besarnya absorbansi suatu larutan sebanding dengan panjang larutan yang ditempuh oleh radiasi dan konsentrasi spesies yang mengadsorpsi, sehingga :

$$A = a \times b \times c$$

di mana :

A = Absorbansi

a = konstanta perbandingan dan disebut absorptivitas

b = tebal media dalam cm

c = konsentrasi dinyatakan dalam g/L

Jika konsentrasi dinyatakan dalam mol/L dan tebal media dinyatakan dalam cm serta absorptivitas molarnya diberi tanda  $\epsilon$  maka :

$$A = \epsilon \times b \times c$$

Penyinaran sinar UV-Vis dapat menyebabkan elektron dalam molekul tereksitasi ke tingkat orbital yang lebih tinggi. Setiap molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-Vis karena molekul mempunyai elektron yang dapat dieksitasikan ke tingkat energi yang lebih tinggi. Panjang gelombang di mana absorpsi itu terjadi bergantung pada kekuatan elektron yang terikat dalam molekul tersebut. Dengan kata lain panjang gelombang berbanding terbalik dengan energi radiasi. UV-Vis biasanya beroperasi dari 200 nm sampai 1000 nm.

Bagian-bagian yang penting dalam alat spektrofotometer :

1. Sumber sinar
2. Monokromator
3. Tempat sampel (kuvet)
4. Detektor
5. Penguat arus
6. Rekoder

Bagian penting tersebut tergabung menjadi suatu rangkaian umum alat spektrofotometer.

## 2.6 Spektrofotometri Infra Merah

### 2.6.1 Pengertian

Spektroskopi infra merah merupakan teknik analisis kimia yang metodenya berdasarkan pada penyerapan sinar infra merah (IR) oleh molekul senyawa. Panjang gelombang IR tergolong pendek, yakni sekitar 0.78 – 1000  $\mu\text{m}$ , sehingga tidak mampu mentransisikan elektron, melainkan hanya menyebabkan molekul bergetar (vibrasi) (Khopkar, S.M., 1984).

### 2.6.2 Vibrasi Molekul dan Spektra IR

Atom-atom dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi/ bergetar. Hal ini disebabkan karena ikatan kimia yang menghubungkan 2 atom dapat dimisalkan sebagai 2 bola yang dihubungkan oleh pegas (Sumar Hendayana, 1994). Bila radiasi IR dilewatkan melalui suatu cuplikan (dapat

berupa padatan atau cairan murninya) maka molekul – molekul dapat menyerap energi sehingga terjadi perubahan tingkat vibrasi, yakni dari tingkat vibrasi dasar (*ground state*) ke tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*) (Khopkar, S.M., 1984). Spektroskopi IR digunakan untuk penentuan struktur, yakni informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul. Penentuan struktur ini dilakukan dengan melihat plot spektrum IR yang terdeteksi oleh alat spektrofotometer IR. Spektrum ini menyatakan jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi atau bilangan gelombang. Semakin rumit struktur suatu molekul, semakin banyak bentuk-bentuk vibrasi yang mungkin terjadi. Akibatnya kita akan melihat banyak pita-pita absorpsi yang diperoleh pada spektrum IR. Perlu diketahui bahwa atom-atom dengan massa rendah cenderung lebih mudah bergerak daripada atom dengan massa lebih tinggi. Contohnya vibrasi yang melibatkan atom hidrogen sangat berarti (Sumar Hendayana, 1994).

### 2.7 Scanning electron microscope electron dispersive X-ray (SEM-EDX)

Morfologi dari suatu material dapat diamati dengan menggunakan SEM. Alat ini memiliki resolusi yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan mikroskop optik. SEM dan mikroskop optik metalurgi menggunakan prinsip refleksi, yaitu permukaan spesimen memantulkan berkas media. Daya pisah atau resolusi dibatasi oleh panjang gelombang media yang digunakan:

$$R = \frac{0,61\lambda}{\alpha}$$

dengan:  $\lambda$  : panjang gelombang

$\alpha$  : apertur (sudut divergen) efektif lensa obyektif

Teknik SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan atau dari lapisan yang tebalnya sekitar 20  $\mu\text{m}$  dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan gambar topografi dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan. Gambar topografi permukaan diperoleh dari penangkapan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. Kata kunci dari prinsip kerja SEM adalah *scanning* yang berarti bahwa berkas elektron “memindai” permukaan spesimen, titik demi titik dengan pindaian membentuk baris demi baris, mirip dengan gerakan mata yang membaca. Sinyal elektron sekunder yang



dihasilkannya pun adalah dari titik pada permukaan, yang selanjutnya ditangkap oleh detektor SEM dan kemudian diolah dan ditampilkan pada layar CRT (TV).

SEM mempunyai resolusi tinggi bisa mencapai 150.000 kali dan dapat digunakan untuk mengamati obyek benda berukuran nanometer. Meskipun demikian, resolusi tinggi tersebut didapatkan untuk pemindaian dalam arah horizontal, sedangkan pemindaian secara vertikal (tinggi rendahnya struktur) resolusinya rendah. Ini merupakan kelemahan SEM yang belum diketahui pemecahannya. Mikroskopnya juga menggambarkan sebuah electron dispersive X-ray spectrometer (EDX) yang dapat digunakan untuk menentukan komposisi unsur dari sampel. Ketika sebuah sampel difoto oleh SEM, sinar elektron juga diemisikan oleh sinar-X yang dibawa oleh EDX. Emisi sinar-X tiap unsur khas dalam energi dan panjang gelombangnya, karena itu unit EDX mampu menentukan tiap unsur yang merespon emisi tersebut. Data ini dapat ditambahkan pada gambar SEM untuk menghasilkan sebuah peta unsur yang sebenarnya dari permukaan sampel.

## BAB 3 METODE PENELITIAN

### 3. Alat dan Bahan

#### 3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah botol timbang, labu Erlenmeyer Iwaki Pyrex 250 mL; beakerglass Iwaki Pyrex 250 mL; labu takar Iwaki Pyrex 10, 20, 25, 100&1000 mL; pipet volume Iwaki Pyrex 2, 5, 10, 20, 30 mL; buret 10 mL, 25 mL; neraca analitik Ohaus SN C225021108 USA (ketelitian 0,0001); oven pemanas; furnace; desikator; pH meter Hanna Instruments (ketelitian 0,1); shaker; sentrifuge; pembakar spirtus; botol kaca ukuran 50 mL; Sonikator; Spektroskopi UV-Vis; refluks

#### 3.2 Bahan

1. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut : zeolit alam jenis modernit dengan ukuran diameter 3-5 mm
2. Pewarna batik indigosol violet dan Limbah Pewarna Batik
3. Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan HCl 37% ( $\rho = 1,19 \text{ kg/L}$ ;  $M_r = 36,46 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck),  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  ( $M_r = 80,00 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck),  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  ( $M_r = 331,21 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck),  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ( $M_r = 294,216 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck),  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  ( $M_r = 311,79 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck), Ferro ammonium sulfat ( $M_r = 390,00 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck), indikator ferroin, indicator universal,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  97% ( $\rho = 1,84 \text{ kg/L}$ ;  $M_r = 98,08 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck), Alkali iodide azida,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ( $M_r = 248,21 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck), NaOH ( $M_r = 40,00 \text{ g/mol}$ ; merek = E. Merck), amilum, akuades.

#### 3.3 Cara Kerja

##### 3.3.1 Preparasi Bahan

###### 1. HCl 6 N

Sebanyak 248,5 mL HCl 37% dimasukkan kedalam labu takar 500 mL, kemudian ditambah akuades sampai tanda batas dan dikocok.

2. Larutan Natrium Thiosulfat  $6,25 \cdot 10^{-3}$  N  
Dibuat  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,025 N dengan cara melarutkan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,620525 g dalam labu takar dengan akuades sampai menjadi 100 mL. Sebanyak 62,5 mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,025 N diencerkan menjadi 250 mL. Larutan ini distandarisasi dengan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$   $5 \cdot 10^{-3}$  N.
3. Larutan standard Ferro Ammonium Sulfat (FAS) 0,02 N  
Sebanyak 4,75 g  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam kurang lebih 100 mL akuades, kemudian ditambahkan 2 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, larutan didinginkan, kemudian ditambah dengan akuades sampai 500 mL.
4. Larutan Standard Kalium Dikromat 0,25 N  
Sebanyak 3,06475 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (telah dikeringkan dalam oven  $105^\circ\text{C}$  selama 2 jam dan didinginkan dalam desikator untuk menghilangkan kelembaban), dilarutkan dalam labu ukur 250 mL dengan akuades sampai tanda batas.
5. Standarisasi Ozonikator  
Ozonikator merk o-three, distandarisasi untuk menentukan konsentrasi ozon per jamnya.
6. Membuat larutan KI 20%  
Menimbang 20 gram KI dilarutkan dengan 80 ml akuades
7. Membuat larutan  $\text{KIO}_3$  0,08805 M  
Menimbang 0,3567 gram  $\text{KIO}_3$  dilarutkan dalam 100 ml larutan.
8. Membuat larutan Amilum 1%  
Menimbang 1 gram amilum kemudian ditambahkan 99 ml akuades.
9. Persiapan Awal Zeolit  
Zeolit alam disonikasi selama 4 jam. Zeolit kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan pengotor yang masih terdapat dalam zeolit alam..
10. Aktivasi Zeolit  
Aktivasi zeolit dalam penelitian ini dilakukan dengan cara dealuminasi zeolit alam menggunakan HCl 6 N . Konsentrasi tersebut merupakan konsentrasi maksimum untuk dealuminasi zeolit alam Wonosari (Ermawati, 2003). Sebanyak 200 g zeolit alam direfluk dengan 400 mL HCl 6 N.

Campuran selanjutnya disaring dan dicuci dengan akuades hingga filtrat menunjukkan pH sama dengan pH aquades. Campuran disaring dan dicuci dengan akuades hingga filtrate menunjukkan pH sama dengan pH aquades. Residu kemudian dikeringkan dalam oven 300 °C selama 4 jam untuk menghilangkan amoniak (Ermawati, 2003).

#### 11. Pembuatan Larutan Stok Indigosol Violet

Larutan indigosol dibuat dengan menimbang indigosol sebanyak 0,5 gram, kemudian ditambahkan akuades lalu dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL. Larutan ini disebut larutan stok indigosol 1000 ppm

#### 12. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan indigosol stok diencerkan hingga 100 ppm kemudian dibuat deret standar 10, 20, 25, 40, 50, 60, 80 dan 100 ppm. Deret standar diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis, sehingga didapat panjang gelombang maksimum disekitar 520 nm.

#### 13. Membuat variasi massa zeolit

- 13.1. Masing-masing sebanyak 1,0; 2,0; 3,0 dan 4,0 g zeolit ditambah 20 mL zat warna indigosol.
- 13.2. Campuran diozonasi selama 2 jam, kemudian diukur nilai penyisihan zat warnanya.

#### 14. Penentuan Chemical Oxygen Demand (COD)

Kedalam tabung kultur COD dimasukkan berturut-turut 1,0 mL sampel, 2,0 mL larutan  $K_2Cr_2O_7$  dan 2,0 mL larutan perak sulfat, 1,0 mL larutan merkuri sulfat, kemudian ditutup dan dikocok dengan hati-hati. Contoh yang telah siap tersebut dimasukkan kedalam reaktor pengukuran COD dan dipanaskan selama 2 jam pada suhu 150° C. Contoh yang telah didestruksi kemudian didinginkan di udara terbuka sampai mencapai suhu 35° C. Setelah dingin, larutan tersebut dimasukkan kedalam gelas piala 100 mL dan ditambahkan 1-2 tetes indicator ferroin, lalu larutan tersebut didinginkan dalam lemari es selama 5-10 menit, selanjutnya dititrasi dengan larutan ferri ammonium sulfat (FAS) hingga tercapai titik ekuivalen, yang ditandai perubahan warna hijau biru menjadi coklat merah, kemudian dihitung dengan menggunakan rumus:

$$COD = \frac{(A - B) \times N \text{ FAS} \times 1000 \times Me \text{ O}_2 \times P}{V \text{ sampel}}$$

Keterangan :

A = mL titrant blanko

B = mL titrasi sampel

N = Normalitas FAS

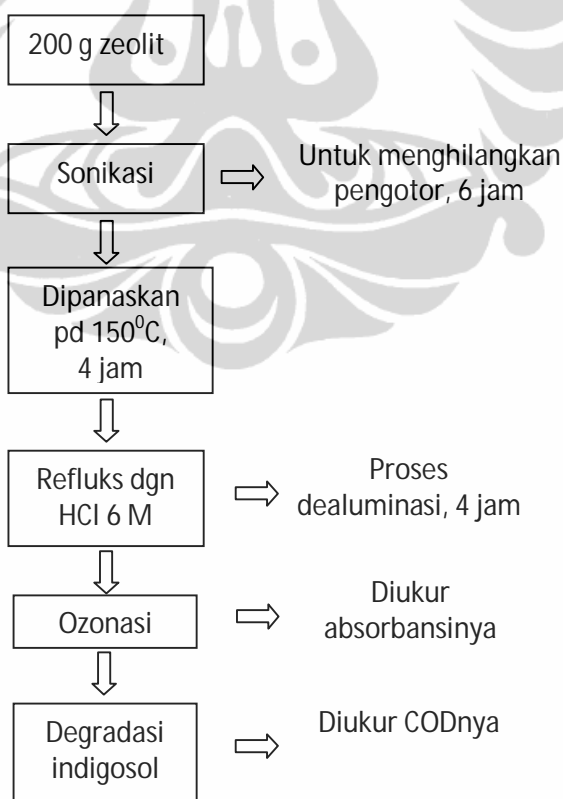
Me = massa ekivalen ( $Me \text{ O}_2 = 8$ )

P = Pengenceran

Untuk menentukan penurunan menggunakan rumus

$$\text{Penurunan COD} = \frac{(COD_{awal} - COD_{sampel}) \times 100\%}{COD_{awal}}$$

### 3.3.2 Bagan kerja oksidasi katalitik zat warna indigosol menggunakan ozon



Gambar 3.1 Bagan kerja degradasi indigosol

## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

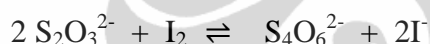
#### 4.1. Penentuan Konsentrasi Ozon

Penentuan konsentrasi ozon pada alat Ozonikator dilakukan dengan titrasi Iodometri tidak langsung ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sebagai titrant) dengan terlebih dahulu menentukan konsentrasi larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dengan data sebagai berikut:

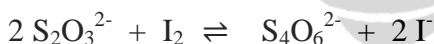
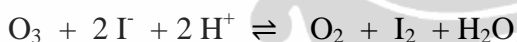
Tabel 4.1 Penentuan Konsentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  melalui titrasi Iodometri

	Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ terpakai (ml)			Volume Rata-rata (ml)	[ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ] (mol/L)
	1	2	3		
10 ml $\text{KIO}_3$ + 5 ml $\text{KI}$ + 3 ml $\text{H}_2\text{SO}_4$	10.95	10.98	10.96	10.9633	0,482 M

Berdasarkan reaksi:



Setelah dilakukan perhitungan (lampiran 1) menurut reaksi tersebut didapatkan konsentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sebesar 0,482 M. Larutan standar  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ini akan dipergunakan untuk menentukan konsentrasi ozon yang dikeluarkan oleh alat ozonikator. Berdasarkan reaksi:



Tabel 4.2. Penentuan Konsentrasi Ozon melalui Iodometri

Sampel	waktu Ozonasi	Konsentrasi Ozon [ $\text{O}_3$ ]	
		mol/L	mol/L per jam
5 ml $\text{KI}$ + 3 ml $\text{H}_2\text{SO}_4$	30 menit	$1,545 \times 10^{-2}$	$3,091 \times 10^{-2}$
5 ml $\text{KI}$ + 3 ml $\text{H}_2\text{SO}_4$	60 menit	$3,142 \times 10^{-2}$	$3,142 \times 10^{-2}$
5 ml $\text{KI}$ + 3 ml $\text{H}_2\text{SO}_4$	90 menit	$5,311 \times 10^{-2}$	$3,541 \times 10^{-2}$

