



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI EFEKTIFITAS
DEGRADASI ZAT WARNA CONGO RED
SECARA FOTOELEKTROKATALITIK**

SKRIPSI

**SOFIYANTI
0806365311**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
JULI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI EFEKTIFITAS
DEGRADASI ZAT WARNA CONGO RED
SECARA FOTOELEKTROKATALITIK**

SKRIPSI

**DIAJUKAN SEBAGAI SALAH SATU SYARAT UNTUK MEMPEROLEH
GELAR SARJANA SAINS**

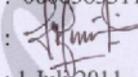
**SOFIYANTI
0806365311**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
JULI 2011**

HALAMAN PENGANTAR

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Sofiyanti
NPM : 0806365311
Tanda Tangan : 
Tanggal : 1 Juli 2011

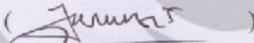
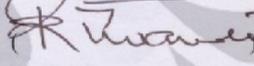
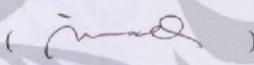
HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Sofiyanti
NPM : 0806365311
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Studi Efektifitas Degradasi Zat Warna Congo Red
Secara Fotoelektrokatalitik

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi ()
Penguji I : Dr. Riwardi Sihombing ()
Penguji II : Dr. Ivandini T.A. S.Si, M.Si ()
Penguji III : Drs. Erzi Rizal Azwar ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 1 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, Yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang karena atas rahmat dan hidayah-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Sholawat dan salam senantiasa tercurah untuk nabi Muhammad SAW. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana 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 skripsi ini sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. PEMDA DKI dan Unit-Unit terkait yang telah memberikan kesempatan dan dana, sehingga penulis dapat melaksanakan dan menyelesaikan pendidikan Program S1 Kimia di Universitas Indonesia.
2. Dr. Jarnuzi Gunlazuardi selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga dan pikiran untuk membimbing, berdiskusi, memberikan saran dan arahan hingga terselesainya skripsi ini.
3. Dr. Asep Saefumillah MSi, selaku Pembimbing Akademik penulis yang selama 3 tahun ini telah membantu mengarahkan dan membimbing penulis.
4. Drs. Riswiyanto MSi, selaku Ketua Program Ekstensi Kimia sekaligus sebagai Koordinator Penelitian.
5. Ir. Hedi Surahman MSi, Dr. Yuni K. Krisnandi dan Cholid MSi atas bimbingan, dukungan dan waktunya untuk penulis berkonsultasi.
6. Dra Tresye Utari MSi atas kebaikannya dalam pengaturan jadwal seminar dan sidang untuk penulis.
7. Dosen-dosen penguji : Dr. Riwandi Sihombing, Dr Ivandini T.A dan Drs Erzi Rizal Azwar atas masukan dan saran-sarannya.
8. Bapak dan Ibu dosen Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia, terima kasih atas ilmu yang telah diberikan.

9. Suami tercinta Salim Suhadi S.Ag dan anakku yang selalu ceria M.Faza Muttaqi, juga yang masih di dalam perut, serta keluarga tercinta, terima kasih untuk dukungannya yang tak ternilai.
10. Drs. Sunardi MSi dan staff atas pemakaian instrumentasi analisis selama penelitian ini.
11. Rekan-rekan satu group TiO₂, terima kasih untuk berbagi ilmu semoga kesuksesan selalu menyertai.
12. Rekan-rekan seangkatan 2008 juga rekan-rekan sepenelitian di lantai 3, terimakasih untuk bantuan dan dukungannya.
13. Seluruh staff TU jurusan kimia.
14. Semua pihak yang telah membantu penulis yang tidak dapat disebutkan satu persatu oleh penulis.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Dengan segala kekurangan dan ketidaksempurnaannya penulis berharap semoga skripsi ini membawa manfaat bagi kita semua dan bagi pengembangan ilmu.

Juli 2011

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Sofiyanti
NPM : 0806365311
Program Studi : Kimia ekstensi
Departemen : *Kimia*
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Non-eksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul : Studi Efektifitas Degradasi Zat Warna *Congo Red* Secara Fotoelektrokatalitik

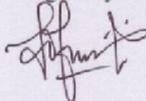
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Non-eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta

Pada tanggal : 1 Juli 2011

Yang menyatakan



(Sofiyanti)

ABSTRAK

Nama : Sofiyanti
NPM : 0808365311
Program Studi : S1 Kimia-Ekstensi
Judul Skripsi : Studi Efektifitas Degradasi Zat Warna *Congo Red* Secara Fotoelektrokatalitik

Pada penelitian ini diterapkan metode fotoelektrokatalitik untuk mendegradasi zat warna *Congo red*. Untuk keperluan tersebut dilakukan immobilisasi semikonduktor TiO_2 dalam bentuk lapisan tipis pada dinding bagian dalam tabung gelas berpenghantar. Preparasi film TiO_2 dilakukan dengan cara proses sol gel (PSG), dimana titanium tetrakisopropoksida (TTIP) digunakan sebagai prekursor dan polietilen glikol (PEG) sebagai *template*, untuk mendapatkan film yang berpori. Terhadap film TiO_2 yang dihasilkan dilakukan karakterisasi dengan XRD (X-Ray Difraktometer) dan SEM (Scanning Electron Microscope). Hasilnya menunjukkan bahwa TiO_2 hasil sintesis mempunyai struktur kristal anatase dengan campuran sedikit rutil, sedangkan dari foto SEM menunjukkan adanya pori pada film lapis tipis TiO_2 yang dihasilkan. Lapisan tipis TiO_2 yang telah disintesis difungsikan sebagai elektroda kerja, yang dipasangkan dengan kawat Pt sebagai elektroda bantu dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Rangkaian sel fotoelektrokimia ini selanjutnya digunakan untuk mendegradasi zat warna *Congo red*. Uji kinerja fotokatalis dilakukan terhadap dua tipe film TiO_2 untuk mendegradasi *Congo Red* dalam NaNO_3 0,1 M selama 100 menit. Kedua tipe film tersebut adalah film TiO_2 yang dipreparasi dengan bantuan template PEG masing-masing dengan konsentrasi 0,02M (disingkat TiO_2 -PEG 0,02M) dan 0,04 M (disingkat TiO_2 -PEG 0,04M). Dan didapatkan film TiO_2 -PEG 0,02 M menghasilkan arus cahaya tertinggi. Dari film terbaik tersebut diuji kinerja fotoelektrokatalisisnya pada tiga variasi bias potensial, yaitu berturut-turut 200, 300, dan 400 mV. Hasil terbaik diperoleh dari film TiO_2 -PEG 0,02 M dengan pemberian bias potensial sebesar 200 mV, yaitu menghasilkan persentase hasil degradasi sebesar 99,41%. Sebagai pembanding dilakukan uji degradasi dengan kondisi (a) tanpa pemberian bias potensial (fotokatalisis), (b) tanpa penyinaran (katalisis), dan (c) tanpa kehadiran katalis (fotolisis), yang menghasilkan persen pengurangan konsentrasi *Congo Red* berturut-turut sebanyak 84,71%, 30,22%, dan 22,33%. Hasil ini menunjukkan bahwa pemberian bias potensial pada fotokatalis TiO_2 (metoda fotoelektrokatalisis) terbukti mampu meningkatkan proses degradasi *Congo Red*.

Kata kunci : TiO_2 , fotoelektrokatalitik, rekombinasi, *photohole-photoelectron*, bias potensial, *Congo red*
xv + 78 hlm.; gmb; tbl; lamp.
Bibliografi : 33 (1972-2011)

ABSTRACT

Name : Sofiyanti
NPM : 0808365311
Study Program : Chemistry S1-Extension
Title : Study on The Effectivity of Photoelectrocatalytic
Degradation of Congo Red

In this research, the photoelectrocatalytic (PEC) method was employed to degraded Congo red. For this purpose, the TiO₂ film was immobilized on to conducting inner wall glass column. Immobilization of TiO₂ film was prepared by a sol-gel method using tetraisopropoksida (TTIP) as a precursor and poly ethylene Glycol as templating agent, in order to produce porous film. XRD and SEM were used to characterized the produced films. The results showed that the prepared TiO₂ has mainly anatase structure, with minor rutile structure. Whereas the SEM photographs showed the existence of pores in the thin layer of TiO₂ films. The TiO₂ film then was functioned as a working electrode, paired with Pt wire as auxiliary electrode and Ag / AgCl as reference electrode. The photoelectrochemical cells then were used to degrade congo red solution. Performance test was carried out toward two type of TiO₂ film to degrade *Congo red* solution for 100 minutes. Those two films were TiO₂ film which were prepared with the aid of PEG at concentration of 0.02 M (abbreviated as TiO₂-PEG-0.02 M) and 0.04 M (abbreviated as TiO₂-PEG-0.04 M). The results indicated that the TiO₂-PEG-0.02 M film type gave the best result which gave higher photocurrent. To the best film a photoelectrocatalytic test were performed at a bias potential of 200, 300, 400 mV, respectively. The results indicated that the TiO₂-PEG-0.02M film type and 200 mV bias potential gave the best result, that was 99.41% degradation. For the comparison purpose, a series of experimental conditions, namely (a) without bias potential expose (photocatalysis), (b) without light (catalysis), and (c) without presence of catalyst but with the light ON (photolysis) were performed to eliminate *Congo red* in solution, and the results were 84.71%, 30.22%, and 22.33%, respectively. This results showed clearly that photoelectrocatalytic method was able to enhance the degradation of *Congo red*, thus superior to other method which employing same catalyst.

Keywords: TiO₂, photoelectrocatalytic, recombination, photohole-photoelectron, potential bias, Congo red

xv + 78 pages.; figures; tables; appx

Bibliography: 33 (1972-2011)

DAFTAR ISI

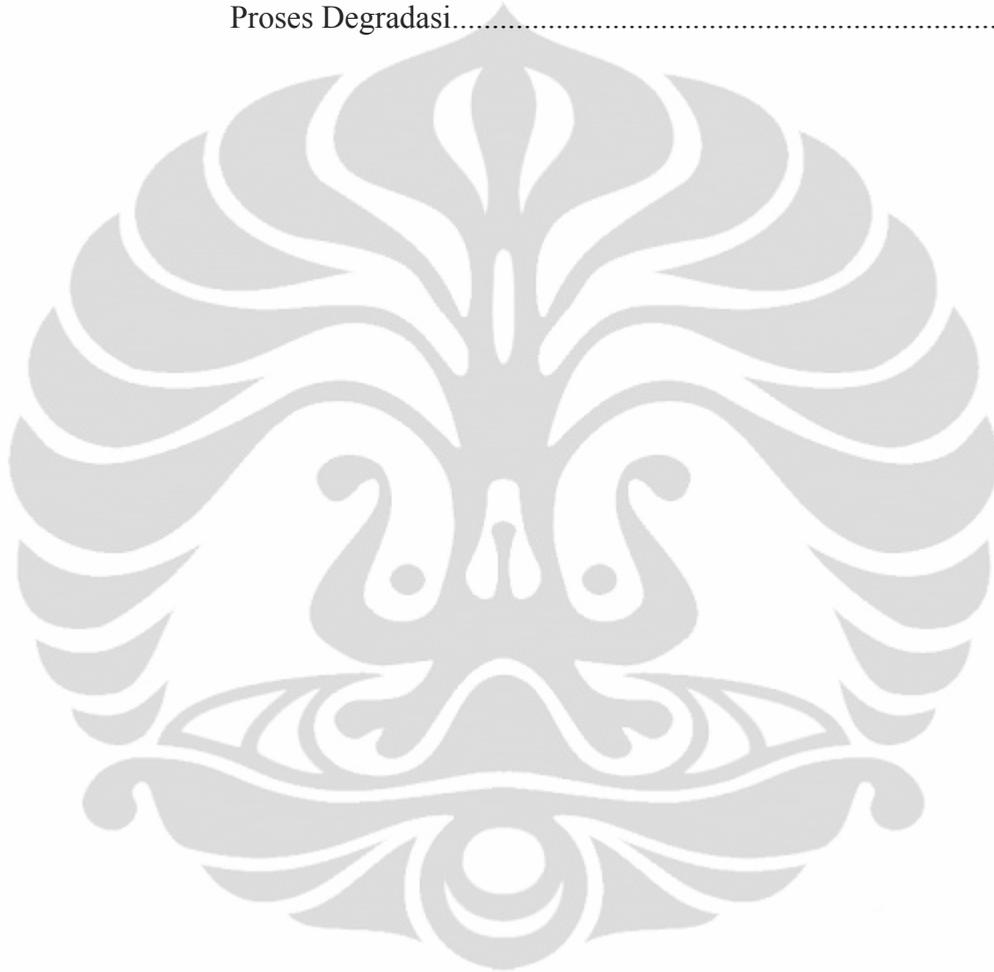
HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR	v
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vii
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Hipotesis	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Fotokatalitik	6
2.2 Semikonduktor	6
2.2.1 Semikonduktor TiO ₂	6
2.2.2 Mekanisme Reaksi Katalitik Pada Semikonduktor TiO ₂	9
2.3 Fotoelektrokatalitik	12
2.4 Metode Fotoelektrokatalitik Untuk Degradasi Zat Warna <i>Congo Red</i>	12
2.5 Sinar UV.....	13
2.6 Zat Warna.....	13
2.6.1 Penggolongan Zat Warna	14
2.6.2 Zat Warna Azo	15
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	18
3.1 Bahan dan Peralatan	18
3.1.1 Bahan	18
3.1.2 Peralatan	18
3.2 Prosedur Kerja.....	18
3.2.1 Preparasi Tabung Gelas Berpenghantar	18
3.2.2 Pembuatan Sol TiO ₂ dan Preparasi Elektroda IWCGT-TiO ₂	19
3.2.3 Karakterisasi Katalis TiO ₂	19
3.2.4 Pengujian Kinerja Elektroda IWCGT-TiO ₂	20