Dari perhitungan yang dilakukan berdasarkan data (lampiran 2) konsentrasi ozon yang dikeluarkan oleh ozonikator selama 1 jam terdapat adanya perbedaan dan menghasilkan standar deviasi ( $s$ ) sebesar 0,04 maka dapat diambil

kesimpulan bahwa aliran ozon yang dihasilkan oleh alat ozonikator stabil dengan konsentrasi rata-rata per jamnya sebesar  $3,28 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$

#### 4.2. Aktivasi Zeolit

Zeolit yang digunakan adalah jenis modernit dengan rumus kimia  $(\text{Ca}, \text{Na}_2, \text{K}_2)\text{Al}_2\text{Si}_{10}\text{O}_{24} \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  yang berbentuk granular dengan diameter rata-rata adalah 3- 5 mm berdasarkan label yang tertera pada kemasan memiliki spesifikasi sebagai berikut:

Tabel 4.3 Komposisi material zeolit (dalam %)

Komponen penyusun zeolit	Jumlah (%)
SiO <sub>2</sub>	61,42
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,63
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,14
MgO	0,64
CaO	1,89
MnO <sub>2</sub>	0,04
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01
Na <sub>2</sub> O	1,57
K <sub>2</sub> O	1,56
TiO <sub>2</sub>	0,09
KTK	1,00 – 1,5 meq/g
LOI	20,82%

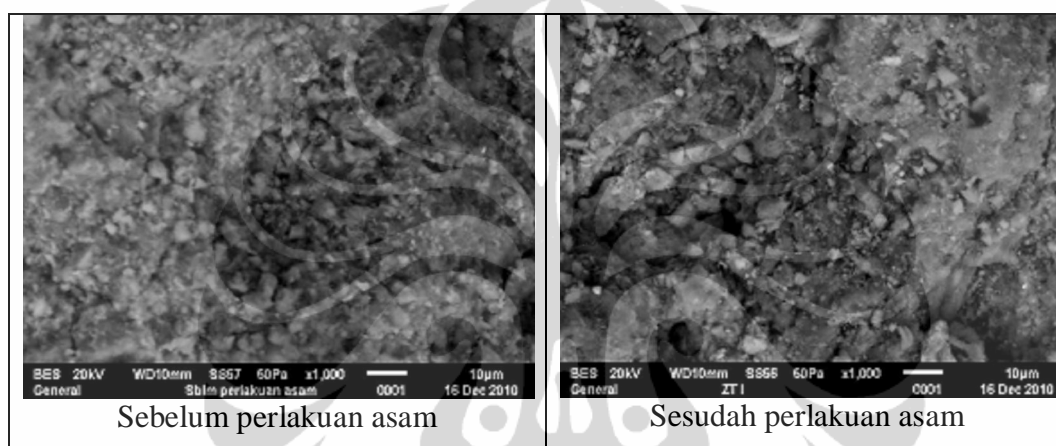
Aktivasi zeolit pada penelitian ini merupakan proses dealuminasi dengan menggunakan HCl 6 N yang dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 250<sup>0</sup> C. Proses dealuminasi oleh HCl akan menyebabkan lepasnya atom-atom Al dalam kerangka zeolit sehingga akan meningkatkan rasio Si/Al. Peningkatan rasio Si/Al menyebabkan kepolaran zeolit berkurang sehingga lebih mudah berinteraksi dengan molekul organik. Dealuminasi juga akan menyebabkan terbentuknya asam bronsted dari sisi aktif zeolit pada gugus silanol (Si-O-H) yang berperan penting pada terbentuknya radikal OH•.

#### 4.2.1 Karakterisasi Zeolit

Analisis mineral zeolit meliputi penentuan jenis mineral penyusun zeolit dengan menggunakan SEM-EDX dan penentuan gugus fungsional dengan menggunakan spektroskopi inframerah.

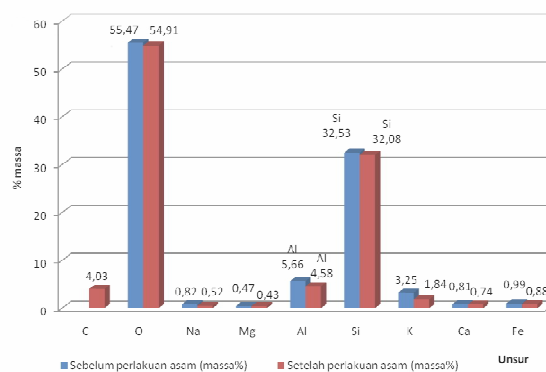
#### 4.2.2 Analisis Jenis Mineral

Karakterisasi zeolit dilakukan dengan menggunakan SEM-EDX untuk melihat perbedaan sebelum perlakuan asam dan sesudah perlakuan asam dengan perbesaran menurut Gambar 4.1



Gambar 4.1 Perbedaan permukaan zeolit berdasarkan SEM

Menurut gambar tersebut terlihat perbedaan permukaan dari zeolit sebelum perlakuan dan setelah perlakuan dengan asam, setelah perlakuan asam tampak permukaan zeolit lebih kasar jika dibandingkan dengan permukaan zeolit sebelum adanya perlakuan dengan asam. Sedangkan hasil scanning menggunakan EDX didapatkan hasil menurut gambar 4.2 yaitu:



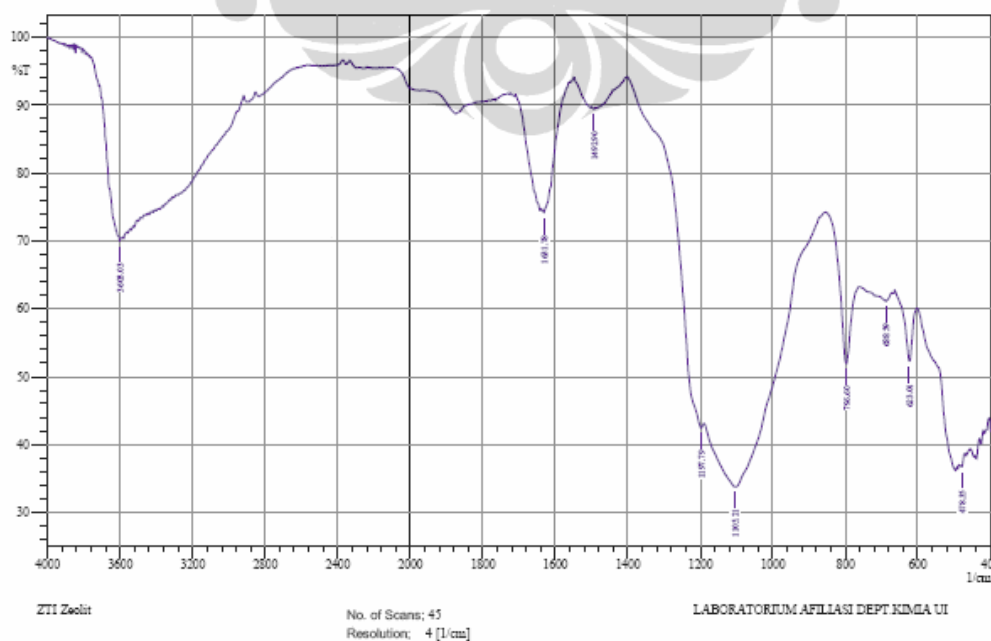
Gambar 4.2. Perbandingan hasil scanning EDX zeolit sebelum dan sesudah perlakuan asam



Rasio perbandingan Si/Al sebelum perlakuan asam menurut data tersebut memiliki harga sebesar 5,74. Rasio Si/Al tersebut memiliki harga yang mirip dengan rasio Si/Al yang dihitung berdasarkan komposisi yang tertera pada label spesifikasi zeolit yang besarnya 5,78. Harga rasio Si/Al pada zeolit jenis mordenit adalah 5 meskipun ada pula yang memiliki harga rasio sebesar 4,56 ataupun 5,82 (Rajec, P., *et.al.*, 1998). Sedangkan setelah perlakuan asam ternyata harga rasio Si/Al menjadi 7,00 berarti mengalami peningkatan rasio Si/Al jika dibandingkan dengan komposisi semula. Hal ini disebabkan oleh dealuminasi akibat perlakuan asam yang terjadi di permukaan zeolit sehingga akan mengakibatkan sifat asam lewis mengalami peningkatan pada sisi aktif permukaan zeolit yang terdapat pada ikatan silanol (ikatan Si-O-H), kekuatan asam lewis inilah yang dilaporkan berperan sebagai inisiator atau promotor dari reaksi rantai radikal yang akan menaikkan dekomposisi ozon dalam air (Valdes, *et.al.*, 2008a).

#### 4.2.3 Analisis Spektroskopi Inframerah terhadap Zeolit

Penentuan struktur ini dilakukan dengan melihat plot spektrum IR yang terdeteksi oleh alat spektrofotometer IR. Spektrum ini menyatakan jumlah radiasi inframerah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi atau bilangan gelombang.



Gambar 4.3. Spektrum Inframerah Zeolit

Analisis spektra inframerah dikelompokkan menjadi 2 bagian, yaitu pada bilangan gelombang 4000-1250  $\text{cm}^{-1}$  dan 1250-350  $\text{cm}^{-1}$  (Tony Suroto, 2004). Hasil pengamatan dengan spektrofotometer inframerah menunjukkan puncak-puncak yang spesifik. Spektrum inframerah zeolit tersaji pada Gambar 4.3.

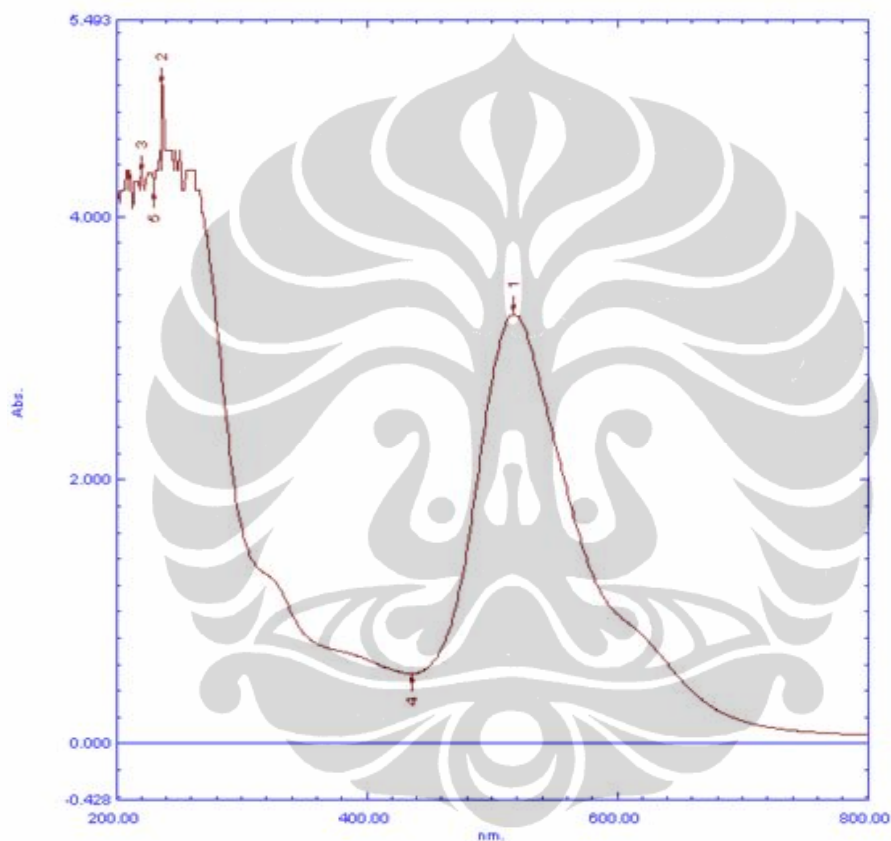
Gambar 4.3 menunjukkan bahwa zeolit alam mempunyai puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3603,03 ; 1631,78 ; 1105,21 ; 478,35  $\text{cm}^{-1}$ . Pada gambar 4.3 puncak 3603,03  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan serapan dari gugus O-H pada zeolit terhidrasi. Hasil yang sama dengan karakter zeolit alam Wonosari dan zeolit alam Ponorogo pada kisaran 3442,7  $\text{cm}^{-1}$  (Heraldly, 2003). Pita serapan pada daerah 3603,03  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur O-H dari molekul air yang teradsorb. Dan serapan pada 1631,78  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk gugus O-H dari molekul  $\text{H}_2\text{O}$  yang teradsorpsi. Hasil yang hampir sama dengan karakter zeolit alam Malang pada kisaran 1637,5  $\text{cm}^{-1}$  (Tony Suroto, 2004). Puncak 1105,21  $\text{cm}^{-1}$  adalah serapan yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetris Si-O atau Al-O pada  $\text{TO}_4$ . Hasil yang hampir sama dengan karakter zeolit alam Malang pada kisaran 1055,0  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak ini dapat dihubungkan dengan adanya gugus silanol (Si-O-H) dalam kerangka zeolit. Puncak 796,60  $\text{cm}^{-1}$  merupakan interpretasi dari serapan ikatan pada unit struktur utama zeolit yang berbentuk simetris, vibrasi tekuk Si-O pada jalinan eksternal (kerangka zeolit). Pada zeolit alam Malang berada pada kisaran 796,5 dan 777,3  $\text{cm}^{-1}$ . Pada zeolit alam Ponorogo pada bilangan 794,6  $\text{cm}^{-1}$ . Serapan vibrasi tekuk T-O berada pada kisaran 420-500  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak 478,65  $\text{cm}^{-1}$  pada Gambar 4.3 menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari ikatan T-O. Puncak ini merupakan interpretasi dari jalinan internal pada kerangka zeolit. Pada zeolit alam Ponorogo menunjukkan serapan pada 447,2  $\text{cm}^{-1}$  dan zeolit alam Wonosari pada 470,6  $\text{cm}^{-1}$  (Heraldly, 2003). Sedangkan pada zeolit alam Malang menunjukkan serapan pada 445,5  $\text{cm}^{-1}$  (Tony Suroto, 2004).

#### **4.3. Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Indigosol**

Berdasarkan data yang rekam oleh alat UV-Vis Spektrofotometer terlihat puncak (peak yang jelas) pada panjang gelombang 520 nm, dengan demikian dapat diambil kesimpulan bahwa panjang gelombang serapan maksimum indigosol violet berada pada 520 nm, sehingga pengukuran selanjutnya dilakukan

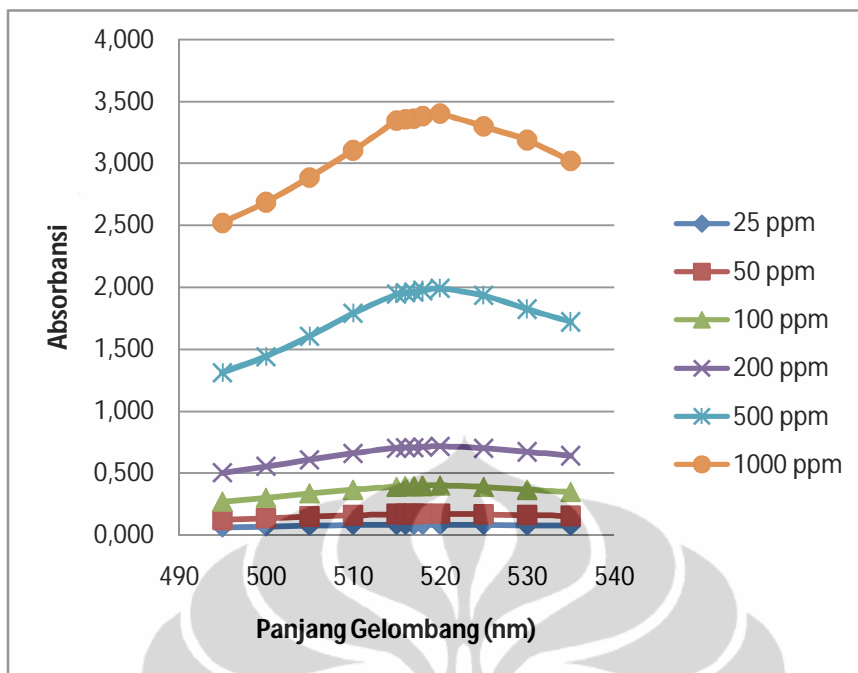
pada panjang gelombang 520 nm untuk menentukan absorbansi zat warna indigosol pada berbagai konsentrasi.