3.2.5 Penentuan Persentase Berkurangnya Konsentrasi Zat Warna Azo <i>Congo Red</i> Secara Fotoelektrokatalitik.....	19
3.2.6 Penentuan Persentase Berkurangnya Konsentrasi Zat Warna Azo <i>Congo red</i> Secara Fotokatalitik.....	21
3.2.7 Penentuan Persentase Berkurangnya Konsentrasi Zat Warna Azo <i>Congo red</i> Secara Fotolitik dan katalitik.....	21
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	22
4.1 Pembuatan Sol TiO ₂ dan Variasi Penambahan PEG	22
4.2 Immobilisasi Sol TiO ₂ pada Tabung Gelas Berpenghantar (Preparasi Elektroda IWCGT-TiO ₂).....	25
4.3 Karakterisasi Katalis TiO ₂	25
4.3.1 Karakterisasi TiO ₂ dengan SEM	26
4.3.2 Karakterisasi dengan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance</i> <i>Spectroscopy</i>	28
4.3.3 Karakterisasi dengan XRD.....	33
4.4 Pengujian Efektifitas Variasi Proses Degradasi	37
4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum untuk Larutan <i>Congo red</i> dalam NaNO ₃ 0,1 M	37
4.4.2 Variasi Bias Potensial	38
4.4.3 Pengujian Efektifitas Degradasi Zat warna Azo <i>Congo Red</i>	40
4.4.3.1 Degradasi Larutan <i>Congo Red</i> dengan Metode Fotoelektrokatalitik	43
4.4.3.2 Degradasi Larutan <i>Congo Red</i> dengan Metode Fotokatalitik, Fotolitik dan Katalitik.....	44
4.4.4 Kinetika Reaksi Degradasi <i>Congo Red</i>	45
4.4.5 Perbandingan Hasil Degradasi dari Berbagai Proses Degradasi	46
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	49
5.1 Kesimpulan.....	49
5.2 Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	54

DAFTAR GAMBAR

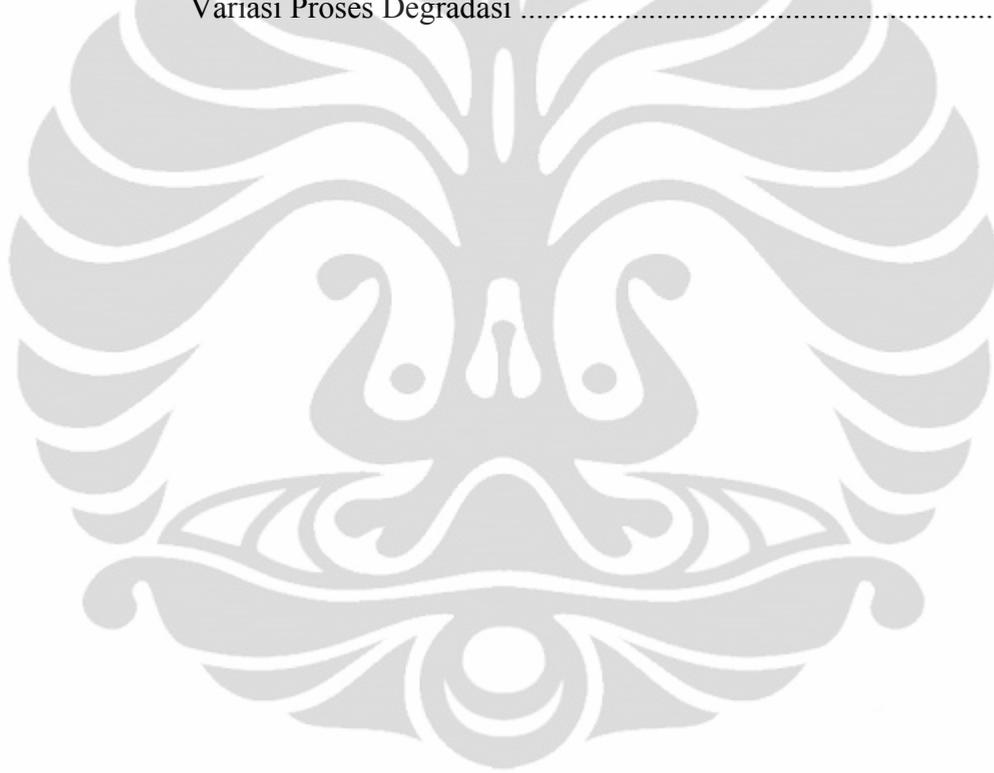
Gambar 2.1	Bubuk Putih Titanium Dioksida	6
Gambar 2.2	Struktur Kristal TiO ₂	8
Gambar 2.3	Energi Pita Beberapa Fotokatalis Umum	9
Gambar 2.4	Mekanisme Reaksi Fotokatalitik TiO ₂	10
Gambar 2.5	Contoh Pembuatan Salah Satu Zat Warna Azo	15
Gambar 2.6	Struktur Kimia Zat Warna <i>Congo Red</i>	16
Gambar 4.1	Kurva Arus vs Bias Potensial pada Tabung tanpa PEG	23
Gambar 4.2	Kurva Arus vs Bias Potensial pada Tabung dengan Penambahan 0,02 M PEG	24
Gambar 4.3	Kurva Arus vs Bias Potensial Pada Tabung Dengan Penambahan 0,04 M PEG	24
Gambar 4.4	Foto Tabung Gelas yang di dalamnya Telah Dilapisi TiO ₂	25
Gambar 4.5	Foto Tabung Berpenghantar dengan Katalis yang Telah Diberi Elektroda	26
Gambar 4.6	Foto SEM TiO ₂ Hasil dari Preparasi Tanpa Penambahan PEG.....	27
Gambar 4.7	Foto SEM TiO ₂ hasil dari preparasi dengan penambahan 0,02 M PEG	27
Gambar 4.8	Foto SEM TiO ₂ hasil dari preparasi dengan penambahan 0,04 M PEG	27
Gambar 4.9	Spektra Reflektan TiO ₂	29
Gambar 4.10	Plot Faktor Kubelka-Munk vs Energi (eV) TiO ₂ Sintesis Tanpa Penambahan PEG	30
Gambar 4.11	Kurva Persamaan Garis Untuk Menentukan E _g TiO ₂ Tanpa Penambahan PEG.....	30
Gambar 4.12	Plot Faktor Kubelka-Munk vs Energi (eV) TiO ₂ Sintesis Dengan Variasi Penambahan 0,02 M PEG	31
Gambar 4.13	Kurva Persamaan Garis Untuk Menentukan E _g TiO ₂ Variasi Penambahan 0,02 M PEG	31
Gambar 4.14	Plot Faktor Kubelka-Munk vs Energi (eV) TiO ₂ Sintesis Dengan Variasi Penambahan 0,04 M PEG	32
Gambar 4.15	Kurva Persamaan Garis Untuk Menentukan E _g TiO ₂ Variasi Penambahan 0,04 M PEG	32
Gambar 4.16	Difraktogram Sinar-X TiO ₂ Tanpa Penambahan PEG.....	33
Gambar 4.17	Difraktogram Sinar-X TiO ₂ Variasi Penambahan 0,02 M PEG.....	34
Gambar 4.18	Difraktogram Sinar-X TiO ₂ Variasi Penambahan 0,04 M PEG.....	36
Gambar 4.19	Panjang Gelombang Maksimum Larutan <i>Congo red</i> dalam NaNO ₃ 0,1 M	37

Gambar 4.20 Kurva Arus Cahaya Terhadap Waktu Pada Berbagai Bias Potensial	39
Gambar 4.21 Arus yang Dihasilkan vs Bias Potensial yang Diberikan	40
Gambar 4.22 Warna Larutan <i>Congo red</i> 10 ppm Sebelum dan Sesudah di Degradasi selama 100 menit.....	41
Gambar 4.23 Persentase Hasil Degradasi pada Variasi Bias Potensial	43
Gambar 4.24 Persentase Hasil Degradasi pada Variasi Proses Degradasi	44
Gambar 4.25 Perbandingan Hasil Degradasi Dari Berbagai Proses Degradasi.....	47



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Nama dan Struktur Kimia Kromofor	14
Tabel 4.1 Nilai d (Å) dari Hasil Pengukuran & Kartu Interpretasi Data TiO ₂ tanpa Penambahan PEG	34
Tabel 4.2 Nilai d (Å) dari Hasil Pengukuran & Kartu Interpretasi Data TiO ₂ Variasi Penambahan 0,02 M PEG	35
Tabel 4.3 Nilai d (Å) dari Hasil Pengukuran & Kartu Interpretasi Data TiO ₂ Variasi Penambahan 0,04 M PEG	37
Tabel 4.4 Kinetika Reaksi <i>Pseudo</i> Orde Satu pada Berbagai Variasi Proses Degradasi	47



TAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Bagan Alir Penelitian	54
Lampiran 2.	Pembuatan Sol TiO ₂	55
Lampiran 3.	Sintesis SnO ₂ -F dan Preparasi IWCGT	56
Lampiran 4.	Proses Fotolisis (data kurva kalibrasi standar , hasil degradasi dan kinetika reaksi)	57
Lampiran 5.	Proses Katalisis (data kurva kalibrasi standar , hasil degradasi dan kinetika reaksi)	60
Lampiran 6.	Proses Fotokatalisis (data kurva kalibrasi standar , hasil degradasi dan kinetika reaksi)	63
Lampiran 7	Proses FEK 200 mV (data kurva kalibrasi standar , hasil degradasi dan kinetika reaksi)	66
Lampiran 8	Proses FEK 300 mV (data kurva kalibrasi standar , hasil degradasi dan kinetika reaksi)	69
Lampiran 9	Proses FEK 400 mV (data kurva kalibrasi standar , hasil degradasi dan kinetika reaksi)	72
Lampiran 10	Pencapaian Hasil Degradasi yang Dilakukan Selama 100 Menit pada Semua Proses Degradasi	75
Lampiran 11	Kurva Full Spektra Hasil Degradasi Larutan Congo red Dengan Metode FEK pada Potensial 200 mV	76
Lampiran 12	Perangkat Reaktor UV, alat bubbling, potensiostat dan larutan hasil degradasi	77

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Perkembangan industri di Indonesia semakin meningkat diiringi dengan banyaknya penggunaan zat-zat organik dalam berbagai sisi, baik penggunaannya sebagai bahan baku, pengisi, estetika, pelarut, dan lain sebagainya. Maraknya pembangunan industri ini akan mengakibatkan perubahan lingkungan (Ginting, Perdana., 1997). Selain berdampak positif bagi kehidupan bangsa, tak dapat dihindari pula ada dampak negatif yang selalu mengiringi, diantaranya adalah limbah yang dihasilkan oleh industri tersebut. Limbah yang dihasilkan oleh industri akan mempunyai risiko sebagai penyebab pencemaran lingkungan, dan saat ini pencemaran yang berakhir dengan kerusakan lingkungan menjadi suatu masalah utama dalam pembangunan, terutama bagi manusia.

Limbah industri, khususnya limbah cair memberikan kontribusi yang cukup besar terhadap pencemaran air. Hal ini merupakan suatu kondisi yang memiliki risiko tinggi, karena pencemaran pada air dapat menjadi sumber utama terjadinya kontak manusia dengan senyawa kimia beracun. Contoh yang populer adalah terkontaminasinya lingkungan air ataupun udara oleh bahan kimia yang persisten dan toksik. Beberapa kasus telah terdokumentasikan bahwa sumber-sumber air minum terkontaminasi oleh bahan kimia beracun (Gunlazuardi, J., 2007). Hal ini dapat menjadi perhatian semua pihak terkait, mengingat air adalah salah satu kebutuhan pokok manusia.