Berdasarkan kurva pengukuran absorbansi indigosol violet menggunakan Thermo Spectronic pada rentang panjang gelombang antara 495 – 535 nm didapatkan hasil yang relevan dengan hasil pengukuran menggunakan UV-Vis Spektrofotometer yaitu panjang gelombang maksimum serapan indigosol violet berada pada 520 nm.



Gambar 4.4. Spektrum UV-Vis larutan indigosol violet

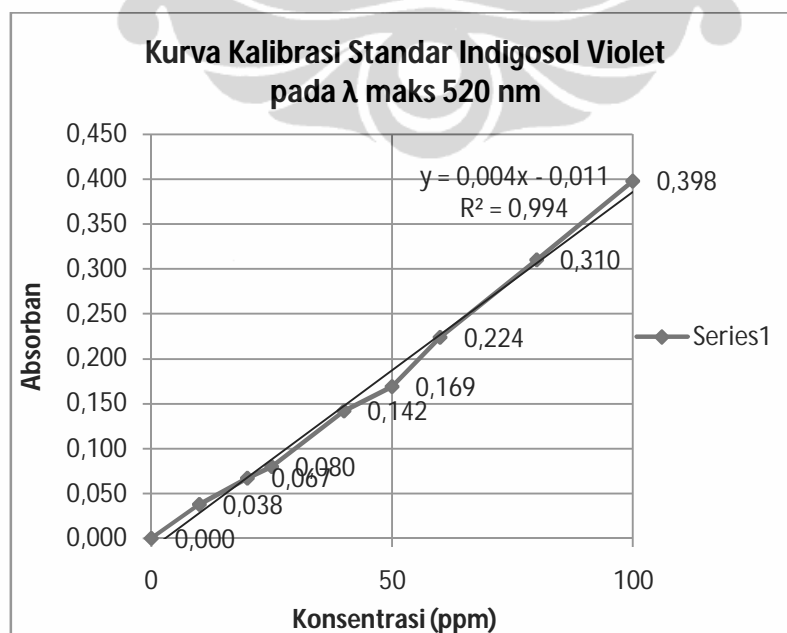
Penentuan menggunakan UV-Vis Spektrofotometer memperkuat data yang didapatkan. Spektrum pada Gambar 4.4 memperlihatkan puncak (peak) yang jelas dari serapan maksimum indigosol tersebut.



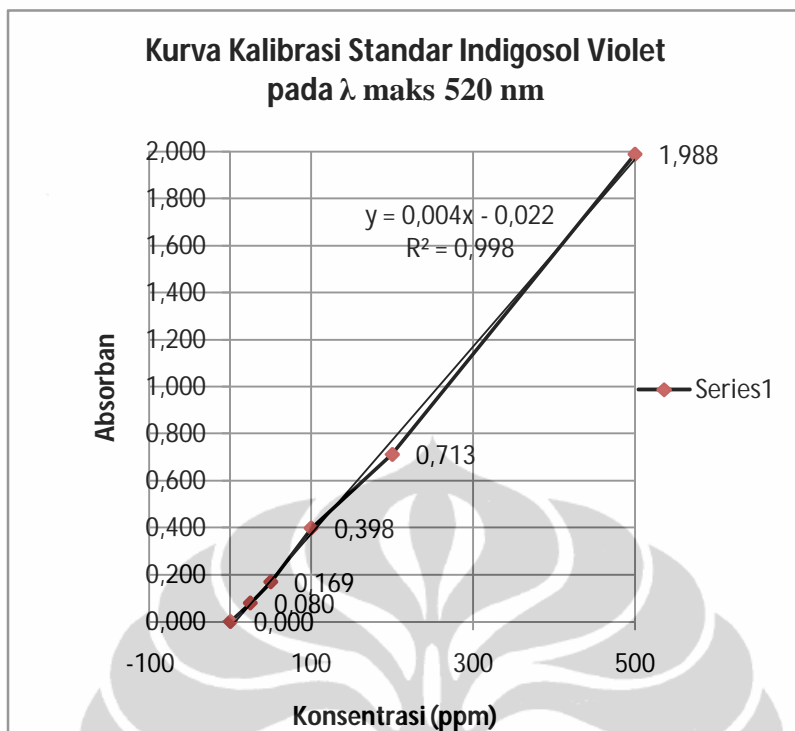
Gambar 4.5. Kurva Absorbansi Indigosol Violet pada berbagai Konsentrasi

#### 4.3.1. Penentuan Kurva Kalibrasi Standar

Penentuan kurva kalibrasi standar bertujuan untuk menentukan hasil pengukuran absorbansi hasil degradasi indigosol melalui reaksi ozonasi menggunakan katalis zeolit, sehingga prosentase hilangnya warna indigosol dapat ditentukan.



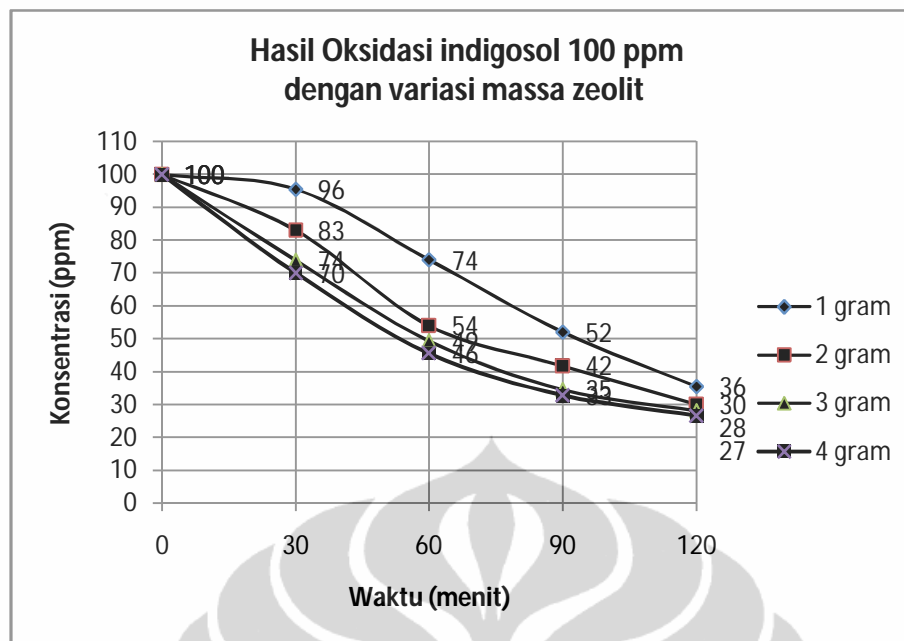
Gambar 4.6. Kurva Kalibrasi Standar Indigosol (0 – 100 ppm)



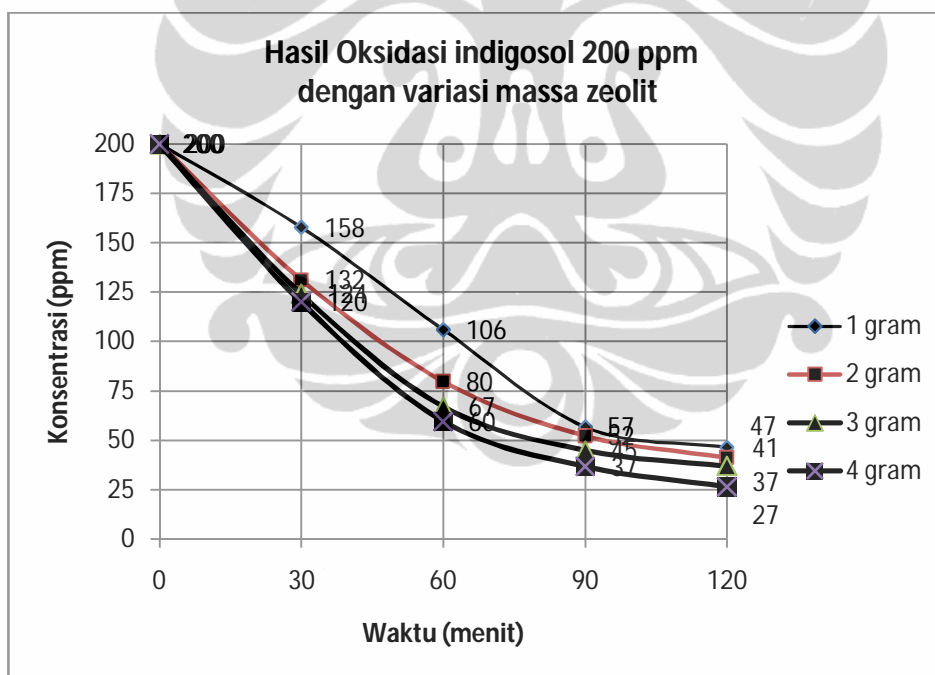
Gambar 4.7. Kurva Kalibrasi Standar Indigosol (0 – 500 ppm)

#### 4.3.2. Degradasi zat warna Indigosol Violet dalam beberapa Variasi Massa Zeolit

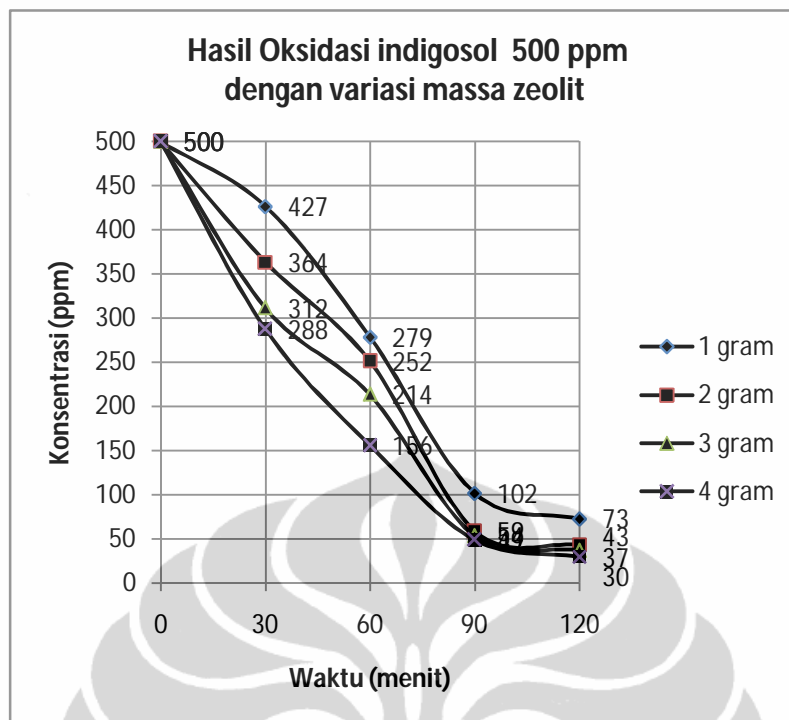
Degradasi zat warna indigosol violet dilakukan dengan membuat variasi zeolit yang bertujuan untuk menentukan massa optimum zeolit yang dipergunakan sebagai katalis dalam proses degradasi zat warna indigosol violet. Variasi massa yang dilakukan adalah 1, 2, 3 dan 4 gram. Dalam variasi ini didapatkan hasil yang optimum adalah variasi yang dilakukan dengan jumlah zeolit sebanyak 4 gram karena menghasilkan degradasi warna yang paling kecil berdasarkan data indigosol 100 ppm terjadi penurunan menjadi 27 ppm, indigosol 200 ppm terjadi penurunan menjadi 27 ppm, indigosol 500 ppm terjadi penurunan menjadi 30 ppm dan indigosol 1000 ppm terjadi penurunan menjadi 44 ppm



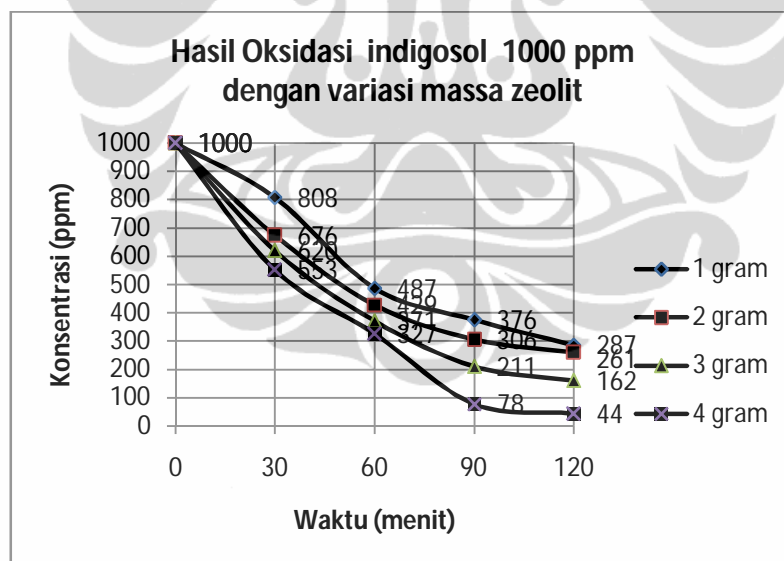
Gambar 4.8. Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 100 ppm dengan variasi massa zeolit



Gambar 4.9. Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 200 ppm dengan variasi massa zeolit



Gambar 4.10. Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 500 ppm dengan variasi massa zeolit



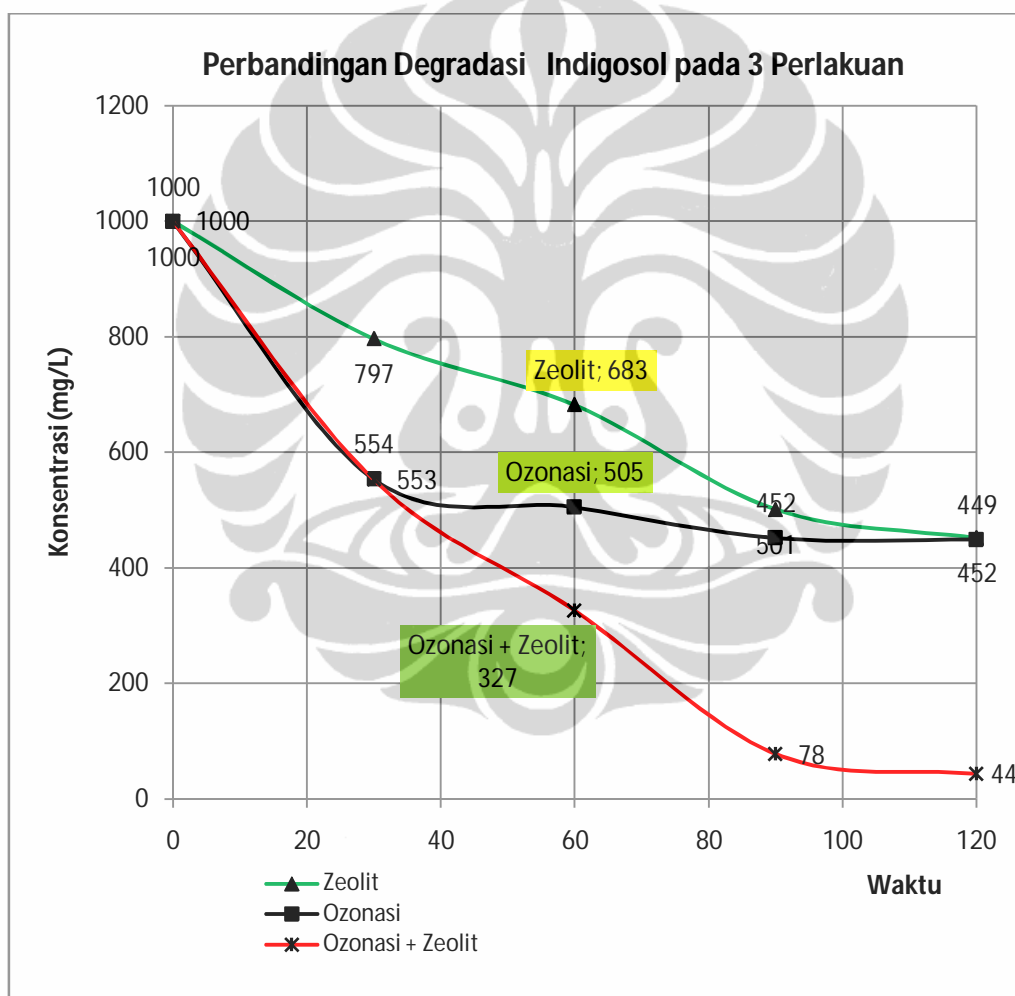
Gambar 4.11. Kurva Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol 1000 ppm dengan variasi massa zeolit

Berdasarkan variasi massa zeolit (1, 2, 3 dan 4 gram) pada degradasi indigosol dengan beberapa variasi konsentrasi didapatkan hasil yang menunjukkan degradasi yang lebih baik pada variasi jumlah zeolit yang ditambahkan sebanyak 4 gram pada proses ozonasi indigosol.