Industri tekstil merupakan salah satu industri yang dapat menghasilkan pencemar organik yang bersifat *non biodegradable* yang terdapat pada pewarna tekstil (Christina, M., dkk., 2007). Zat warna tekstil umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus aromatis. Diketahui bahwa gugus aromatis sangat sulit terdegradasi, walaupun dapat, butuh waktu yang cukup lama. Senyawa azo bila terlalu lama dilingkungan, akan berbahaya karena sifatnya yang karsinogenik dan mutagenik. Selain itu apabila badan air tercemar zat warna azo maka akan dapat menghalangi masuknya sinar matahari pada badan air

sehingga akan menghambat proses fotosintesis. Sebagai akibatnya kadar oksigen dalam badan air menjadi berkurang. Karena itu perlu dicari alternatif efektif untuk mengurai limbah tersebut.

Zat warna azo adalah senyawa yang paling banyak terdapat dalam limbah tekstil, yaitu sekitar 60-70% (Waite, TD., et al., 2006). Senyawa azo digunakan sebagai bahan celup, yang dinamakan *azo dyes*. Hanya sedikit zat warna azo yang dapat dioksidasi secara aerobik. Beberapa zat warna azo dapat diurai secara anaerobik setelah diolah dengan kondisi aerobik.

Beberapa cara pengolahan limbah konvensional telah banyak dilakukan, misalnya dengan cara klorinasi, pengendapan dan penyerapan oleh karbon aktif, kemudian lumpur yang terbentuk dibakar atau diproses secara mikrobiologi. Tetapi pembakaran lumpur memicu terbentuknya senyawa klorooksida, penggunaan karbon aktif hanya menyerap pencemar organik non polar dengan berat molekul rendah, sedangkan senyawa non polar dengan berat molekul tinggi tidak tereliminasi. Proses mikrobiologi hanya menguraikan senyawa *biodegradable*, sedangkan senyawa *non biodegradable* akan tetap didalam lumpur dan kembali ke lingkungan.

Pengolahan kimiawi dari air permukaan dan air tanah yang terkontaminasi atau air limbah adalah bagian strategi jangka panjang untuk mengeliminasi senyawa toksik sebelum masuk kembali ke siklus air alami. Model pengolahan jenis ini sesuai jika pengolahan secara biologis tidak dapat beradaptasi terhadap polutan tertentu. Dalam hal ini maka dilakukan pra pengolahan yang bertujuan untuk mengoksidasi polutan menjadi senyawa intermediet yang lebih sederhana dan *biodegradable*. Cahaya dapat digunakan untuk tujuan tersebut, yakni akan menginisiasi pemecahan zat organik menjadi *by product* yang tidak berbahaya (Gunlazuardi, J., 2007).

Alternatif lain cahaya dapat digunakan untuk secara langsung memutuskan ikatan langsung molekul (fotolisis), atau secara tidak langsung melalui interaksinya dengan bahan lain menghasilkan spesi pengoksidasi antara lain hidroksi radikal. Proses tersebut sering disebut dengan proses oksidasi lanjut (Advanced Oxydation Processes, AOPs). Metode ini melibatkan spesi radikal bebas reaktif untuk mendegradasi senyawa organik menjadi produk akhir yang

tidak berbahaya. Salah satu cara yang dilakukan untuk menghasilkan spesi radikal bebas reaktif tersebut adalah metode fotokatalitik, yaitu metode yang memanfaatkan energi yang berasal dari cahaya untuk mengaktifkan proses katalitik pada suatu permukaan semi konduktor. Dalam teknik ini, semikonduktor TiO_2 diiradiasi dengan sinar UV dan menghasilkan pasangan elektron-hole, yang kemudian dapat membentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil yang terbentuk dapat mendegradasi berbagai polutan organik, seperti herbisida, pestisida, aromatik, alifatik, pewarna, dan lain sebagainya (Surahman, Hedi., 2004).

Modifikasi metode yang akan dikembangkan berdasarkan fotokatalitik adalah metode fotoelektrokatalitik, yang dalam penelitian ini akan diujikan untuk degradasi zat warna *Congo red* yang merupakan zat warna azo dari limbah industri tekstil.

1.2 Perumusan masalah

Berbagai cara dilakukan oleh para peneliti untuk mencari metode yang efektif, praktis dan efisien dari segi waktu dan biaya untuk mengurangi pencemaran air yang diakibatkan oleh senyawa-senyawa organik. Pada awalnya metode fotokatalitik menggunakan semikonduktor TiO_2 dalam bentuk serbuk, namun memiliki beberapa kelemahan diantaranya adalah serbuk yang terdispersi dalam air sangat sulit diambil kembali, dan bila campuran terlalu keruh, maka radiasi UV yang digunakan tidak mampu mengaktifkan fotokatalis yang jauh dari sumber (Triandi Tjahjanto, R., 2001). Untuk mengatasi kelemahan tersebut, sekarang ini penggunaan TiO_2 sebagai fotokatalis banyak diterapkan dengan teknik immobilisasi. Immobilisasi dapat dilakukan antara lain pada dinding bagian dalam tabung gelas, stainless steel, dan lain sebagainya.

Dalam aplikasinya, teknologi fotokatalis masih dibatasi oleh efisiensi yang rendah, yang salah satunya adalah proses rekombinasi muatan *photoelectron* dan *photohole* pada lapisan TiO_2 . Rekombinasi tersebut dapat dikurangi dengan memberikan bias potensial, yakni dengan menjadikan film katalis sebagai anoda. Dengan cara ini elektron pada pita konduksi akan dipindahkan ke *counter* elektroda sehingga dapat menghindari rekombinasi. Prinsip susunan sel elektrokimia yang melibatkan fotokatalis sebagai anoda ini mengacu pada sel

Fujishima dan Honda dan adopsinya oleh Harper, J.C., et al. Teknik fotokatalis dengan pemberian bias potensial ini dinamakan metode fotoelektrokatalitik.

Nurjanna, S., (2008), melakukan penelitian mengenai degradasi zat warna azo *Congo red* yang berbasis fotokatalitik. Oleh karena itu dalam kesempatan ini penulis ingin melakukan penelitian mengenai degradasi zat warna *Congo red* berbasis fotoelektrokatalitik menggunakan semikonduktor TiO₂ berpori dan melihat efektivitas degradasi senyawa organik dari metode ini dibandingkan dengan metode fotokatalisis. Diharapkan penelitian ini dapat memberikan masukan yang berguna dalam rangka mengurangi pencemaran lingkungan air yang diakibatkan oleh limbah senyawa organik dengan menentukan metode mana yang dapat diterapkan secara efektif dan efisien terutama dari segi waktu dan biaya untuk pengolahan limbah tersebut.

1.3 Hipotesis

1. Penambahan PEG akan menyebabkan terbentuknya pori pada permukaan katalis TiO₂ sehingga luas permukaan katalis akan bertambah dan dapat menambah kinerja katalis.
2. Pemberian bias potensial efektif dapat mencegah rekombinasi *photohole-photoelectron*, sehingga meningkatkan kinerja fotokatalis.

1.4 Tujuan penelitian

1. Mempelajari pembuatan lapisan tipis TiO₂ berpori pada dinding dalam tabung gelas berpenghantar.
2. Mengetahui pengaruh pori pada semikonduktor TiO₂ dalam tujuannya untuk proses degradasi zat-zat organik, seperti zat warna azo *Congo red*.
3. Menerapkan metode fotoelektrokatalisis untuk degradasi zat warna azo *Congo red*.
4. Mengetahui persentase degradasi yang terjadi terhadap zat warna azo *Congo red* secara fotoelektrokatalitik dan fotokatalitik.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotokatalitik

Fotokatalitik merupakan suatu kombinasi proses fotokimia dengan katalisis, baik cahaya maupun katalis sama-sama dibutuhkan untuk mengakselerasi reaksi kimia (Gunlazuardi, J., 2007). Metode fotokatalitik adalah proses yang memerlukan bantuan cahaya dan katalis (contohnya semikonduktor) untuk melangsungkan atau mempercepat transformasi kimia, dengan sumber cahaya yang berasal dari matahari atau lampu UV. Semikonduktor tersebut jika dikenai sinar UV yang mempunyai foton lebih dari energi bahan semikonduktornya akan menghasilkan elektron (e^-) di pita konduksi yang dapat mereduksi senyawa logam dan hole (h^+) dipita valensi yang dapat mengoksidasi senyawa organik yang berada dipermukaan (Zhao, H., et al., 2004). Katalis semikonduktor yang digunakan untuk proses katalisis antara lain TiO_2 , Fe_2O_3 , SnO_2 , ZnO , ZnS , dan CuS . Namun hingga saat ini TiO_2 lebih sering digunakan dalam aplikasi fotokatalitik khususnya pengolahan limbah cair organik karena banyak keistimewaan yang dimilikinya. Fotokatalitik merupakan salah satu dari AOPs, dengan hasil akhir dari pengolahan limbah ini tidak berbahaya, ramah lingkungan, menghasilkan CO_2 dan H_2O (Eplugas, Santiago., et al., 2001).

Berdasarkan tempat terjadinya eksitasi, fotokatalitik dikelompokkan menjadi dua, yaitu :

1. Fotoreaksi yang terkatalisis

Fotoeksitasi awal terjadi dalam molekul yang terabsorpsi kemudian berinteraksi dengan keadaan dasar (*ground state*) dari bahan katalis tersebut.

2. Fotoreaksi yang tersensitisasi

Fotoeksitasi awal terjadi dalam bahan katalis yang terfotoeksitasi kemudian mentransfer elektron (e^-) atau energi ke keadaan dasar molekul tersebut.



Berikut beberapa spesifikasi dari Titanium dioksida :

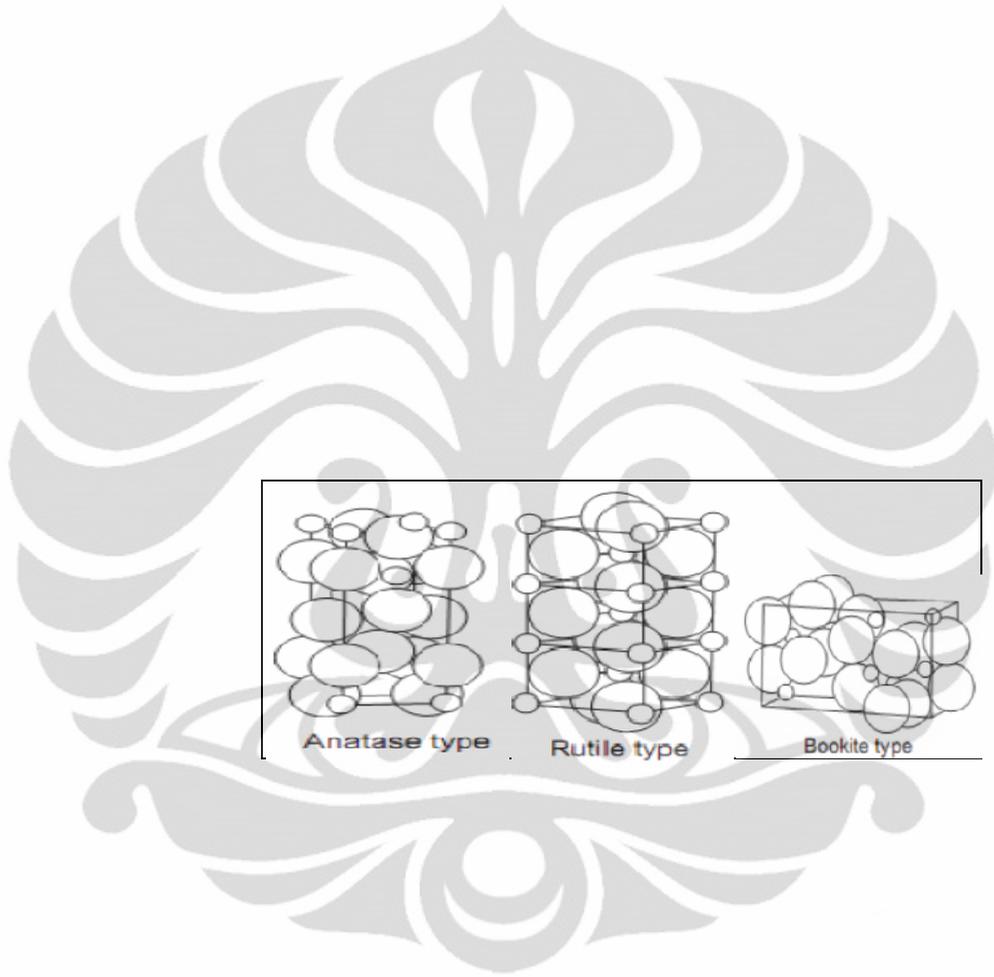
- Rumus molekul : TiO_2
- Massa molekul : 79,866 g/mol
- Kepadatan : 4,23 g/cm³
- Titik lebur : 1843⁰C
- Titik didih : 2972⁰C