### 4.3.3. Degradasi zat warna Indigosol Violet

Degradasi zat warna Indigosol violet dilakukan dengan menggunakan ozon sebagai pengoksidasinya. Untuk membuktikan adanya pengaruh zeolit sebagai katalis dan membandingkan sifat adsorpsi dari zeolit maka dibuat variasi dalam mendegradasi indigosol untuk melihat pengaruh mana yang lebih berperan dengan membandingkan 3 kondisi yaitu:

1. Indigosol violet 1000 ppm + zeolit 4 gram
2. Indigosol violet 1000 ppm + ozon
3. Indigosol violet 1000 ppm + zeolit 4 gram + ozon



Gambar 4.12. Kurva Absorbansi Indigosol Violet 1000 ppm

Perbedaan terjadinya degradasi zat warna indigosol terlihat pada gambar tersebut bahwa sampel zat warna indigosol yang ditambahkan 4 gram zeolit dan



dilakukan ozonisasi selama 2 jam memiliki hasil degradasi lebih besar dengan hasil sebagai berikut:

1. Untuk Sampel + Ozonasi menghasilkan:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{1000 - 449}{1000} \times 100\%$$

$$\% \text{ Degradasi} = 55,1\%$$

2. Untuk Sampel + Zeolit menghasilkan:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{A_0 - A_t}{A_0} \times 100\%$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{1000 - 452}{1000} \times 100\%$$

$$\% \text{ Degradasi} = 54,8 \%$$

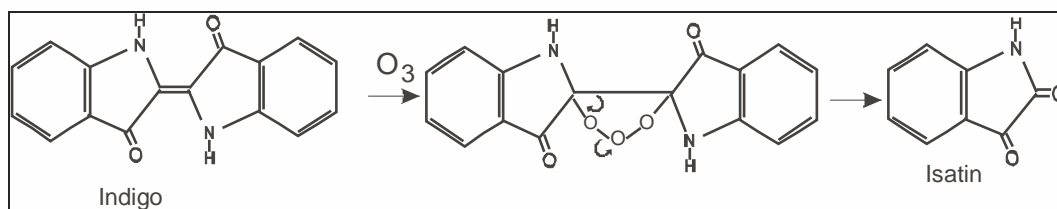
3. Untuk Sampel + Zeolit + Ozonasi menghasilkan:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{A_0 - A_t}{A_0} \times 100\%$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{1000 - 44}{1000} \times 100\%$$

$$\% \text{ Degradasi} = 95,46 \%$$

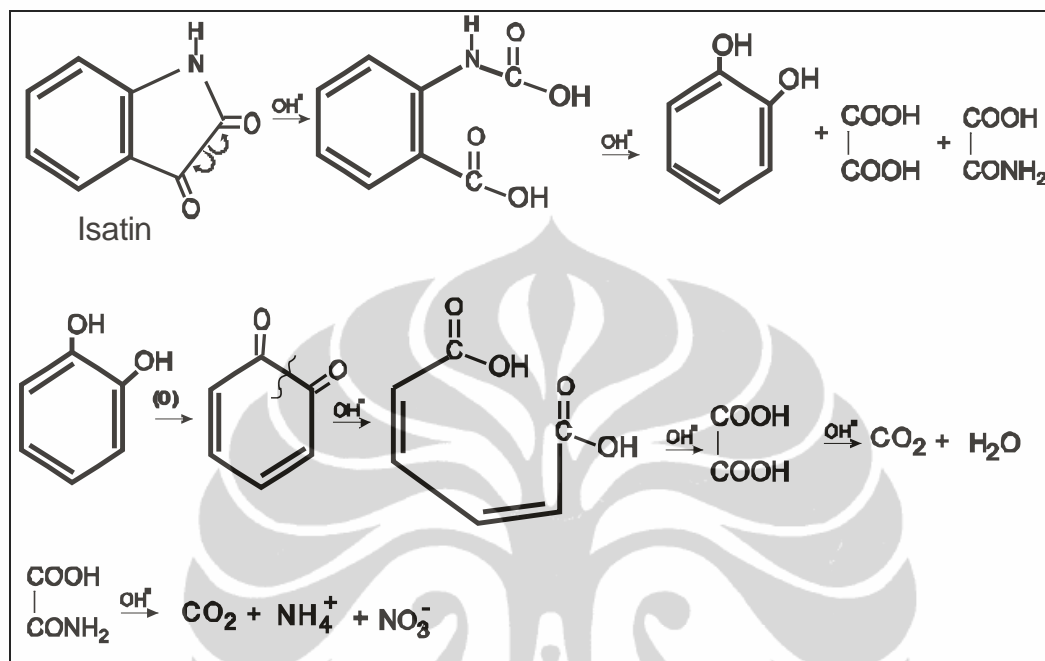
Berdasarkan hasil tersebut menggambarkan peran zeolit sebagai katalis yang menyebabkan peningkatan daya oksidasi ozon terhadap zat warna yang relatif besar dari 55,1% menjadi 95,46% dengan demikian kemampuan oksidasi ozon untuk mendegradasi zat warna mengalami peningkatan sebesar 1,73 kali. Dengan memasukkan harga absorbansi kedalam persamaan linier pada kurva kalibrasi standar  $Y = 0,004x - 0,011$  didapatkan hasil penurunan dari 1000 ppm menjadi 41 ppm selama 2 jam ozonasi.



Gambar 4.13 Reaksi ozonasi indigo langsung (Lenner, R.A, 2003)

Dari kurva pada Gambar 4.12 zeolit lebih berperan sebagai adsorben. Pada awal reaksi ozon dapat mendegradasi zat warna dengan baik tapi kemampuan

oksidasinya terbatas. Sedangkan pada perlakuan ozon + zeolit degradasi yang terjadi disebabkan oleh terbentuknya radikal bebas hidroksil ( $\text{OH}^\bullet$ ), mula-mula oksidasi oleh ozon dilanjutkan lagi oleh radikal  $\text{OH}^\bullet$  sampai terbentuk senyawa stabil yang tidak beracun lagi. Mekanisme reaksi yang diusulkan adalah:



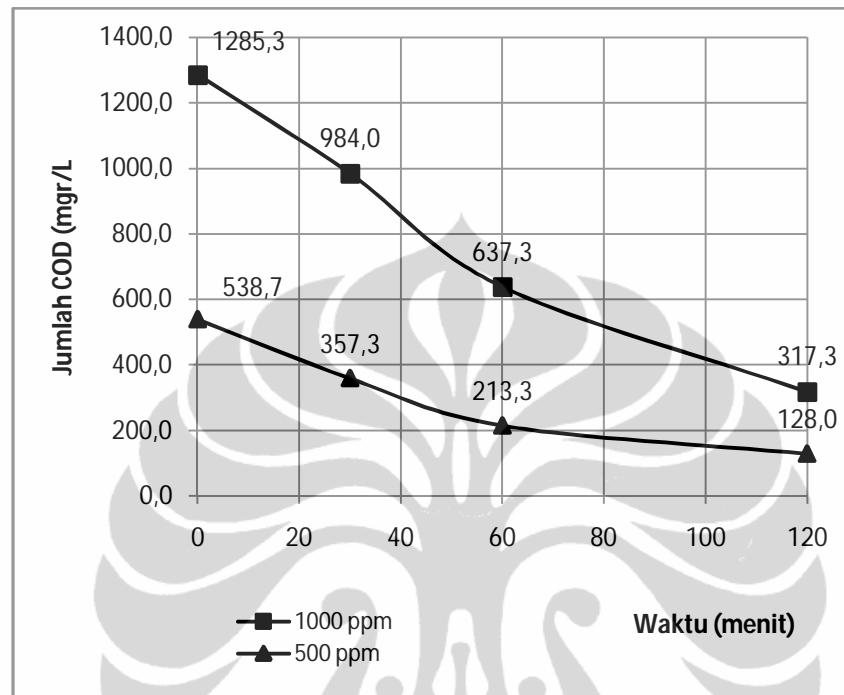
Gambar 4.14 Mekanisme reaksi degradasi indigo (Brillas, E., *et.al.*, 2008).

#### 4.4. Penentuan Chemical Oxygen Demand (COD)

Prinsip penentuan Chemical Oxygen Demand (COD) atau Kebutuhan Oksigen Kimia (KOK) adalah menentukan jumlah  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  yang terpakai untuk mengoksidasi senyawa-senyawa karbon yang terdapat dalam zat warna indigosol violet dengan cara memperhitungkan selisih antara jumlah FAS yang dibutuhkan untuk titrasi larutan blangko dan titrasi larutan sampel, dengan asumsi bahwa jumlah FAS yang dibutuhkan untuk titrasi blangko menunjukkan jumlah  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  mula-mula karena pada larutan blangko diharapkan tidak adanya senyawa organik yang dioksidasi oleh  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . COD juga merupakan parameter yang umum dipakai untuk menentukan tingkat pencemaran bahan organik pada air limbah. COD adalah banyaknya oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi secara kimia bahan organik di dalam air. Uji COD dapat dilakukan lebih cepat dari pada uji BOD, karena waktu yang diperlukan hanya sekitar 2 jam. Dengan mengetahui kadar COD yang proses oksidasinya dilakukan oleh  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  maka akan ada

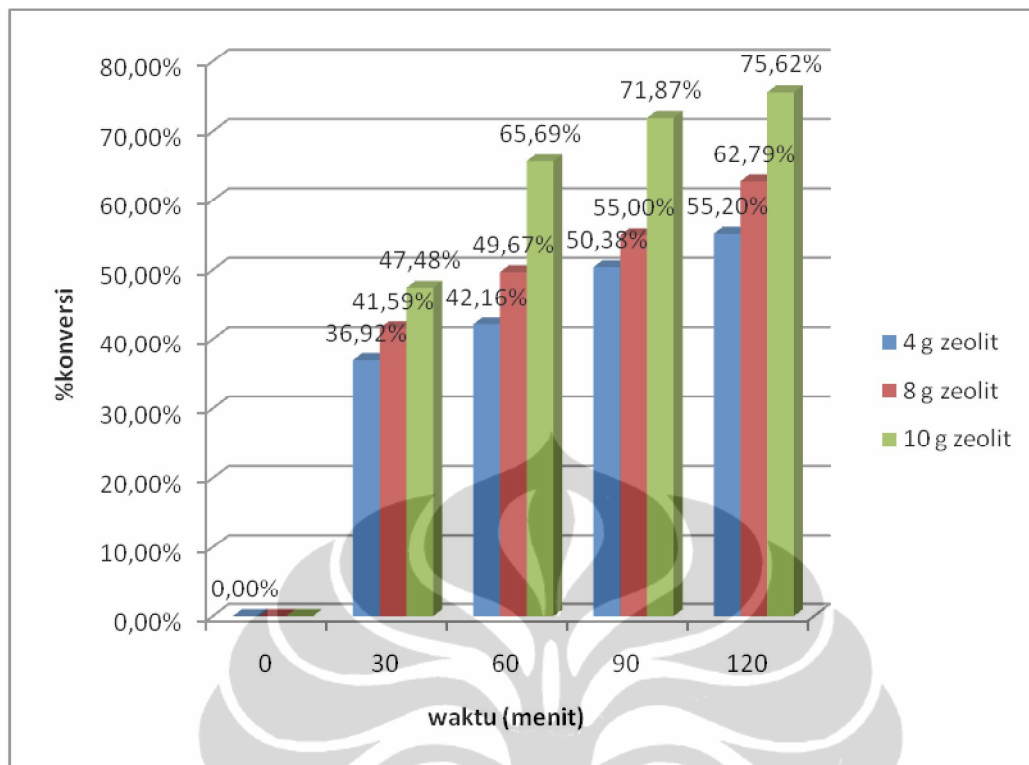
hubungannya dengan oksigen terlarut (DO) yang dibutuhkan untuk mengoksidasi limbah yang terdapat dalam perairan.

Penentuan COD dilakukan untuk mengetahui tingkat oksidasi /degradasi senyawa organik sehingga dapat mencapai hasil reaksi mineralisasi

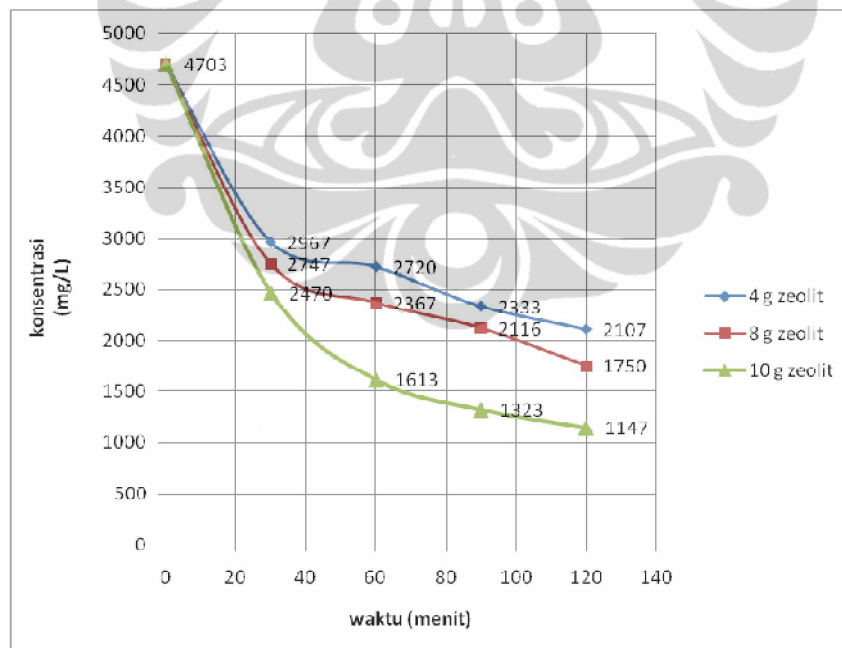


Gambar. 4.15 Kurva Pengukuran COD 500 ppm dan 1000 ppm

Menurut kurva pengukuran COD pada gambar 4.15 kondisi ozonasi dilakukan dengan adanya zeolit sebanyak 4 gram dan volume sampel yang diozonasi adalah 20 mL, setelah 2 jam berlangsungnya proses ozonisasi pada 500 ppm sampel zat warna yang hanya mengandung indigosol saja terjadi penurunan COD yang besarnya adalah 76,24% dan pada 1000 ppm sampel zat warna penurunannya sebesar 75,31%. Selanjutnya pengukuran COD dilakukan pula pada limbah pewarna batik yang tidak diketahui konsentrasinya dan jumlah zeolit yang ditambahkan dalam proses ozonasi dibuat bervariasi (4, 8 dan 10 g) dengan volume limbah 20 mL dan 50 mL. Dari pengukuran COD terhadap limbah pewarna batik setelah proses ozonasi berlangsung diperlihatkan pada Gambar 4.16.