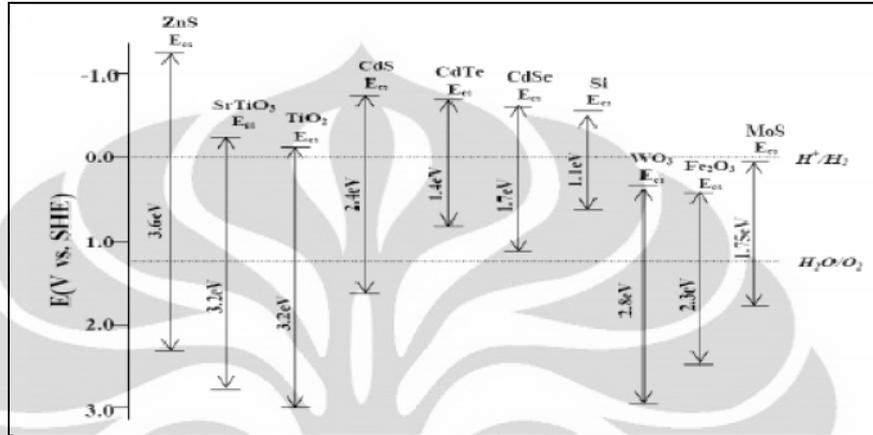
Titanium dioksida merupakan bahan semikonduktor yang banyak dipakai untuk aplikasi fotokatalitik senyawa organik. TiO_2 menawarkan potensi besar sebagai teknologi industri untuk detoksifikasi atau perbaikan dari air limbah karena beberapa faktor, yaitu : (E, Pramauro., et al., 1997 dan Miyata,T., 1995)

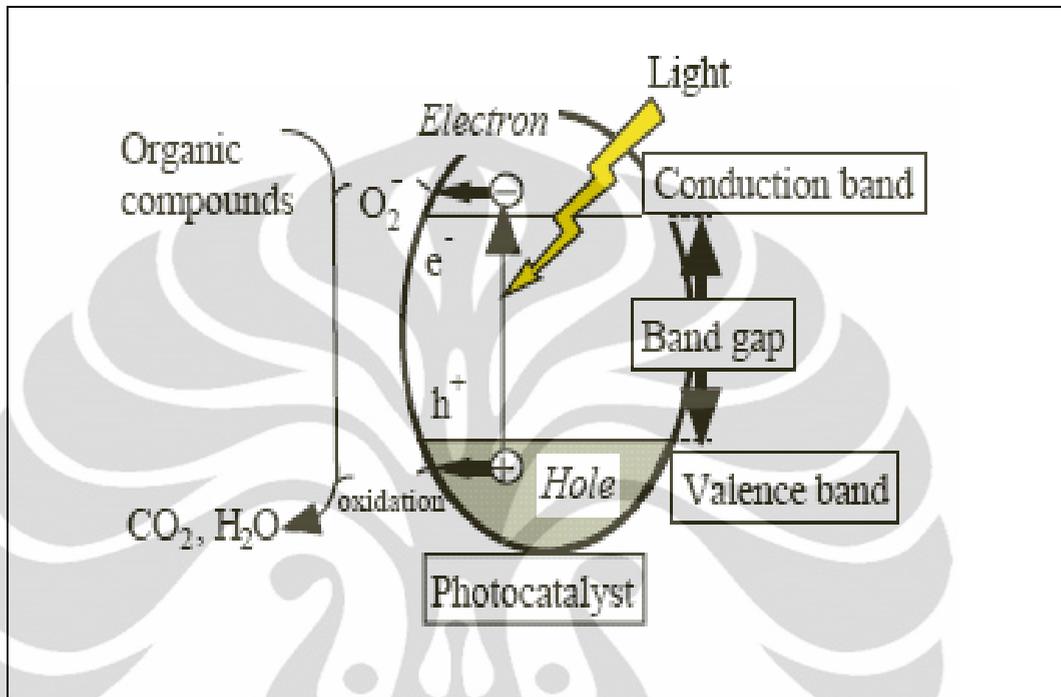
1. Inert secara biologi dan kimia
2. Mempunyai daya oksidasi tinggi
3. Stabil terhadap korosi akibat foton dan reaksi kimia
4. Tidak beracun
5. Harga relatif murah dan memiliki kelenturan tinggi

Titanium dioksida mempunyai 3 macam struktur kristal, yaitu :

1. Anatase, cenderung stabil pada suhu rendah, yang dapat diamati pada pemanasan sol TiO_2 dari 120⁰C dan mencapai sempurna pada 500⁰C, mengalami distorsi orthorombik yang lebih besar dibanding rutile, setiap oktahedron dikelilingi 8 oktahedron tetangga, luas permukaannya lebih besar dibandingkan rutile sehingga lebih banyak menyerap cahaya.
2. Rutile, cenderung lebih stabil pada suhu tinggi, sehingga seringkali terdapat dalam batuan igneous (beku karena perapian), pada suhu 700⁰C mulai terjadi penurunan luas permukaan serta pelemahan aktivitas fotokatalisis secara drastis, setiap oktahedron dikelilingi 10 oktahedron tetangga serta mempunyai sistem kristal tetragonal.







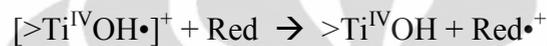


3. Rekombinasi pembawa muatan disertai pembebasan energi dalam bentuk panas

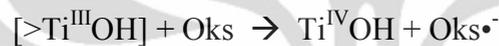


4. Transfer muatan antar muka

Reaksi oksidasi oleh hole pada pita valensi



Reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi



Keterangan :

e^-_{cb} : elektron pada pita konduksi

h^+_{vb} : hole pada pita valensi

$>TiOH$: permukaan TiO_2 dalam keadaan terhidrat

$[>Ti^{IV}OH\cdot]^+$: hole yang terjebak dipermukaan

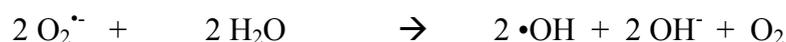
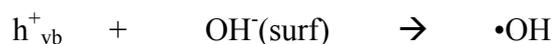
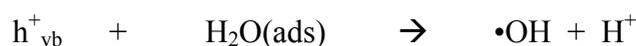
$[>Ti^{III}OH]$: elektron pita konduksi yang terjebak di permukaan

Red : reduktor, donor elektron

Oks : oksidator, akseptor elektron

Reaksi degradasi fotokatalitik secara tidak langsung terjadi melalui radikal hidroksil ($\cdot OH$) yang dihasilkan akibat interaksi hole dengan air (H_2O) atau dengan ion hidroksil (OH^-). Reaksi hidroksil juga dapat terbentuk melalui reaksi reduksi molekul oksigen oleh elektron pada pita konduksi (e^-_{cb}).

Reaksi pembentukan radikal hidroksil dapat dituliskan sebagai berikut :



Elektron pada pita konduksi kemungkinan bereaksi dengan molekul oksigen untuk membentuk ion superoksida ($O_2^{\cdot-}$) yang selanjutnya membentuk radikal hidroksil ($\cdot OH$). Radikal hidroksil sangat reaktif dan akan menyerang molekul-molekul organik dan mendegradasinya menjadi CO_2 dan H_2O .

2.3 Fotoelektrokatalitik

Fotoelektrokatalitik adalah suatu proses/reaksi katalitik dengan bantuan foton dan tegangan listrik. Mekanisme reaksinya tidak jauh berbeda dengan fotokatalitik pada umumnya, hanya ditambah dengan adanya variabel medan elektrik, dimana dapat diamati adanya hubungan antara reaksi fotokatalitik yang terjadi dengan arus yang dihasilkan.

Adanya tegangan bias potensial positif yang diberikan pada sistem fotokatalisis, membuat elektron-elektron hasil oksidasi senyawa-senyawa organik ditangkap oleh elektroda kerja. Fotoelektron selanjutnya dipaksa melewati rangkaian eksternal menuju elektroda bantu, dimana reduksi air atau oksigen terjadi. Bias potensial yang tepat dapat memicu terjadinya oksidasi zat organik dan air. Elektron-elektron yang dihasilkan akan melewati rangkaian sel menuju potensiometer dan dapat ditentukan kuat atau rapat arusnya. Arus yang dihasilkan melalui proses fotokatalitik disebut *photocurrent* dan merupakan ukuran langsung oksidasi senyawa-senyawa organik (Anderson, M.A., et al., 1996 ; Zhao, H., et al., 2004 dan Zhang, S., et al., 2006).

2.4 Metode Fotoelektrokatalitik Untuk Degradasi Zat Warna *Congo Red*

Degradasi zat warna azo *Congo red* secara fotoelektrokatalisis menerapkan prinsip bahwa dengan pemberian bias potensial yang optimum dapat mencegah terjadinya proses rekombinasi antara *hole* dan elektron sehingga reaksi oksidasi yang terjadi oleh *hole* terhadap polutan-polutan organik dapat berlangsung maksimum. Dengan demikian metode ini diharapkan dapat menjadi salah satu metode alternatif terpilih untuk pengolahan limbah, khususnya limbah cair organik *non biodegradable* menjadi *biodegradable* berupa senyawa-senyawa yang tidak berbahaya (Gunlazuardi, G., 2007).

2.5 Sinar Ultra Violet (UV)

Sinar ultra violet seringkali dikelompokkan (berdasarkan *anecdotal affect*) menjadi :

1. UV-A (315-400 nm); kelompok sinar uv yang paling rendah tingkat bahayanya, seringkali disebut sebagai *black light*.
2. UV-B (280-315 nm); kelompok sinar uv yang cukup merusak, mempunyai energi yang cukup untuk merusak jaringan biologis, namun terabsorpsi baik oleh atmosfer bumi. Dikenal dapat menyebabkan kanker kulit jika terekspos ke kulit.
3. UV-C (100-280 nm); sinar matahari pada spektrum ini hampir seluruhnya diabsorpsi oleh atmosfer. Tumbukan antara uv-c dengan oksigen dapat menghasilkan ozon. Lampu uv yang mempunyai spektrum energi uv-c disebut sebagai *germicidal lamp*, karena kemampuannya mematikan bakteri.

2.6 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 merupakan gugus yang tidak berwarna dan dapat menjadi berwarna apabila terikat pada sistem ikatan rangkap terkonjugasi (Ismaningsih, 1979). Molekul yang mengandung gugus kromofor dan sistem ikatan rangkap terkonjugasi disebut kromogen. Kromogen bukan suatu zat warna , untuk mengubahnya menjadi zat warna maka harus ditambahkan gugus lain, yang disebut gugus auksokrom. Gugus auksokrom ini berfungsi mengaktifkan kerja kromofor dan memberikan daya ikat terhadap serat yang diwarnai.

Gugus auksokrom terbagi 2 kelompok, yaitu :

1. Kelompok kation : $-\text{NHCH}_3$; $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$; $-\text{NH}_2$
2. Kelompok anion : $-\text{SO}_3\text{H}$; $-\text{COOH}$; $-\text{OH}$

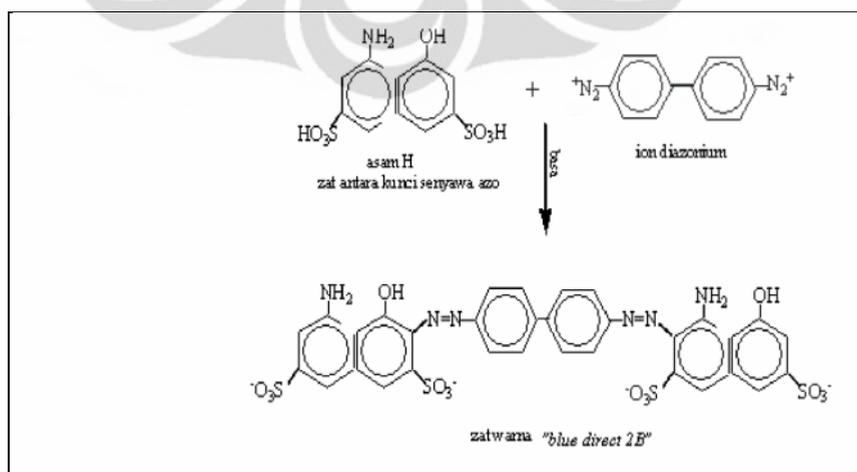
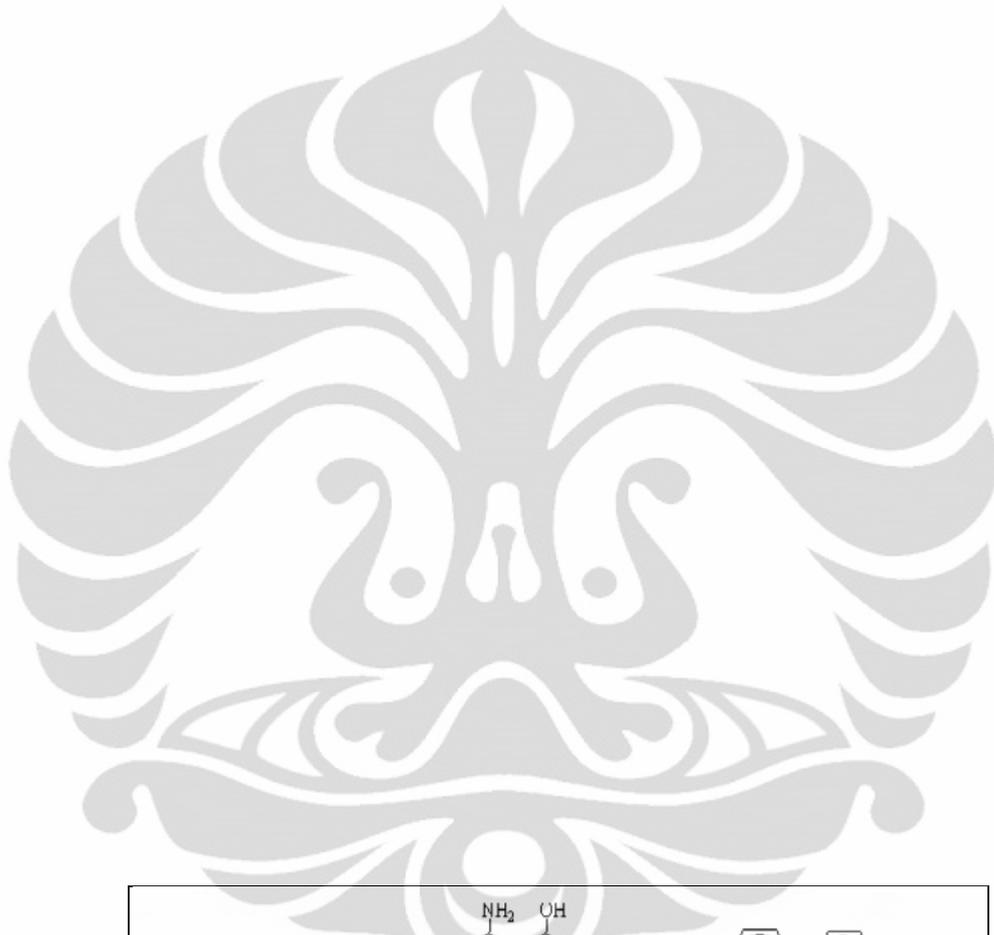
Pada tabel 2.1 dapat dilihat beberapa nama gugus kromofor dan memberi daya ikat terhadap serat yang diwarnainya.

Tabel 2.1 Nama dan Struktur Kimia Kromofor

Nama Gugus	Struktur Kimia
Nitroso	$-\text{NO}$
Nitro	NO_2
Grup Azo	$-\text{N}=\text{N}-$
Grup Etilen	$>\text{C}=\text{C}<$
Grup Karbonil	$-\text{C}=\text{O}$
Grup Karbon – Nitrogen	$-\text{C}=\text{NH}$; $\text{CH}=\text{N}-$

2.6.1 Penggolongan Zat Warna

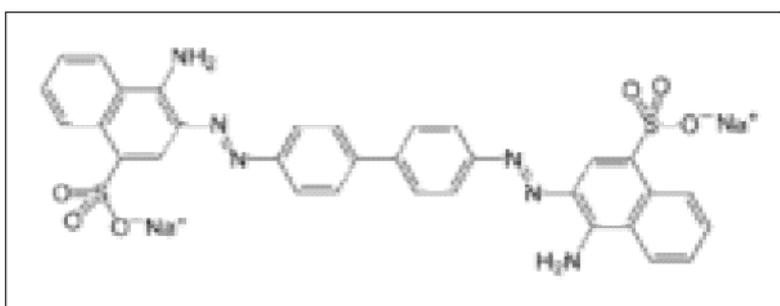
Zat warna dapat digolongkan menurut sumber diperolehnya yaitu zat warna alam dan zat warna sintetik. Van Croft menggolongkan zat warna berdasarkan pemakaiannya, misalnya zat warna yang langsung dapat mewarnai serat disebutnya sebagai zat warna substantif dan zat warna yang memerlukan zat-zat pembantu supaya dapat mewarnai serat disebut zat warna reaktif. Kemudian Henneck membagi zat warna menjadi dua bagian menurut warna yang ditimbulkannya, yakni zat warna monogenetik apabila memberikan hanya satu warna dan zat warna poligenatik apabila dapat memberikan beberapa warna. Penggolongan zat warna yang lebih umum dikenal adalah berdasarkan konstitusi (struktur molekul) dan berdasarkan aplikasi (cara pewarnaannya) pada bahan, misalnya didalam pencelupan dan pencapan bahan tekstil, kulit, kertas dan bahan-bahan lain.



Senyawa azo dapat berupa senyawa aromatik atau alifatik. Senyawa azo aromatik bersifat stabil dan mempunyai warna menyala. Senyawa azo alifatik seperti dimetildiazin lebih tidak stabil. Dengan kenaikan suhu atau iradiasi, ikatan nitrogen dan karbon akan pecah secara simultan melepaskan gas nitrogen dan radikal. Dengan demikian, beberapa senyawa azo alifatik digunakan sebagai inisiator radikal.

Salah satu zat warna yang termasuk senyawa azo adalah *Congo red* (Dp., Steenma., 2001). *Congo red* merupakan garam sodium dari benzidinediazo-bis-1-naphthylamine-4-sulfonic acid. Bersifat larut dalam air, menghasilkan larutan koloid merah; kelarutannya akan lebih baik dalam pelarut organik seperti etanol. *Congo red* pertama kali disintesis pada tahun 1883 oleh Paul Bottiger yang bekerja kemudian untuk Friedrich Bayer Perusahaan Elberfeld, Jerman. Dia mencari pewarna tekstil yang tidak memerlukan langkah yang sulit. Perusahaan ini tidak tertarik pada warna merah cerah, jadi dia mengajukan paten di bawah namanya dan dijual ke perusahaan AGFA, Berlin. Kemudian AGFA memasarkan pewarna ini dengan nama "*Congo red*", nama yang menarik di Jerman pada tahun 1884 saat terjadi Konferensi Afrika di Berlin Barat, sebuah peristiwa penting dalam Kolonisasi Afrika. Zat warna ini sukses cukup besar secara komersial untuk AGFA. Pada tahun-tahun berikutnya, karena alasan yang sama, pewarna lainnya dipasarkan dengan nama "*Congo*": *Congo rubine*, *Congo corinth*, *brilliant Congo*, *Congo orange*, *Congo brown*, and *Congo blue*. "

Congo red mempunyai rumus bangun sebagai berikut :

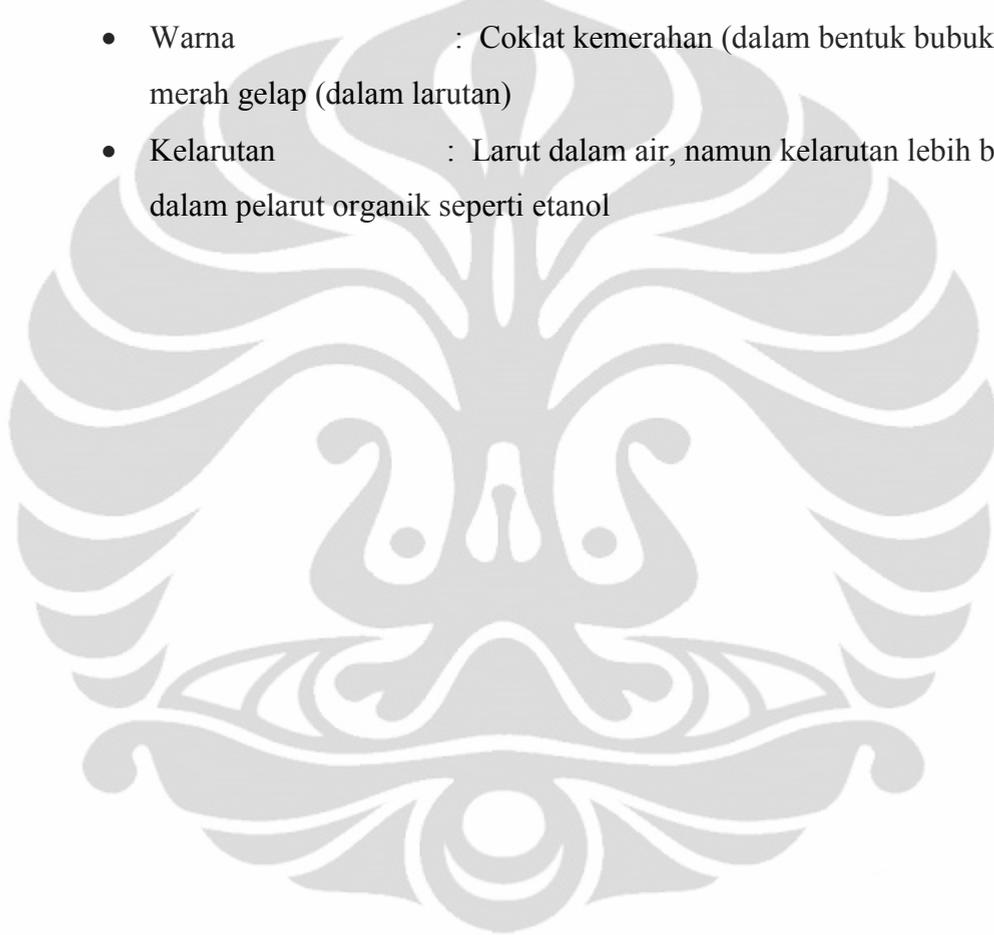


Gambar 2.6 Struktur kimia zat warna *Congo Red*

[Sumber : <http://en.wikipedia.org/wiki/File:>]

Dan berikut beberapa karakteristik dari zat warna *Congo red* :

- Nama IUPAC : Sodium 3,3'-(1E,1'E)-biphenyl-4,4'-diylbis(diazene- 2,1-diyl)bis(4- aminonaphthalene-1-sulfonate)
- Rumus molekul : $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$
- Berat molekul : 696,68 g/mol
- Warna : Coklat kemerahan (dalam bentuk bubuk) dan merah gelap (dalam larutan)
- Kelarutan : Larut dalam air, namun kelarutan lebih besar dalam pelarut organik seperti etanol



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan Peralatan

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zat warna azo *Congo red* (Merck), Titanium Tetra IsoPropoksida (TTIP) 97% v/v (Aldrich), Tin Chlorida (Merck), Asam fluorida (Merck), *Congo red*, Etanol absolut (Merck), Dietanolamin (Merck), Poli Etilen Glikol (PEG) 1000 (Merck), NaNO_3 , aquadest, dan lain-lain.

3.1.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah botol warna gelap bertutup, labu ukur, gelas piala, tabung reaksi, pipet volume, pipet ukur, pipet tetes, cawan tanur, bulb, dan lain-lain.

Peralatan analitis yang digunakan adalah reaktor UV untuk fotokatalisis, potensiostat, komputer dengan software EChem, 3 elektroda (elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda counter), alat bubbling, neraca analitik, furnace, spektrofotometer UV Vis, oven, tanur, dan lain-lain.

3.2 Prosedur kerja

3.2.1 Preparasi Tabung Gelas Berpenghantar

Tabung gelas berpenghantar telah tersedia (cara pembuatannya dapat dilihat pada Lampiran 2), sehingga langkah selanjutnya adalah pemotongan tabung dengan panjang 4 cm kemudian dihaluskan dengan amplas.