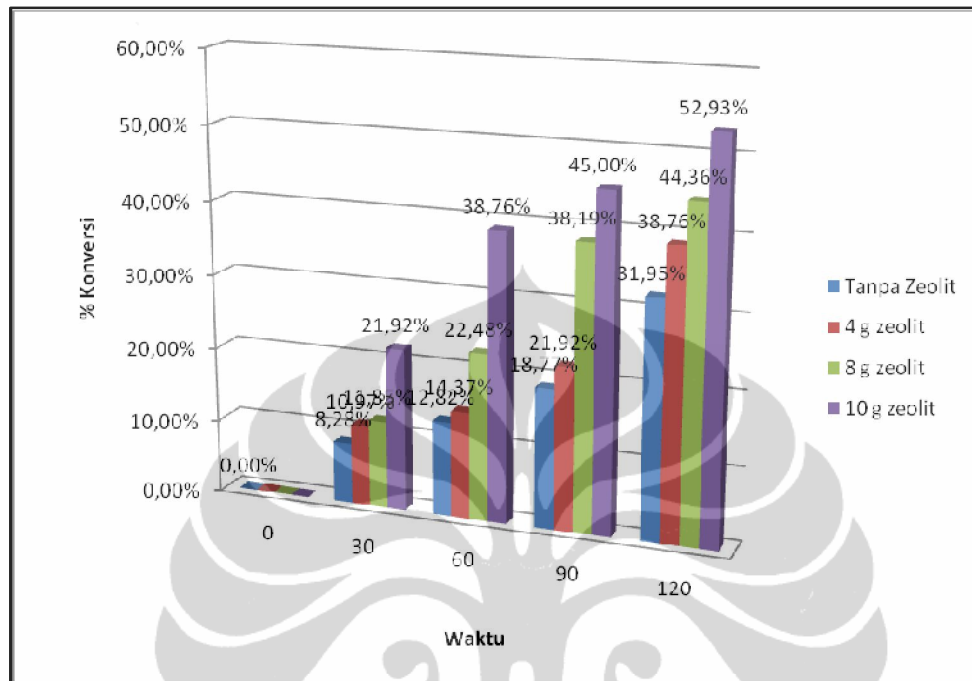
Gambar 4.16. Penurunan COD limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit



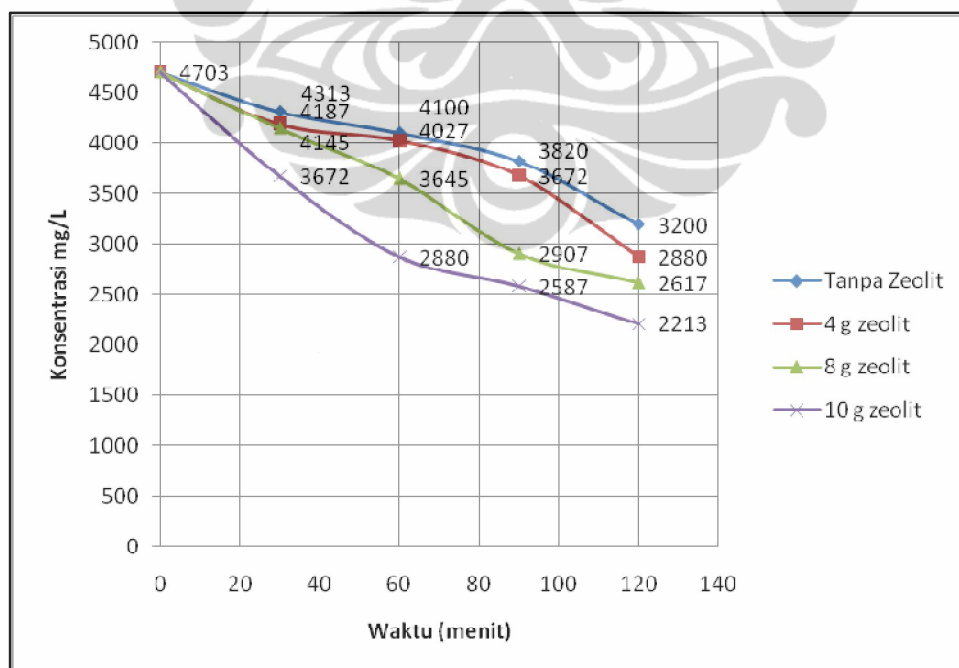
Gambar 4.17 Penurunan COD limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit

Menurut kurva pengukuran COD pada gambar 4.16 dan gambar 4.17 kondisi ozonasi dilakukan dengan adanya zeolit sebanyak 4,8 dan 10 gram dengan volume

sampel yang diozonasi adalah 20 mL, setelah 2 jam berlangsungnya proses ozonisasi pada limbah pewarna batik terlihat bahwa penurunan COD tertinggi terjadi pada variasi massa 10 g zeolit dengan % konversi sebesar 75,62%



Gambar 4.18 Penurunan COD limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit



Gambar 4.19 Penurunan COD limbah pewarna batik pada proses ozonasi dengan variasi massa zeolit

Menurut kurva pengukuran COD pada gambar 4.18 dan gambar 4.19 kondisi ozonasi dilakukan dengan adanya zeolit sebanyak 4,8 dan 10 gram dengan volume sampel yang diozonasi adalah 50 mL, setelah 2 jam berlangsungnya proses ozonisasi pada limbah pewarna batik terlihat bahwa penurunan COD tertinggi terjadi pada variasi massa 10 g zeolit dengan % konversi sebesar 52,93% , dapat disimpulkan bahwa waktu 2 jam meskipun dapat menghilangkan warna dari limbah ternyata kandungan COD-nya masih sangat tinggi yang berarti bahwa diperlukan waktu lebih dari 2 jam untuk mencapai hasil mineralisasi sempurna.



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada penelitian yang telah dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Degradasi zat warna indigosol violet yang dilakukan melalui proses oksidasi oleh ozon selama 2 jam dengan adanya zeolit (4 g) menghasilkan degradasi indigosol violet sebesar 95,6%
2. Degradasi zat warna indigosol violet yang dilakukan melalui proses oksidasi oleh ozon selama 2 jam tanpa adanya zeolit menghasilkan degradasi indigosol violet sebesar 55,1%
3. Terjadi penurunan Chemical Oxygen Demand (COD) setelah perlakuan ozonasi selama 2 jam dengan penambahan 4 gram zeolit pada 20 mL sampel limbah yang hanya mengandung indigosol saja sebesar 75,3%.
4. Terjadi penurunan COD setelah perlakuan ozonasi selama 2 jam dengan penambahan 10 gram zeolit pada 20 mL limbah pewarna batik dengan % konversi sebesar 75,62%
5. Terjadi penurunan COD setelah perlakuan ozonasi selama 2 jam dengan penambahan 10 gram zeolit pada 50 mL limbah pewarna batik dengan % konversi sebesar 52,93%

#### **5.2. Saran**

Untuk meningkatkan hasil degradasi zat warna indigosol dengan metode oksidasi katalitik menggunakan ozon masih perlu melakukan beberapa hal yaitu:

1. Membuat variasi jenis katalis yang dipergunakan untuk mendegradasi zat warna sehingga akan memperoleh hasil yang optimal.
2. Meregenerasi zeolit untuk dapat dipergunakan lagi sebagai katalis dan melihat apakah terdapat perbedaan aktivitas katalitiknya dibandingkan dengan sebelumnya

## DAFTAR PUSTAKA

- Alaerts, G dan Sri Sumestri Santika. 1984. *Metode Penelitian Air*. Surabaya: Usaha Nasional.
- Amelia, Rizki. 2003. Pengaruh Konsentrasi Molekul Pengarah Terhadap Kristalinitas dan Komposisi Mineral Zeolit Pada Modifikasi Zeolit Alam Wonosari. Skripsi. Semarang: UNDIP
- Amirudin,S. Teks. 2001. *Pewarnaan Tekstil*. Bandung: Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Industri tekstil.
- Arnelli, Hermawati, L., dan Ismaryata. 1999. *Kegunaan Zeolit Termodifikasi Sebagai Penyerap Anion. Laporan Penelitian. Semarang: UNDIP*
- Atkins, P. W. 1990. *Kimia Fisik* (penerjemah: Irma I. Kartohadiprojo). Jakarta: Erlangga
- Bambang Poerwadi, dkk. 1998. *Pemanfaatan Zeolit Alam Indonesia Sebagai Adsorben Limbah Cair dan Media Fluiditas dalam Kolom Fluidisasi*. Jurnal MIPA. Malang; Universitas Brawijaya
- Bell, R. G., 2001, What are zeolites? URL: <http://www.bza.org/zeolites.html>.
- Bird, T.1987. *Kimia Fisik untuk Universitas*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Bobonich, F.M., Valter, A.A., Maslyakevich, Ya.V. *Mineral. Zhurn.*90 (1980).
- Breck, Donald W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. John Willey and Sons, Interscience. New
- Brillas, E.,*et.al.*, 2008. Wastewaters by Electrochemical Advanced Oxidation Processes Using a BDD Anode and Electrogenerated H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> with Fe(II) and UVA Light as Catalysts



- Day, Tr., Underwood, AL. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Jilid V. Jakarta : PT.Erlangga
- Ermawati, Yulia. 2003. *Pengaruh Konsentrasi HCl dan NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> Terhadap Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari*. Skripsi. Semarang: UNDIP
- Flanigen, E. M. 1984. *Molecular sieve zeolite technology : the first twenty five years*. Dalam : Ribeiro, F.R. Rodrigues, A. E., Rollman, L. D., Naccache, C. 1984. *Zeolite : Science and Technology*. Union Carbide Corporation. Netherlands : 3-34.
- Fung, P.C. *et al*, *Decolorisation and degradation Kinetics of reactive dye wastewater by UV/ Ultrasonic/ peroxide system*. JSDC Volume 116, May/ June 2000.
- Gates, C. N. 1991, B. C. 1979. *Chemistry and catalytic process*. New York. Mc Graw Hill
- Heaton, Alan, *The Chemical Industry*, Second edition, Blackie Academic and Profesional, Chapman & Hal London, 1994
- Herald, E, Hisyam SW, dan Sulistiyono. 2003. *Characterization and Activation of Natural Zeolite from Ponorogo Indonesian* J. Chem 3 (2)
- “Indigo Dye” Wikipedia, the free encyclopedia, November 24, 2010, [http://en.wikipedia.org/wiki/indigo\\_dye](http://en.wikipedia.org/wiki/indigo_dye) pukul 07.30 wib.
- Indriyati, 2005. *Sintesis Zeolit X dari Kaolin dan Aplikasinya Sebagai Penapis Molekul Sikloalkana*. Karya Utama Sarjana Kimia. Universitas Indonesia
- Ismaryata. 1999. *The Study of Acidic Washing Temperature and Calcination Effects on Modification Process of Natural Zeolite as an Anion Exchanger*. Laporan Penelitian. Semarang: UNDIP

- Kasmadi, I. S. 2002. *Kajian Sifat Adsorpsi Zeolit terhadap Zat Warna Sintesis dan Optimasinya*. Semarang: UNNES.
- Khophar. S. M. 1984. *Kimia Dasar Analitik*. Jakarta : UI Press.
- Korkuna, O., Lebeda, R., Skubiszewska-Zie, J., Vrublevs, T., Gun, V.M., Ryzkowski, J. (2004). Structural and physicochemical properties of natural zeolites: clinoptilolite and mordenite. *Microporous and Mesoporous Materials* 87 (2006) 243–254. Received 31 March 2004
- Langlais, B., Reckhow, D.A., and Brink, D.R. (1991). Practical application of ozone: Principle and case study. In “*Ozone in Water Treatment*,” Lewis Publishers.Chelsea, Mich.
- Las, Thamzil. 2004. Potensi Zeolit untuk Mengolah Limbah Industri dan Radioaktif dalam [http:// www.batan.go.id/p2pip/artikel/zeolit.html](http://www.batan.go.id/p2pip/artikel/zeolit.html) (diakses 28 Juli 2010)
- Lenner, R.A., 2003. Ozone in Biology. Departement of Chemistry. The Scripps Research Institute, La Jolla, CA 92037
- Martin A, Andi. 2000. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Cu-Zeolit. Skripsi. Semarang: UNDIP
- Menezes, E.,et al. Developments in wastewater treatment methods, Textile Finishing, Volume 9, September (2003).
- Prado, J.; Chamarro, E. And Esplugas, S. (1992) “Wastewater treatment with ozone and UV radiation”, *Tecnología del agua*, 93, 26-32.
- Rahmah, Luthfia. 2007. *Studi Pendahuluan Aplikasi Elektrokimia untuk Meningkatkan Adsorpsi Karbon Aktif pada Pewarna Biru Indigo*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
- Rajec, P., Macasek, F., Feder,M. Misaelides,P., Samajova, E. 1998. Sorption of caesium and strontium on clinoptilolite-and mordenite-containing

sedimentary rocks. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Vol. 229, Nos 1- 2 (1998) 49 - 55*

Sariman (1998), *Persiapan, Pengolahan dan Penggunaan Zeolit Alam Berdasarkan Sifat yang Dimilikinya, Makalah Teknik. No.1 Th 7. hal 10-18.*

Schmidt, W. (n.d). *Properties, Preparation and Application of Zeolites*. Diakses 17 Desember 2010, jam 07.25 WIB dari [http://www.mpi-muelheim.mpg.de/kofo/institut/arbeitsbereiche/schmidt/zeolites\\_e.htm](http://www.mpi-muelheim.mpg.de/kofo/institut/arbeitsbereiche/schmidt/zeolites_e.htm)

Setyowati, Penny. 2002. *Zeolit Sebagai Bahan Pengisi Pada Kompon Karet Ditinjau Dari Sifat Fisika Vulkanisatnya* dalam Majalah Barang Kulit, Karet dan Plastik, Vol. VIII No.2, Tahun 2002. Yogyakarta

Srihapsari, Dwita. 2005. *Penggunaan Zeolit Alam Yang Telah Diaktivasi dengan Larutan HCl untuk Menjerap Logam-logam Penyebab Kesadahan Air. Skripsi*. Semarang: UNNES

Sumar Hendayana. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang; IKIP Semarang Press

Susanto, Sewan S.K. (1980a): *Contoh Warna Indigosol: Perpaduan Pewarnaan Indigosol untuk Warna Khusus 1200 Contoh Warna*, Yogyakarta, Balai Penelitian Batik dan Kerajinan (BPBK). Badan Penelitian dan Pengembangan Industri, Departemen Industri.