3.2.2 Pembuatan Sol TiO₂ dan Preparasi Elektroda IWCGT-TiO₂

- Dimasukkan 2,4 mL Dietanolamin (DEA) dan 35 mL etanol absolut ke dalam gelas piala 100 mL, kemudian ditambahkan 7,5 mL TTIP, campuran diaduk menggunakan stirer selama 2 jam.
- Setelah 2 jam, campuran tersebut ditambahkan larutan etanol-air (4,5 mL : 0,5 mL) dengan cara tetes demi tetes .
- Langkah-langkah tersebut dilakukan sebanyak 3 kali untuk membuat variasi penambahan PEG, yaitu masing-masing : tanpa penambahan PEG, dengan penambahan PEG 0,02 M (dalam penelitian ini 1 gram) dan dengan penambahan PEG 0,04 M (dalam penelitian ini 2 gram)
- Masing-masing campuran diaduk kembali selama 2 jam, sehingga didapatkan sol TiO₂.
- Tabung gelas yang telah disiapkan dicelupkan kedalam sol TiO₂ ± $\frac{3}{4}$ bagian, didiamkan sesaat, lalu diangkat dan ditiriskan dengan kertas tissue untuk menyerap cairan yang berlebihan di bagian bawah.
- Tabung diletakkan diatas aluminium foil dan dibiarkan kering pada suhu kamar.
- Setelah kering tabung-tabung tersebut dimasukkan ke oven 100°C selama 1 jam kemudian dikalsinasi pada suhu 450°C selama 1 jam (kenaikan suhu diatur ± 4°C/menit).
- Setelah dingin pada suhu kamar, tabung ditutup dengan *object glass* persegi dan dilem dengan lem kaca hingga rapat dan tidak bocor. Diusahakan lem sesedikit mungkin mengenai bagian dalam tabung.

3.2.3 Karakterisasi Katalis TiO₂

- Untuk mengetahui energi celah TiO₂ yang terbentuk pada lapisan dinding dalam tabung dilakukan analisis DRS menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

- Untuk mengetahui struktur permukaan dan porositas TiO₂ tabung gelas yang telah diimmobilisasi TiO₂/SnO₂-F digunakan alat SEM.
- Untuk mengetahui jenis kristal TiO₂ yang terbentuk digunakan alat XRD.

3.2.4 Pengujian Kinerja Elektroda IWCGT-TiO₂

- Dilakukan dengan mengamati pembentukan *photocurrent* pada variasi penambahan PEG 0,02 M dan 0,04 M dengan linier sweep voltametri (LSV) dan dipilih variasi PEG yang dapat menghasilkan *photocurrent* tertinggi.
- Dilakukan juga variasi bias potensial, yaitu 200, 300, dan 400 mV untuk mengetahui pemberian potensial terbaik dalam penelitian ini.
- Semua pengujian dilakukan menggunakan sel elektrokimia yang telah dibuat dan diisi dengan 10 mL larutan *Congo red* 10 ppm.

3.2.5 Penentuan Persentase Berkurangnya Konsentrasi Zat Warna Azo *Congo Red* Secara Fotoelektrokatalitik

Semua eksperimen fotoelektrokimia dilakukan pada suhu kamar dalam tiga elektroda sel elektrokimia. Iluminasi dilakukan dengan menggunakan sumber cahaya lampu UV 4 W x 7 buah. Elektroda lapisan TiO₂ digunakan sebagai elektroda kerja, elektroda Ag/AgCl jenuh sebagai elektroda pembanding dan elektroda Platinum digunakan sebagai elektroda counter. Larutan NaNO₃ 0,1 M digunakan sebagai supporting elektrolit. Untuk memberikan bias potensial pada pengukuran linier sweep voltametri (LSV), *photocurrent* dan multi pulse amperometri (MPA) digunakan alat potensiostat eDAQ 401 (Surahman, Hedi., 2006).

Degradasi dilakukan terhadap larutan *Congo red* konsentrasi 10 ppm dengan volume 10 mL, dalam reaktor UV, yang dilengkapi dengan 3 elektroda diatas dan alat bubbling. Potensial dan arus direkam dengan komputer yang dilengkapi dengan software Echem.

Penentuan persentase degradasi zat warna *Congo red* dilakukan dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan UV-Vis. Pengukuran dilakukan dengan interval waktu 2 dan 10 menit pada bias potensial positif.

3.2.6 Penentuan Persentase Berkurangnya Konsentrasi Zat Warna Azo *Congo Red* Secara Fotokatalitik

Pendegradasian zat warna *Congo red* dilakukan secara fotokatalitik yakni dengan menggunakan tabung yang dilapisi TiO₂ dan diiradiasi dengan sinar UV seperti pada metode fotoelektrokatalitik, hanya saja tanpa dilengkapi dengan elektroda.

Hasil proses ini, yakni persentase degradasi larutan *Congo red* dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan *Congo red* pada panjang gelombang maksimumnya menggunakan UV-Vis. Volume larutan *Congo red* adalah 10 mL dan konsentrasi yang digunakan adalah 10 ppm.

3.2.7 Penentuan Persentase Berkurangnya Konsentrasi Zat Warna Azo *Congo Red* Secara Fotolitik dan Katalitik

Pendegradasian dilakukan sama seperti metode fotokatalitik hanya saja untuk fotolitik digunakan tabung polos tanpa lapisan TiO₂ dengan diiradiasi sinar UV, sedangkan untuk katalitik menggunakan tabung yang dilapisi TiO₂ tanpa diiradiasi sinar UV.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

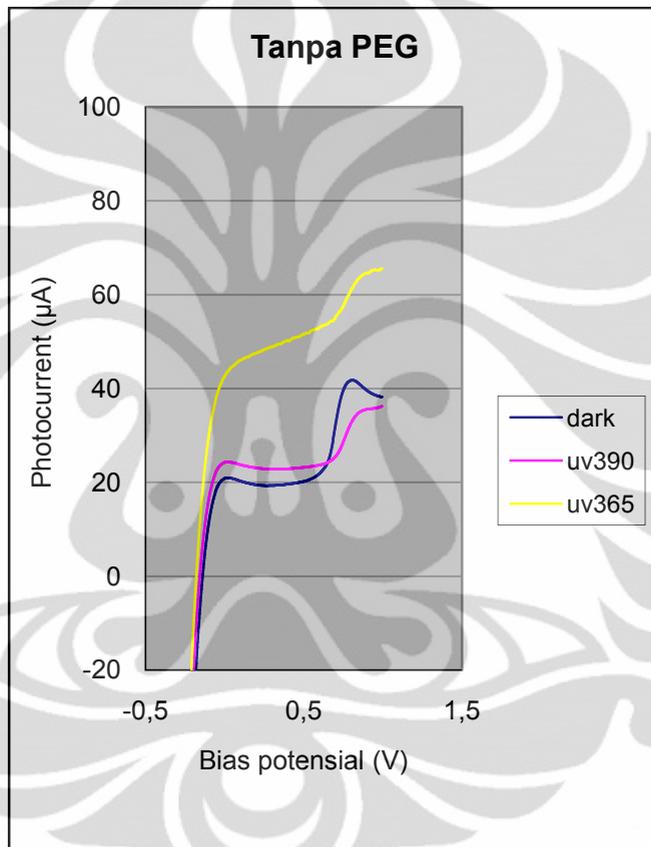
4.1 Pembuatan Sol TiO₂ dan Variasi Penambahan PEG

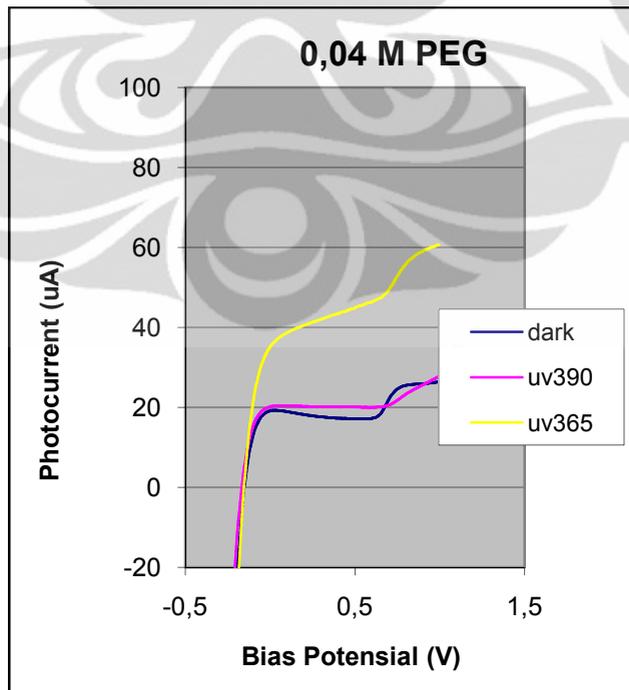
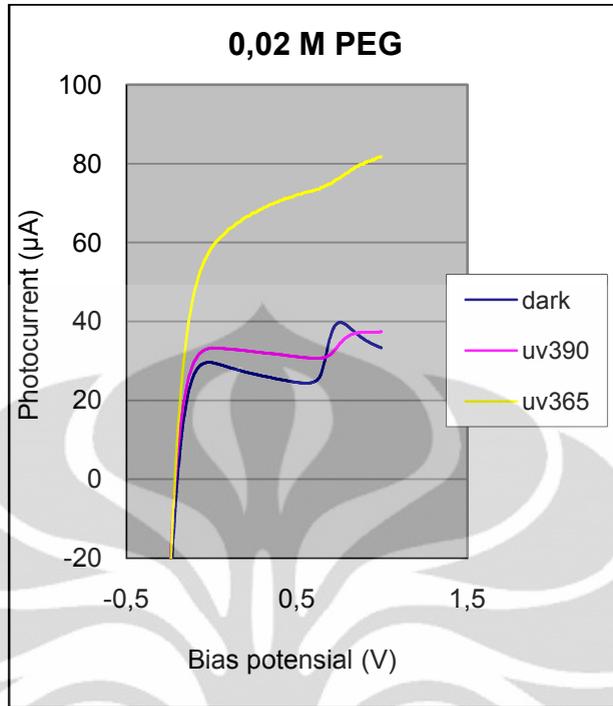
Sol TiO₂ dibuat dengan cara mencampurkan terlebih dahulu larutan DEA dan etanol absolut, setelah tercampur baru ditambahkan TTIP untuk mencegah hidrolisis yang terlalu cepat karena TTIP sangat mudah terhidrolisis jika terkena air. Campuran kemudian diaduk selama 2 jam, lalu ditambahkan tetes demi tetes etanol-air dan variasi penambahan PEG.

Penambahan PEG dimaksudkan sebagai *template* untuk membuat porous pada permukaan lapisan tipis TiO₂. Diharapkan dengan terbentuknya porous, maka luas permukaan katalis TiO₂ akan bertambah, sehingga kinerjanya sebagai katalis heterogen akan meningkat. Aktifitas fotoelektrokatalitik pada film TiO₂ yang memiliki pori akan lebih tinggi dibandingkan dengan film TiO₂ yang tidak berpori (Zanga, Wenji., 2011). Dengan demikian akan semakin banyak zat-zat organik yang terdegradasi. Namun penambahan PEG memiliki batas optimum. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dicari berapa batas optimum penambahan PEG.

Percobaan dilakukan dengan tiga variasi penambahan PEG, yaitu tanpa PEG, penambahan 0,02 M PEG dan 0,04 M PEG dan dilakukan uji kinerja dalam kaitannya untuk degradasi zat organik secara fotoelektrokatalitik. Hasil percobaan menunjukkan bahwa penambahan 0,02 M PEG memberikan film dengan performa terbaik. Hal ini didasarkan pada uji terbentuknya *photocurrent* dengan *linier sweep voltamogram*, dimana pada penambahan 0,02 M PEG didapatkan arus yang dihasilkan paling tinggi dibandingkan pada tanpa penambahan PEG dan penambahan 0,04 M PEG gram. Penjelasan yang dapat diberikan adalah bahwa tingginya arus cahaya menggambarkan banyaknya pasangan elektron dan *hole*, dimana semakin banyak *hole* akan memberikan potensi kinerja degradasi lebih baik.

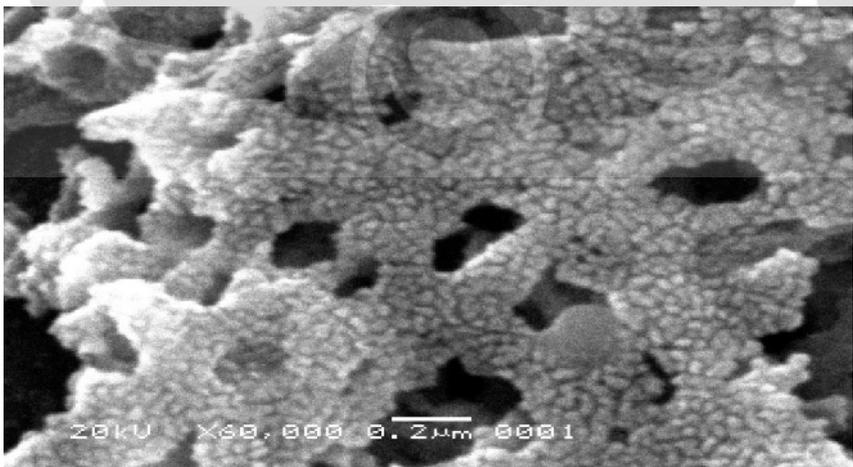
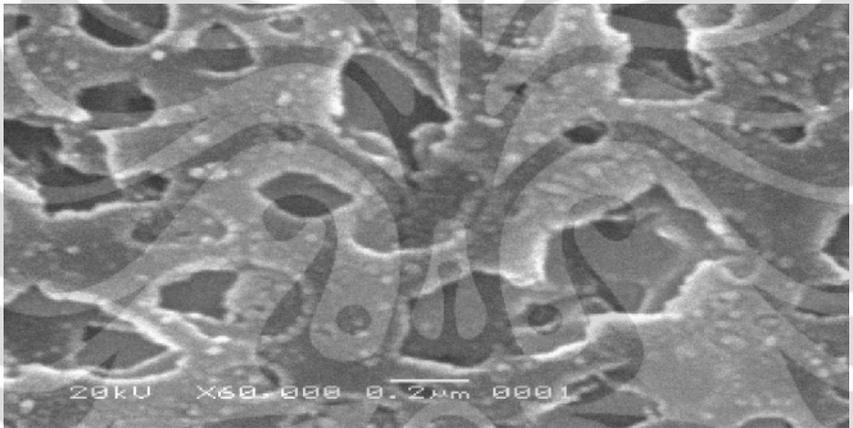
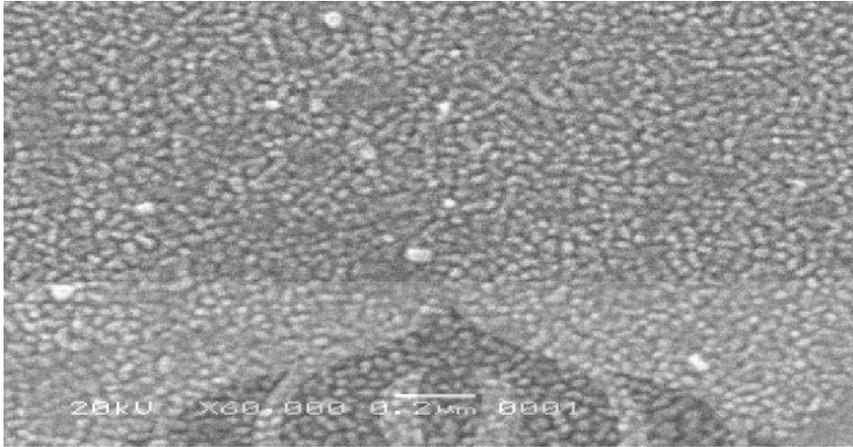
Hal tersebut juga didukung dari pengujian karakteristik dengan SEM dimana terlihat bahwa pada variasi tanpa penambahan PEG tidak ada porous yang terbentuk namun dengan penambahan PEG 0,02 M dan 0,04 M terlihat adanya











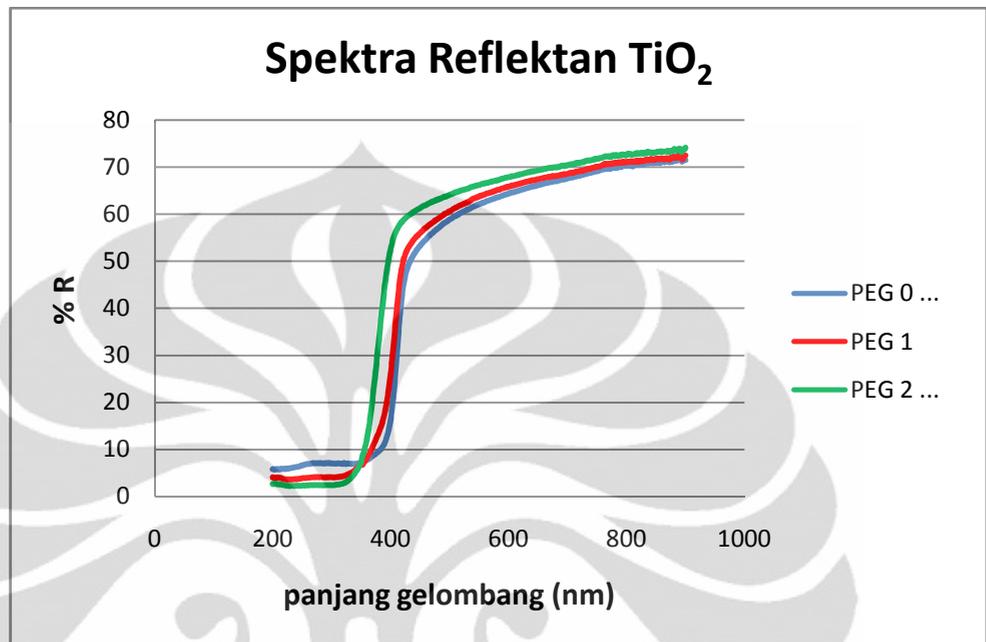
Sedangkan pada variasi penambahan 0,02 M dan 0,04 M PEG ditemui adanya gambaran porositas (terlihat pada gambar 4.6 dan 4.7). Adanya porous pada lapisan TiO₂ membuat luas permukaan katalis tersebut semakin bertambah, sehingga sebagai katalis heterogen diharapkan akan banyak zat-zat organik yang teradsorpsi pada permukaannya maka semakin banyak yang terdegradasi.

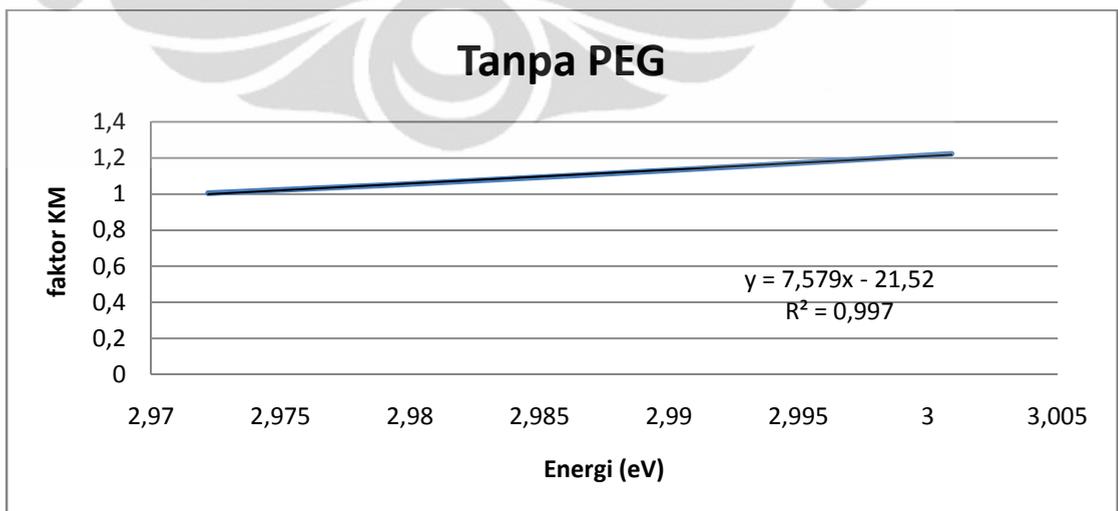
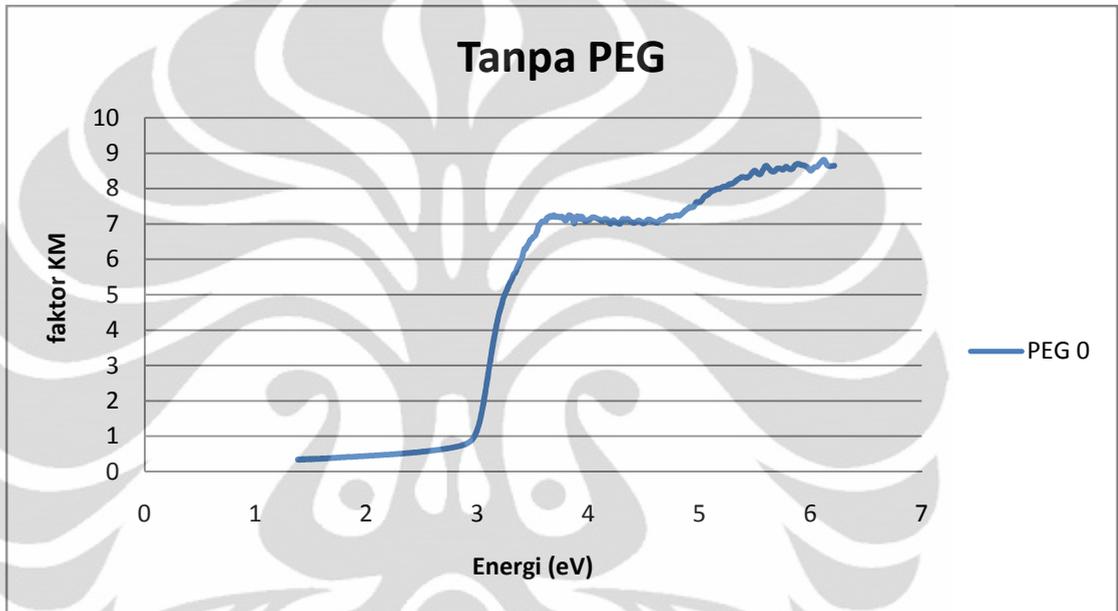
Pada variasi penambahan PEG baik 0,02 M maupun 0,04 M, jumlah pori yang terbentuk cukup banyak. Perbedaannya, pada variasi penambahan 0,04 M PEG meskipun jumlah pori yang terbentuk cukup banyak, namun terlihat permukaan lapisan yang lebih tebal dan bertumpuk, sehingga sisi bagian dalam kurang dapat diakses oleh foton dan reaktan. Pada katalis seperti TiO₂ kurangnya cahaya/foton menyebabkan jumlah elektron dan hole yang dihasilkan berkurang akibat reaksi fotokimia menurun. Hasil ini mengindikasikan bahwa aktifitas fotokatalitik dari lapisan film TiO₂ ditentukan oleh banyak faktor diantaranya adalah jumlah porous yang ada dan ketebalan lapisan (Yu Jiaguo., et al., 2000). Dengan alasan tersebut, pada penelitian ini didapatkan variasi penambahan 0,02 M PEG memberikan hasil yang lebih baik pada uji kinerja untuk metode fotoelektrokatalitik dibandingkan pada variasi penambahan 0,04 M PEG.