Tony Suroto. 2004. *Kajian Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida Terhadap Distribusi Ukuran Pori zeolit Alam dan Uji Kemampuan Sebagai Adsorben Untuk Kemurnian Minyak Daun Cengkeh*. Skripsi. Yogyakarta; Universitas Gajah Mada

Tran Kim Hoa, et.al. 2003 *The Treatment of dyeing industrial wastewater by combined coagulation-catalytic oxidation technique*. Hanoi, Vietnam

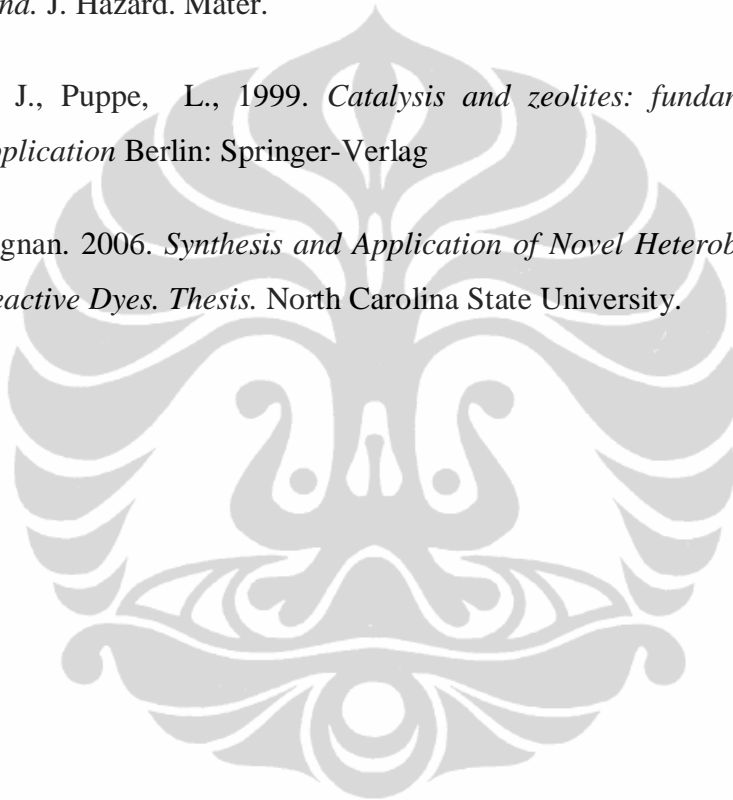
U.von Gunten (2003): *Ozonation of drinking water*. Part I. Oxidation kinetics and product formation, *Water Res.*, in press.

Valdés H. *et al.*, 2008. *Heterogeneous Catalytic Ozonation of Methylene Blue using Natural Zeolite*. Catholic University of Concepción, Chile

Valdés H., Farfán V. J., Manoli J. A. & Zaror C. A. (2008a). *Catalytic ozone aqueous decomposition promoted by natural zeolite and volcanic sand*. *J. Hazard. Mater.*

Weitkamp, J., Puppe, L., 1999. *Catalysis and zeolites: fundamental and application* Berlin: Springer-Verlag

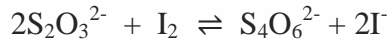
Zhao, Mengnan. 2006. *Synthesis and Application of Novel Heterobifunctional Reactive Dyes*. *Thesis*. North Carolina State University.





**Lampiran 1. Perhitungan menentukan konsentrasi larutan standar Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> melalui titrasi Iodometri**

Berdasarkan reaksi:



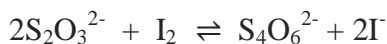
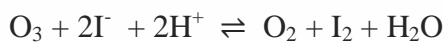
Larutan KIO<sub>3</sub> 0,08805 M dengan volume 100 mL, dari larutan tersebut diambil 10 mL kemudian direaksikan dengan 5 mL KI dan 3 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4 M akan menghasilkan I<sub>2</sub> sebanyak 3 x 0,8805 mmol = 2,642 mmol, I<sub>2</sub> yang dihasilkan dititrasi oleh S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> dengan jumlah volume rata-rata 10,963 mL sehingga konsentrasi S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> dapat ditentukan yaitu:

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi S}_2\text{O}_3^{2-} &= \frac{\text{mmol S}_2\text{O}_3^{2-} \text{ yg bereaksi dengan I}_2}{\text{volume rata-rata S}_2\text{O}_3^{2-} \text{ terpakai}} \\ &= \frac{5,283 \text{ mmol}}{10,963 \text{ mL}} \\ &= 0,482 \text{ M} \end{aligned}$$

**Lampiran 2. Data penentuan konsentrasi ozon melalui titrasi Iodometri**

Sampel	waktu Ozonasi	Volume Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> terpakai (ml)			Volume rata-rata
		1	2	3	
5 ml KI + 3 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30 menit	0.52	0.51	0.51	0,513
5 ml KI + 3 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	60 menit	1.06	1.02	1.05	1,043
5 ml KI + 3 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	90 menit	1.78	1.76	1.75	1,763

Berdasarkan reaksi:



Maka pada t = 30 menit konsentrasi ozon yang dihasilkan adalah:

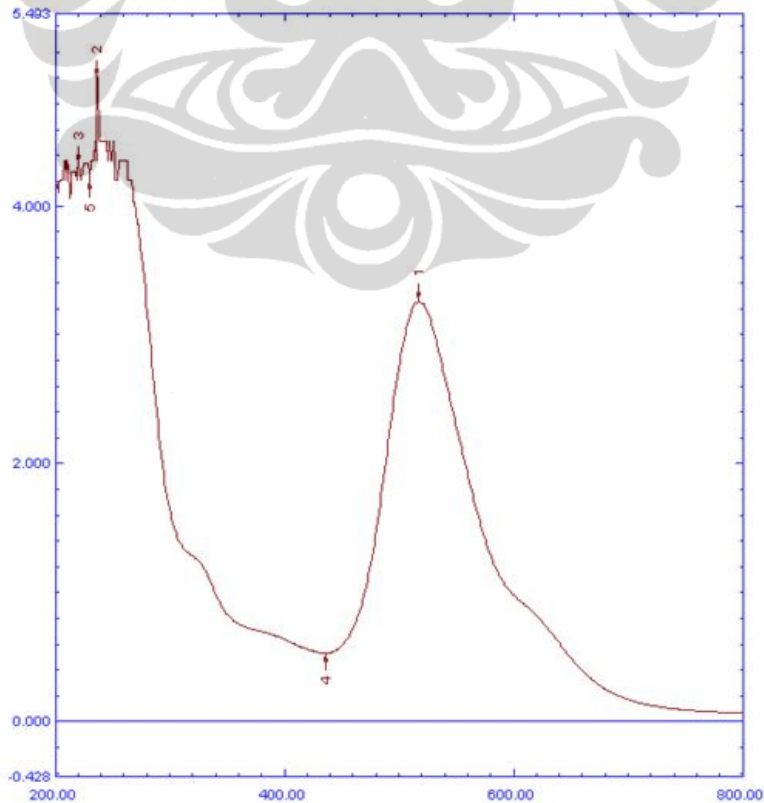
$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi Ozon} &= \frac{\frac{1}{2} \text{ volume rata-rata S}_2\text{O}_3^{2-} \text{ terpakai} \times \text{ konsentrasi S}_2\text{O}_3^{2-}}{\text{volume sampel}} \\ &= \frac{\frac{1}{2} \times 0,513 \text{ mL} \times 0,482 \text{ mol/L}}{8 \text{ mL}} \\ &= 1,545 \times 10^{-2} \text{ mol/L} \end{aligned}$$

dengan cara yang sama didapatkan hasil pada ozonasi selama 60 menit dan 90 menit berturut turut adalah: 3,142 x 10<sup>-2</sup> mol/L dan 5,311 x 10<sup>-2</sup> mol/L

**Lampiran 3. Data Penentuan  $\lambda$  maksimum Indigosol Violet**

Penentuan Absorbansi Indigosol Violet pada $\lambda$ maksimum						
(nm)	25 ppm	50 ppm	100 ppm	200 ppm	500 ppm	1000 ppm
	A	A	A	A	A	A
495	0,061	0,120	0,268	0,501	1,309	2,520
500	0,068	0,133	0,300	0,552	1,438	2,687
505	0,073	0,146	0,333	0,606	1,602	2,886
510	0,079	0,158	0,364	0,658	1,788	3,104
515	0,080	0,167	0,389	0,700	1,941	3,342
516	0,080	0,167	0,392	0,702	1,951	3,352
517	0,080	0,168	0,394	0,704	1,956	3,358
518	0,080	0,169	0,395	0,708	1,970	3,380
520	0,080	0,169	0,398	0,713	1,988	3,399
525	0,079	0,166	0,386	0,699	1,933	3,298
530	0,076	0,160	0,364	0,669	1,821	3,186
535	0,073	0,153	0,346	0,638	1,718	3,018

**Lampiran 4. Kurva Hasil Penentuan  $\lambda$  maksimum dengan Spektrofotometer UV-Vis**



**Lampiran 5. Data Variasi Massa zeolit untuk menentukan massa optimum**

Waktu (menit)	Absorbansi Indigosol 100 ppm dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	0,398	0,398	0,398	0,398
30	0,360	0,310	0,273	0,258
60	0,274	0,194	0,175	0,160
90	0,186	0,145	0,116	0,109
120	0,120	0,098	0,090	0,084

Waktu (menit)	Absorbansi Indigosol 200 ppm dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	0,713	0,713	0,713	0,713
30	0,610	0,504	0,475	0,458
60	0,402	0,297	0,246	0,216
90	0,205	0,187	0,158	0,125
120	0,164	0,143	0,126	0,084

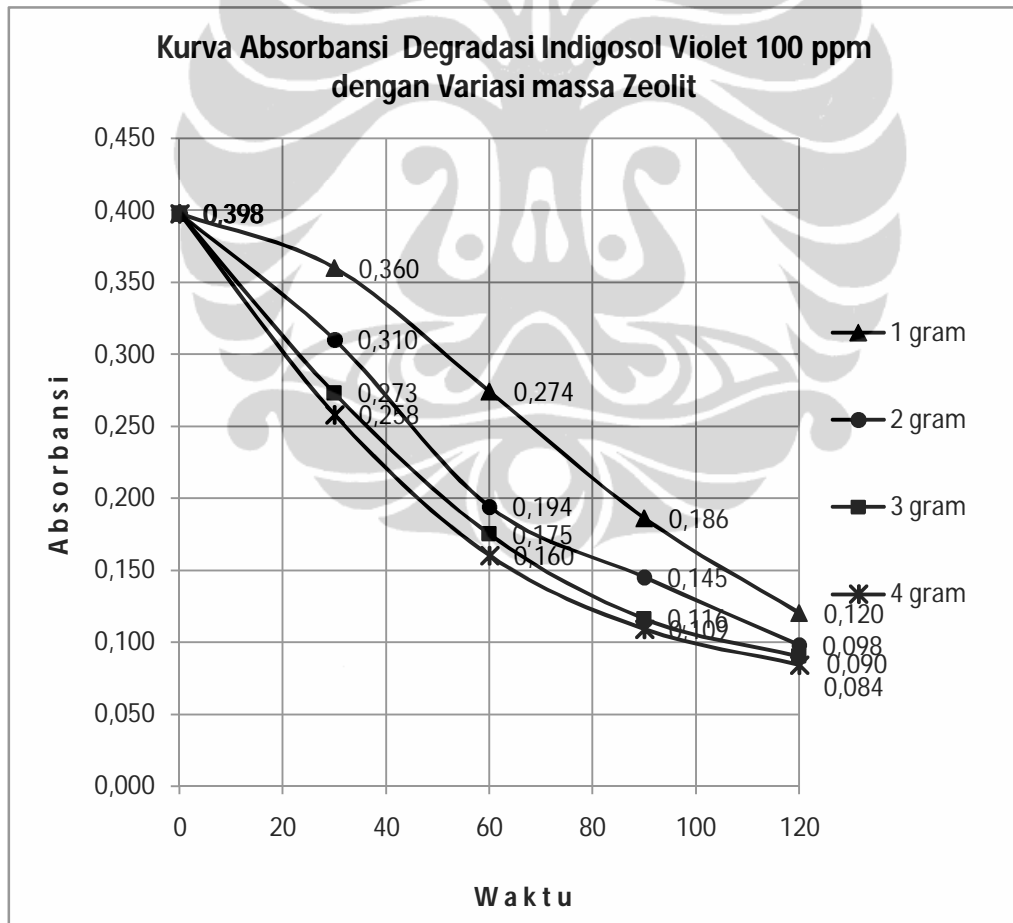
waktu (menit)	Absorbansi Indigosol 500 ppm dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	1,988	1,988	1,988	1,988
30	1,684	1,432	1,224	1,129
60	1,092	0,984	0,832	0,602
90	0,384	0,213	0,192	0,174
120	0,268	0,148	0,126	0,098



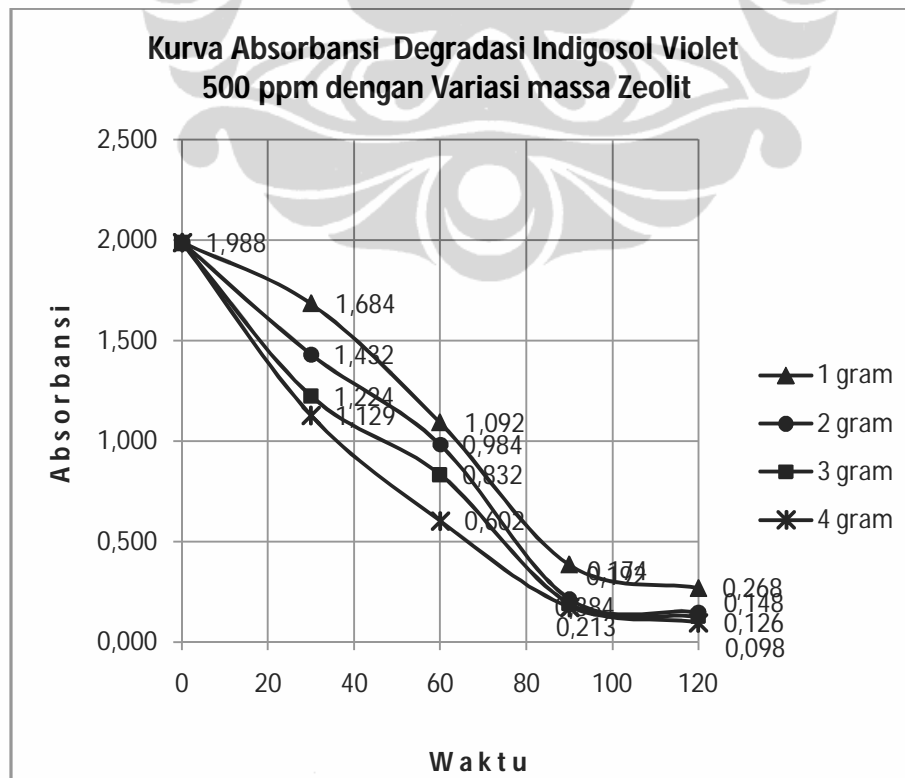
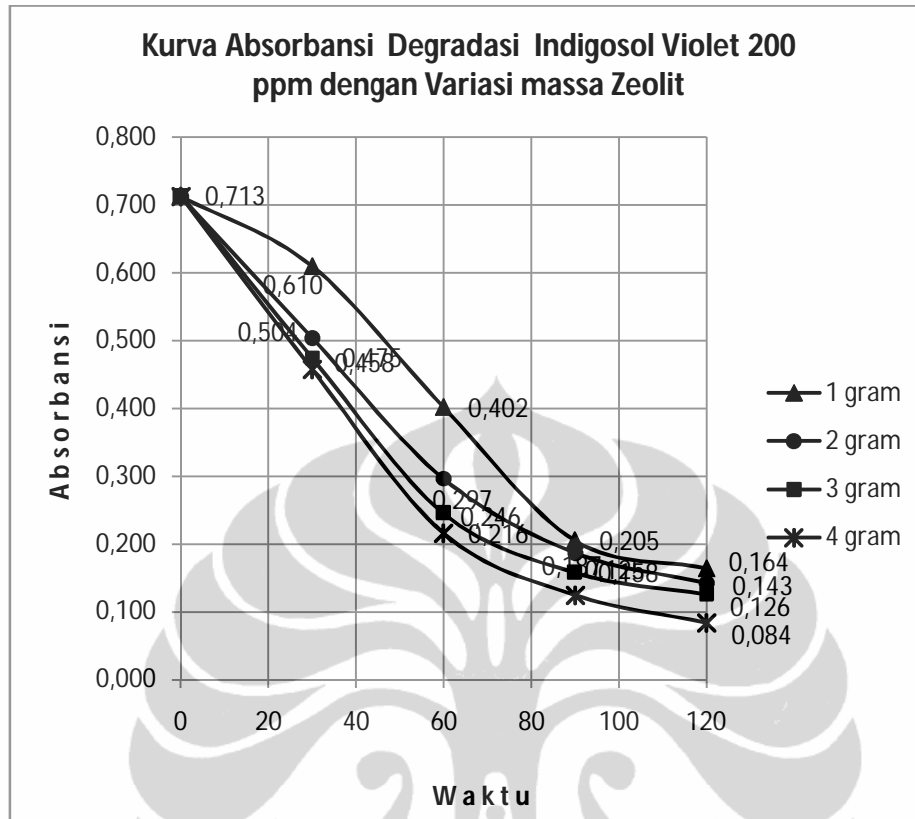
(Lanjutan)

waktu (menit)	Absorbansi Indigosol 1000 ppm dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	3,399	3,399	3,399	3,399
30	3,210	2,680	2,459	2,190
60	1,925	1,694	1,462	1,284
90	1,482	1,203	0,821	0,290
120	1,124	1,021	0,624	0,153

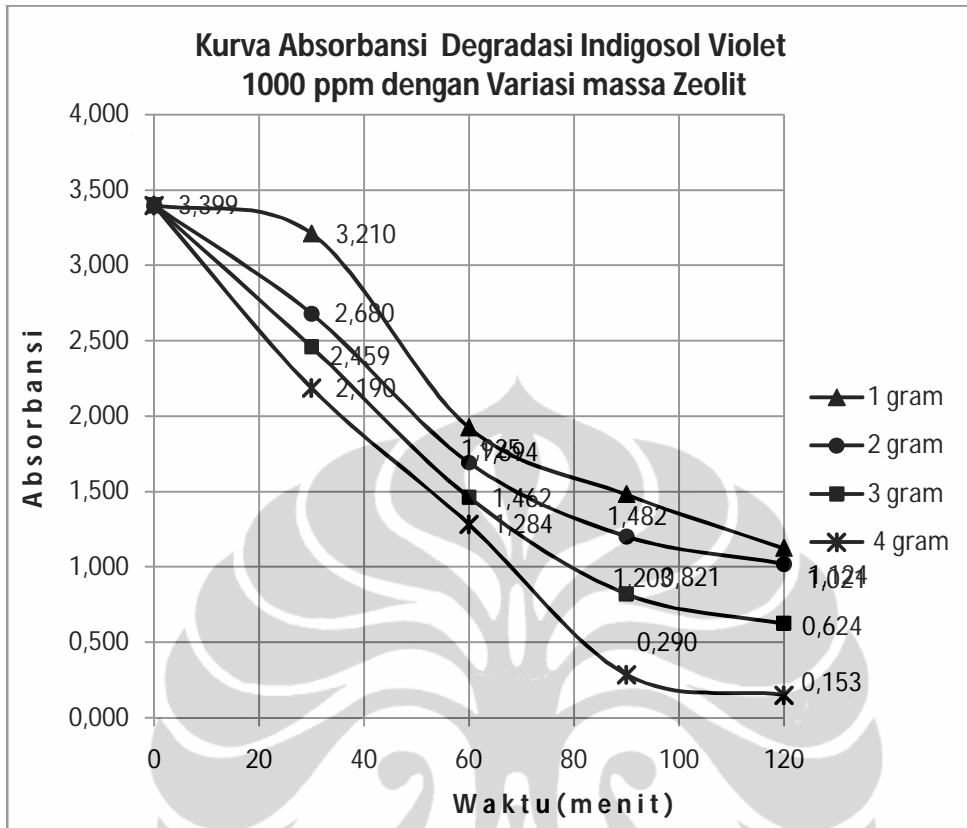
Lampiran 6. Kurva Absorbansi Degradasi Indigosol Violet 100, 200, 500 dan 1000 ppm



(Lanjutan)



(Lanjutan)



Lampiran 7. Data Pengaruh Ozonasi terhadap konsentrasi indigosol dengan variasi massa zeolit

Waktu (menit)	Konsentrasi Indigosol 100 (ppm) dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	100	100	100	100
30	96	83	74	70
60	74	54	49	46
90	52	42	35	33
120	36	30	28	27

Waktu (menit)	Konsentrasi Indigosol 200 (ppm) dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	200	200	200	200
30	158	132	124	120
60	106	80	67	60
90	57	52	45	37
120	47	41	37	27

(Lanjutan)

waktu (menit)	Konsentrasi Indigosol 500 (ppm) dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	500	500	500	500
30	427	364	312	288
60	279	252	214	156
90	102	59	54	49
120	73	43	37	30

waktu (menit)	Konsentrasi Indigosol 500 (ppm) dengan variasi zeolit			
	1 gr	2 gr	3 gr	4 gr
0	855	855	855	855
30	808	676	620	553
60	487	429	371	327
90	376	306	211	78
120	287	261	162	44

**Lampiran 8. Data Pengaruh Zeolit terhadap Ozonasi Indigosol**

Waktu (menit)	Absorbansi Indigosol 1000 ppm		
	S+O	S+Z	S+O+Z
0	3,399	3,399	3,399
30	2,194	3,165	2,190
60	2,000	2,709	1,284
90	1,786	1,983	0,290
120	1,775	1,786	0,153

**Lampiran 9. Data Penurunan COD Indigosol 500 ppm dan 1000 ppm**

Penurunan COD Rata-rata				
Konsentrasi Zat warna (ppm)	Rata-rata COD awal	Waktu (menit)	Rata-rata COD sampel	% Penurunan
500	538,667	30	357,333	33,66%
	538,667	60	213,333	60,40%
	538,667	120	128,000	76,24%
1000	1285,333	30	984,000	23,44%
	1285,333	60	637,333	50,41%
	1285,333	120	317,333	75,31%

### Lampiran 10. Data penentuan penurunan COD pewarna indigosol

PENENTUAN COD									
Konsentrasi Zat warna (ppm)	No. Sampel	Waktu (menit)	Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
			Blanko	Sampel					
500 ppm	1	0	25,70	22,10	0,02	8	1	1000	576,000
	2	0	25,60	22,40	0,02	8	1	1000	512,000
	3	0	25,50	22,20	0,02	8	1	1000	528,000
	Rata-rata	0	25,60	22,23	0,02	8	1	1000	538,667
1000 ppm	1	0	25,80	17,85	0,02	8	1	1000	1272,000
	2	0	25,90	17,75	0,02	8	1	1000	1304,000
	3	0	25,70	17,70	0,02	8	1	1000	1280,000
	Rata-rata	0	25,80	17,77	0,02	8	1	1000	1285,333
500 ppm	1	30	25,70	23,40	0,02	8	1	1000	368,000
	2	30	25,65	23,35	0,02	8	1	1000	368,000
	3	30	25,60	23,50	0,02	8	1	1000	336,000
	Rata-rata	30	25,65	23,42	0,02	8	1	1000	357,333
1000 ppm	1	30	25,60	19,45	0,02	8	1	1000	984,000
	2	30	25,70	19,50	0,02	8	1	1000	992,000
	3	30	25,60	19,50	0,02	8	1	1000	976,000
	Rata-rata	30	25,63	19,48	0,02	8	1	1000	984,000
500 ppm	1	60	25,75	24,20	0,02	8	1	1000	248,000
	2	60	25,70	24,35	0,02	8	1	1000	216,000
	3	60	25,50	24,40	0,02	8	1	1000	176,000
	Rata-rata	60	25,65	24,32	0,02	8	1	1000	213,333
1000 ppm	1	60	25,60	21,45	0,02	8	1	1000	664,000
	2	60	25,60	21,50	0,02	8	1	1000	656,000
	3	60	25,50	21,80	0,02	8	1	1000	592,000
	Rata-rata	60	25,57	21,58	0,02	8	1	1000	637,333
500 ppm	1	120	25,50	24,70	0,02	8	1	1000	128,000
	2	120	25,50	24,80	0,02	8	1	1000	112,000
	3	120	25,80	24,90	0,02	8	1	1000	144,000
	Rata-rata	120	25,60	24,80	0,02	8	1	1000	128,000
1000 ppm	1	120	25,80	23,65	0,02	8	1	1000	344,000
	2	120	25,60	23,70	0,02	8	1	1000	304,000
	3	120	25,50	23,60	0,02	8	1	1000	304,000
	Rata-rata	120	25,63	23,65	0,02	8	1	1000	317,333

**Lampiran 11. Data penentuan penurunan COD limbah pewarna batik**

PENENTUAN COD LIMBAH PEWARNA BATIK DENGAN OZON TANPA KATALIS								
Ozon tanpa katalis		Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
No. sampel	Waktu (menit)	Blanko	Sampel					
1	0	25,60	1,76	0,025	8	1	1000	4768,00
2	0	25,40	2,20	0,025	8	1	1000	4640,00
3	0	25,80	2,30	0,025	8	1	1000	4700,00
Rata-rata	0	25,60	2,09	0,025	8	1	1000	4702,67
1	30	25,60	3,90	0,025	8	1	1000	4340,00
2	30	25,40	4,10	0,025	8	1	1000	4260,00
3	30	25,80	4,10	0,025	8	1	1000	4340,00
Rata-rata	30	25,60	4,03	0,025	8	1	1000	4313,33
1	60	25,60	4,90	0,025	8	1	1000	4140,00
2	60	25,40	5,20	0,025	8	1	1000	4040,00
3	60	25,80	5,20	0,025	8	1	1000	4120,00
Rata-rata	60	25,60	5,10	0,025	8	1	1000	4100,00
1	90	25,60	6,80	0,025	8	1	1000	3760,00
2	90	25,40	6,30	0,025	8	1	1000	3820,00
3	90	25,80	6,40	0,025	8	1	1000	3880,00
Rata-rata	90	25,60	6,50	0,025	8	1	1000	3820,00
1	120	25,60	9,80	0,025	8	1	1000	3160,00
2	120	25,40	9,40	0,025	8	1	1000	3200,00
3	120	25,80	9,60	0,025	8	1	1000	3240,00
Rata-rata	120	25,60	9,60	0,025	8	1	1000	3200,00

PENENTUAN COD LIMBAH PEWARNA BATIK DENGAN OZON DENGAN 4 g KATALIS								
Ozon tanpa katalis		Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
No. sampel	Waktu (menit)	Blanko	Sampel					
1	0	25,60	1,76	0,025	8	1	1000	4768,00
2	0	25,40	2,20	0,025	8	1	1000	4640,00
3	0	25,80	2,30	0,025	8	1	1000	4700,00
Rata-rata	0	25,60	2,09	0,025	8	1	1000	4702,67
1	30	25,60	4,60	0,025	8	1	1000	4200,00
2	30	25,40	4,60	0,025	8	1	1000	4160,00
3	30	25,80	4,80	0,025	8	1	1000	4200,00
Rata-rata	30	25,60	4,67	0,025	8	1	1000	4186,67
1	60	25,60	5,40	0,025	8	1	1000	4040,00
2	60	25,40	5,70	0,025	8	1	1000	3940,00
3	60	25,80	5,30	0,025	8	1	1000	4100,00
Rata-rata	60	25,60	5,47	0,025	8	1	1000	4026,67
1	90	25,60	7,50	0,025	8	1	1000	3620,00
2	90	25,40	7,42	0,025	8	1	1000	3596,00
3	90	25,80	6,80	0,025	8	1	1000	3800,00
Rata-rata	90	25,60	7,24	0,025	8	1	1000	3672,00
1	120	25,60	10,80	0,025	8	1	1000	2960,00
2	120	25,40	11,20	0,025	8	1	1000	2840,00
3	120	25,80	11,60	0,025	8	1	1000	2840,00
Rata-rata	120	25,60	11,20	0,025	8	1	1000	2880,00

(Lanjutan)

PENENTUAN COD LIMBAH PEWARNA BATIK DENGAN OZON DENGAN 8 g KATALIS								
Ozon tanpa katalis		Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
No. sampel	Waktu (menit)	Blanko	Sampel					
1	0	25,60	1,76	0,025	8	1	1000	4768,00
2	0	25,40	2,20	0,025	8	1	1000	4640,00
3	0	25,80	2,30	0,025	8	1	1000	4700,00
Rata-rata	0	25,60	2,09	0,025	8	1	1000	4702,67
1	30	25,60	5,40	0,025	8	1	1000	4040,00
2	30	25,40	4,42	0,025	8	1	1000	4196,00
3	30	25,80	4,80	0,025	8	1	1000	4200,00
Rata-rata	30	25,60	4,87	0,025	8	1	1000	4145,33
1	60	25,60	7,50	0,025	8	1	1000	3620,00
2	60	25,40	7,42	0,025	8	1	1000	3596,00
3	60	25,80	7,20	0,025	8	1	1000	3720,00
Rata-rata	60	25,60	7,37	0,025	8	1	1000	3645,33
1	90	25,60	10,80	0,025	8	1	1000	2960,00
2	90	25,40	11,20	0,025	8	1	1000	2840,00
3	90	25,80	11,20	0,025	8	1	1000	2920,00
Rata-rata	90	25,60	11,07	0,025	8	1	1000	2906,67
1	120	25,60	12,60	0,025	8	1	1000	2600,00
2	120	25,40	12,45	0,025	8	1	1000	2590,00
3	120	25,80	12,50	0,025	8	1	1000	2660,00
Rata-rata	120	25,60	12,52	0,025	8	1	1000	2616,67

PENENTUAN COD LIMBAH PEWARNA BATIK DENGAN OZON DENGAN 10 g KATALIS								
Ozon tanpa katalis		Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
No. sampel	Waktu (menit)	Blanko	Sampel					
1	0	25,60	1,76	0,025	8	1	1000	4768,00
2	0	25,40	2,20	0,025	8	1	1000	4640,00
3	0	25,80	2,30	0,025	8	1	1000	4700,00
Rata-rata	0	25,60	2,09	0,025	8	1	1000	4702,67
1	30	25,60	7,50	0,025	8	1	1000	3620,00
2	30	25,40	7,42	0,025	8	1	1000	3596,00
3	30	25,80	6,80	0,025	8	1	1000	3800,00
Rata-rata	30	25,60	7,24	0,025	8	1	1000	3672,00
1	60	25,60	10,80	0,025	8	1	1000	2960,00
2	60	25,40	11,20	0,025	8	1	1000	2840,00
3	60	25,80	11,60	0,025	8	1	1000	2840,00
Rata-rata	60	25,60	11,20	0,025	8	1	1000	2880,00
1	90	25,60	12,60	0,025	8	1	1000	2600,00
2	90	25,40	12,90	0,025	8	1	1000	2500,00
3	90	25,80	12,50	0,025	8	1	1000	2660,00
Rata-rata	90	25,60	12,67	0,025	8	1	1000	2586,67
1	120	25,60	14,20	0,025	8	1	1000	2280,00
2	120	25,40	14,60	0,025	8	1	1000	2160,00
3	120	25,80	14,80	0,025	8	1	1000	2200,00
Rata-rata	120	25,60	14,53	0,025	8	1	1000	2213,33

(Lanjutan)

PENENTUAN COD LIMBAH PEWARNA BATIK DENGAN OZON DENGAN 4 g KATALIS								
Ozon tanpa katalis		Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
No. sampel	Waktu (menit)	Blanko	Sampel					
1	0	25,60	1,76	0,025	8	1	1000	4768,00
2	0	25,40	2,20	0,025	8	1	1000	4640,00
3	0	25,80	2,30	0,025	8	1	1000	4700,00
Rata-rata	0	25,60	2,09	0,025	8	1	1000	4702,67
1	30	25,60	10,80	0,025	8	1	1000	2960,00
2	30	25,40	10,60	0,025	8	1	1000	2960,00
3	30	25,80	10,90	0,025	8	1	1000	2980,00
Rata-rata	30	25,60	10,77	0,025	8	1	1000	2966,67
1	60	25,60	12,30	0,025	8	1	1000	2660,00
2	60	25,40	11,90	0,025	8	1	1000	2700,00
3	60	25,80	11,80	0,025	8	1	1000	2800,00
Rata-rata	60	25,60	12,00	0,025	8	1	1000	2720,00
1	90	25,60	13,90	0,025	8	1	1000	2340,00
2	90	25,40	13,80	0,025	8	1	1000	2320,00
3	90	25,80	14,10	0,025	8	1	1000	2340,00
Rata-rata	90	25,60	13,93	0,025	8	1	1000	2333,33
1	120	25,60	15,10	0,025	8	1	1000	2100,00
2	120	25,40	15,20	0,025	8	1	1000	2040,00
3	120	25,80	14,90	0,025	8	1	1000	2180,00
Rata-rata	120	25,60	15,07	0,025	8	1	1000	2106,67

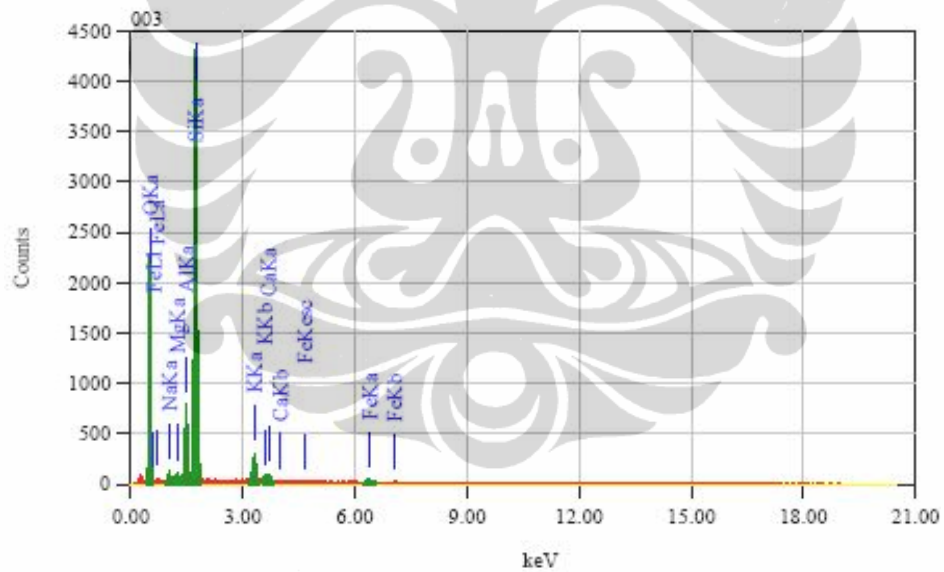
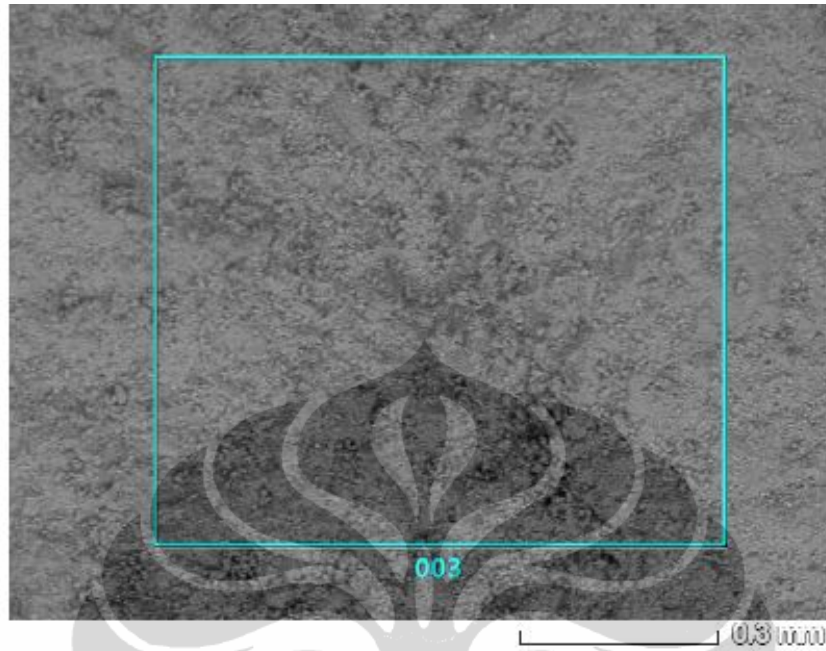
PENENTUAN COD LIMBAH PEWARNA BATIK DENGAN OZON DENGAN 8 g KATALIS								
Ozon tanpa katalis		Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
No. sampel	Waktu (menit)	Blanko	Sampel					
1	0	25,60	1,76	0,025	8	1	1000	4768,00
2	0	25,40	2,20	0,025	8	1	1000	4640,00
3	0	25,80	2,30	0,025	8	1	1000	4700,00
Rata-rata	0	25,60	2,09	0,025	8	1	1000	4702,67
1	30	25,60	11,90	0,025	8	1	1000	2740,00
2	30	25,40	12,10	0,025	8	1	1000	2660,00
3	30	25,80	11,60	0,025	8	1	1000	2840,00
Rata-rata	30	25,60	11,87	0,025	8	1	1000	2746,67
1	60	25,60	13,60	0,025	8	1	1000	2400,00
2	60	25,40	13,90	0,025	8	1	1000	2300,00
3	60	25,80	13,80	0,025	8	1	1000	2400,00
Rata-rata	60	25,60	13,77	0,025	8	1	1000	2366,67
1	90	25,60	14,96	0,025	8	1	1000	2128,00
2	90	25,40	15,20	0,025	8	1	1000	2040,00
3	90	25,80	14,90	0,025	8	1	1000	2180,00
Rata-rata	90	25,60	15,02	0,025	8	1	1000	2116,00
1	120	25,60	17,20	0,025	8	1	1000	1680,00
2	120	25,40	16,85	0,025	8	1	1000	1710,00
3	120	25,80	16,50	0,025	8	1	1000	1860,00
Rata-rata	120	25,60	16,85	0,025	8	1	1000	1750,00



(Lanjutan)

PENENTUAN COD LIMBAH PEWARNA BATIK DENGAN OZON DENGAN 10 g KATALIS								
Ozon tanpa katalis		Volume FAS terpakai (ml)		Normalitas FAS	Me O <sub>2</sub>	Pengenceran (ml)	Faktor Konversi x1000	Jumlah COD
No. sampel	Waktu (menit)	Blanko	Sampel					
1	0	25,60	1,76	0,025	8	1	1000	4768,00
2	0	25,40	2,20	0,025	8	1	1000	4640,00
3	0	25,80	2,30	0,025	8	1	1000	4700,00
Rata-rata	0	25,60	2,09	0,025	8	1	1000	4702,67
1	30	25,60	13,50	0,025	8	1	1000	2420,00
2	30	25,40	13,45	0,025	8	1	1000	2390,00
3	30	25,80	12,80	0,025	8	1	1000	2600,00
Rata-rata	30	25,60	13,25	0,025	8	1	1000	2470,00
1	60	25,60	17,80	0,025	8	1	1000	1560,00
2	60	25,40	17,20	0,025	8	1	1000	1640,00
3	60	25,80	17,60	0,025	8	1	1000	1640,00
Rata-rata	60	25,60	17,53	0,025	8	1	1000	1613,33
1	90	25,60	19,04	0,025	8	1	1000	1312,00
2	90	25,40	19,02	0,025	8	1	1000	1276,00
3	90	25,80	18,90	0,025	8	1	1000	1380,00
Rata-rata	90	25,60	18,99	0,025	8	1	1000	1322,67
1	120	25,60	19,90	0,025	8	1	1000	1140,00
2	120	25,40	19,80	0,025	8	1	1000	1120,00
3	120	25,80	19,90	0,025	8	1	1000	1180,00
Rata-rata	120	25,60	19,87	0,025	8	1	1000	1146,67

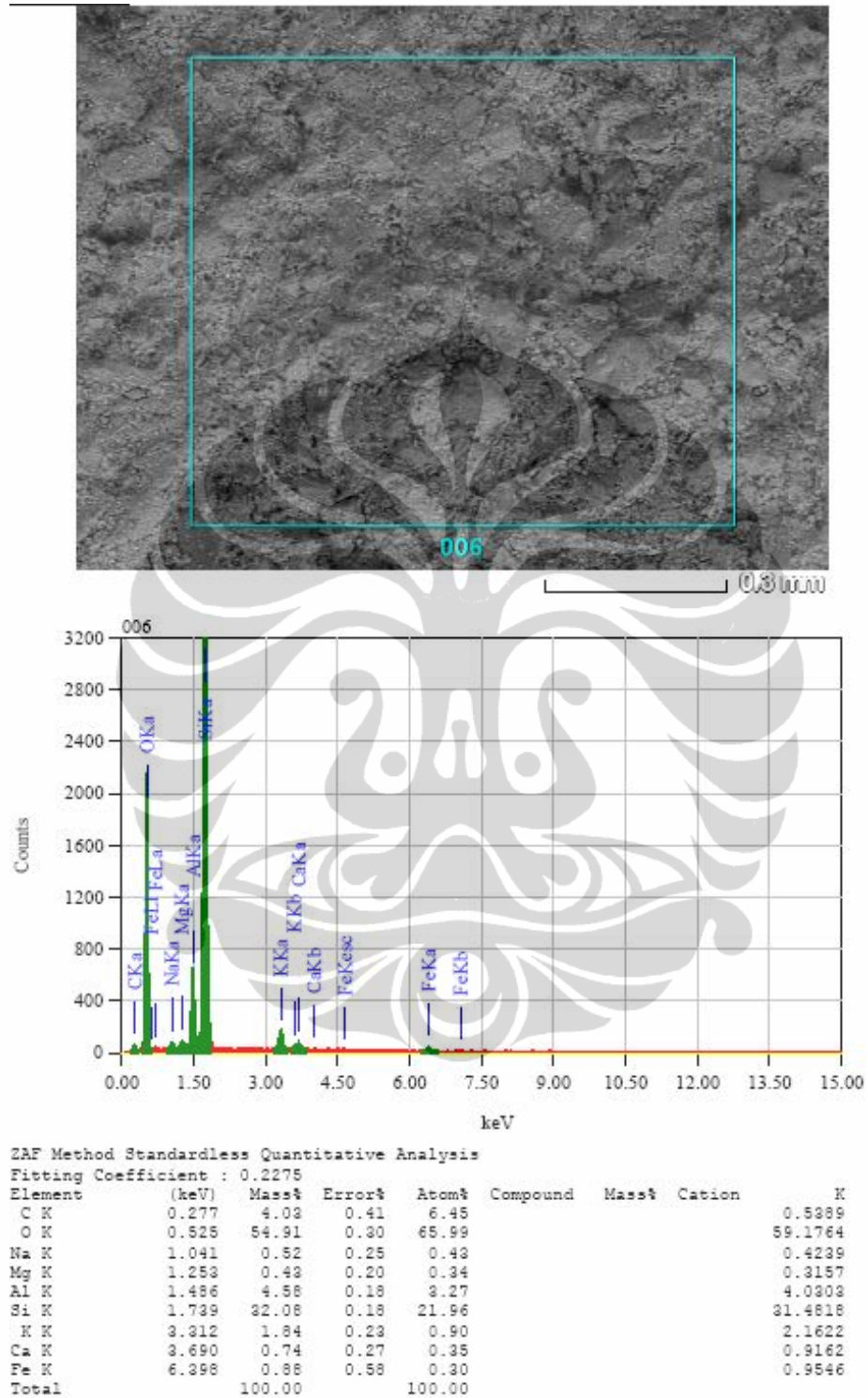
Lampiran 12. Data hasil SEM-EDX sebelum perlakuan asam



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.2340

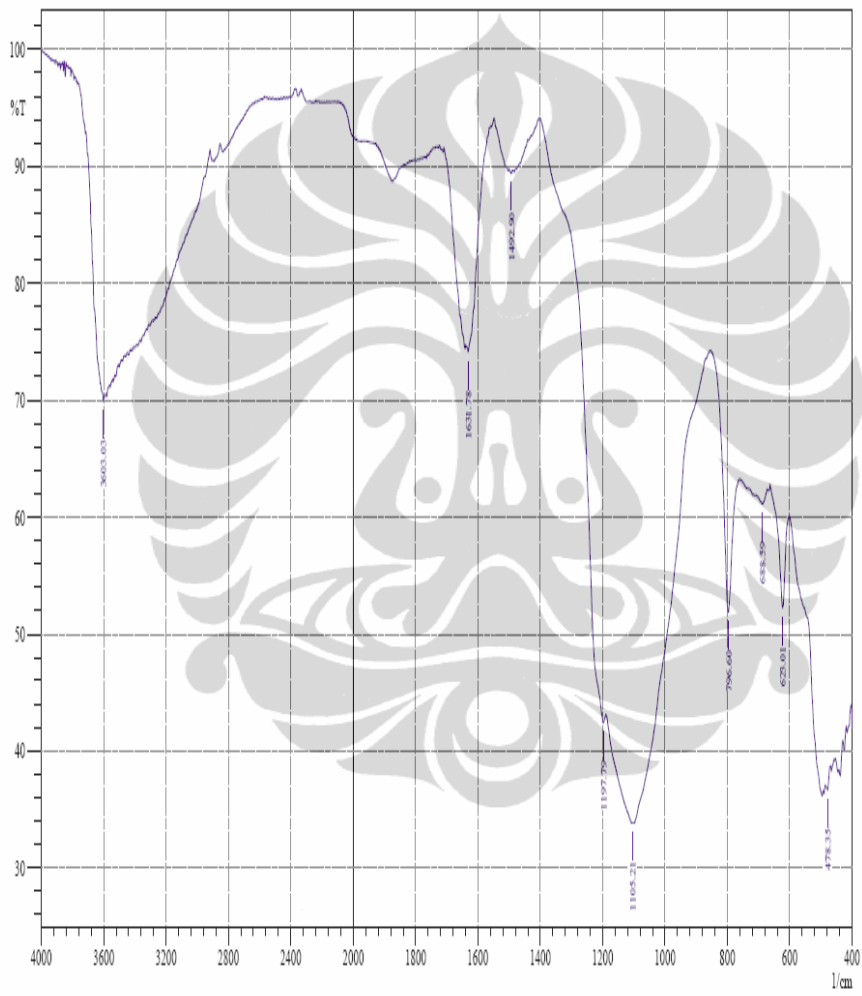
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	55.47	0.30	69.19				58.6085
Na K	1.041	0.82	0.26	0.71				0.6402
Mg K	1.253	0.47	0.21	0.39				0.3284
Al K	1.486	5.66	0.18	4.19				4.7443
Si K	1.739	32.53	0.19	23.12				30.0460
K K	3.312	3.25	0.25	1.66				3.6466
Ca K	3.690	0.81	0.28	0.40				0.9553
Fe K	6.398	0.99	0.61	0.35				1.0307
Total		100.00		100.00				

Lampiran 13. Data hasil SEM-EDX setelah perlakuan asam



### Lampiran 13. Data hasil FTIR zeolit

SHIMADZU



ZTI Zeolit

No. of Scans: 45  
Resolution: 4 [1/cm]

LABORATORIUM AFILIASI DEPT. KIMIA UI