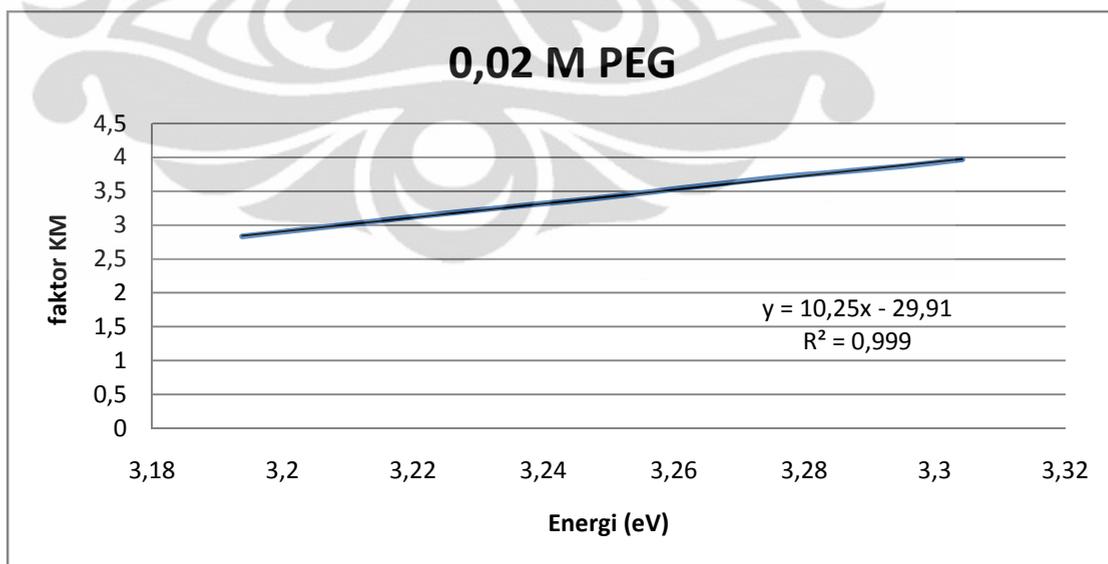
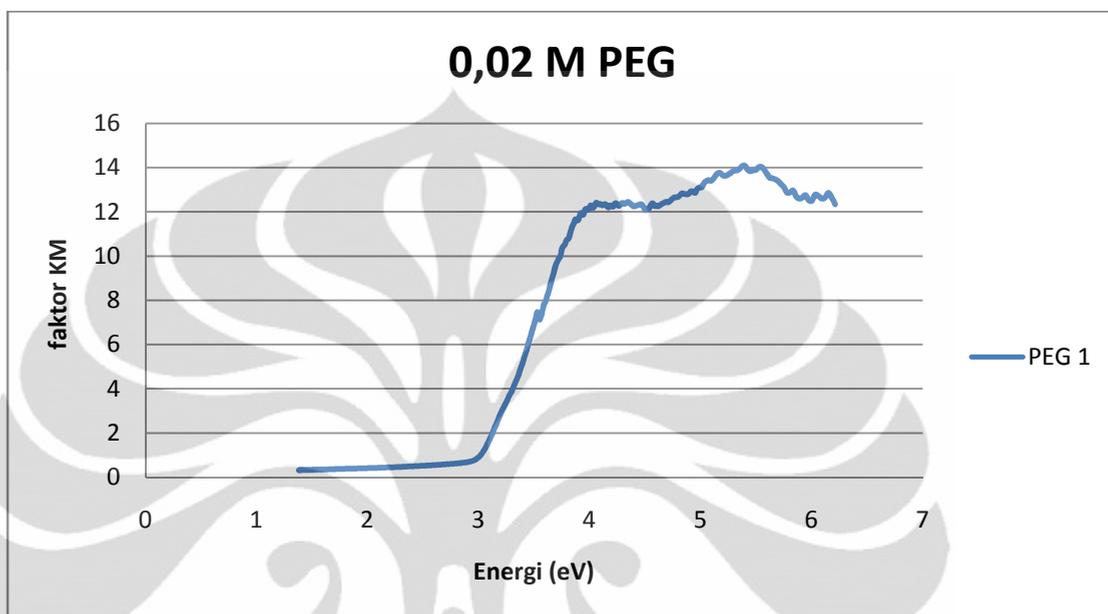
4.3.2 Karakterisasi dengan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy*

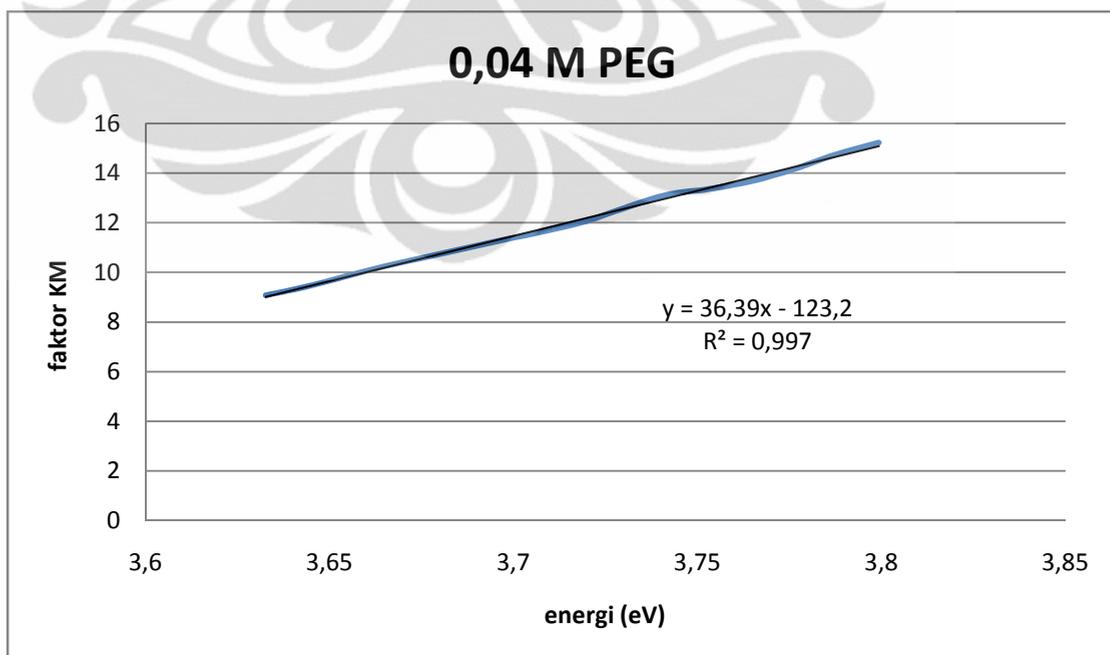
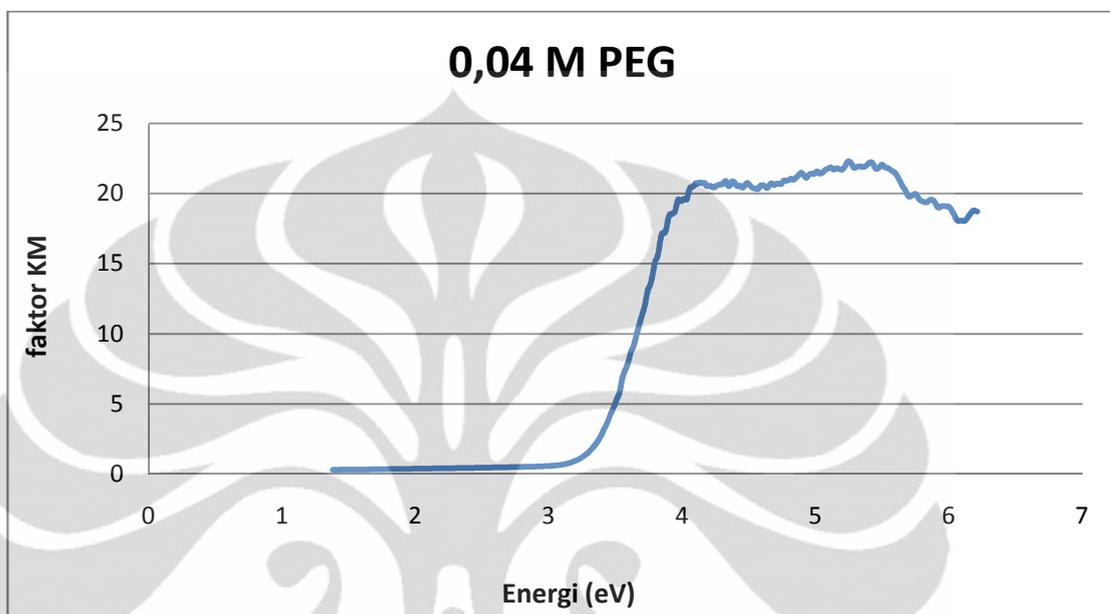
Suatu semikonduktor seperti yang digunakan pada penelitian ini, yakni TiO₂ memiliki dua buah pita utama yaitu pita valensi dan pita konduksi. Pita yang lebih rendah yaitu pita valensi memiliki orbital yang terisi elektron-elektron valensi dan pita konduksi yang tidak terisi elektron dan merupakan keadaan tereksitasi tingkat pertama. Kedua pita tersebut dipisahkan oleh energi celah (*band gap*), yang besarnya berbeda-beda untuk tiap semikonduktor. Saat diberikan iradiasi dengan foton yang memiliki energi yang lebih besar atau sama dengan *band gap* maka elektron pada pita valensi akan tereksitasi menuju pita konduksi dan bergerak bebas sebelum berekombinasi atau pindah ke sistem eksternal.

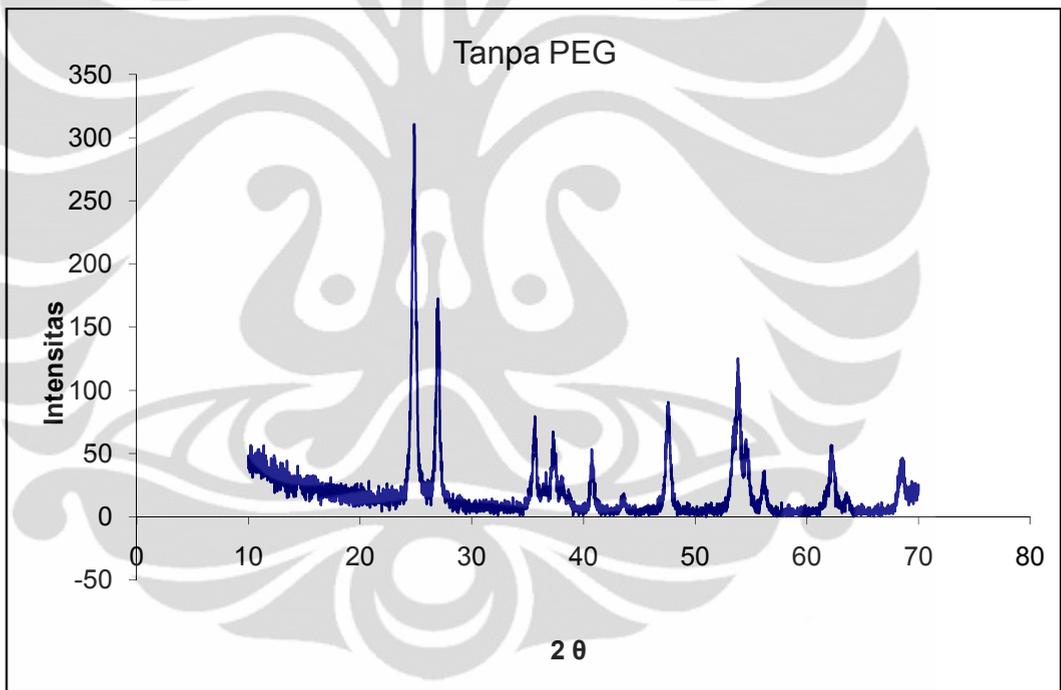
Pengukuran *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) pada daerah UV-Vis dilakukan untuk menentukan nilai energi celah TiO₂ hasil sintesis. Pengukuran











Kartu interpretasi

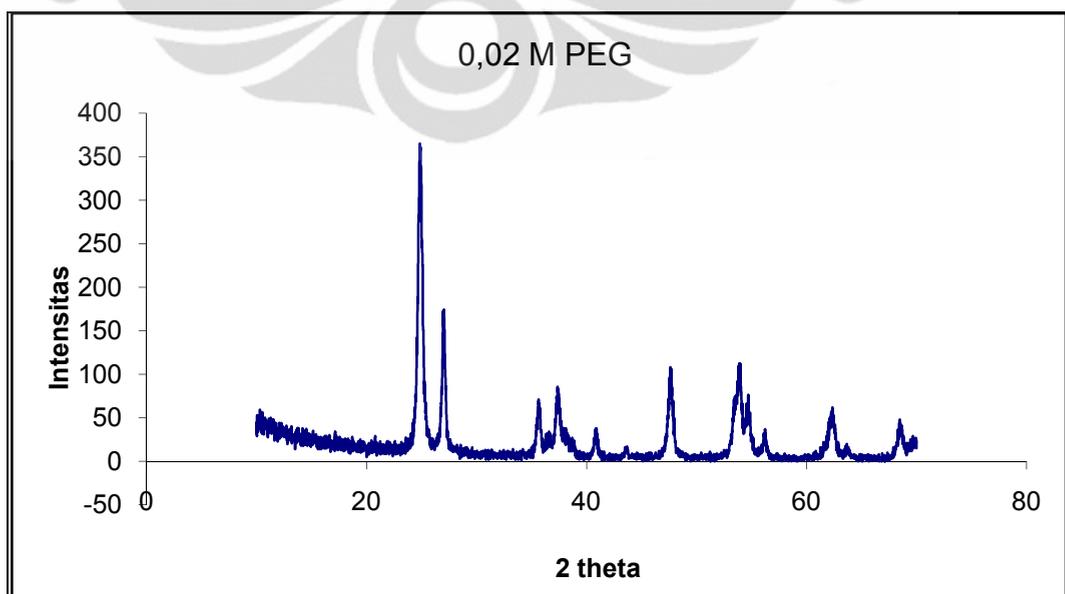
data d (Å)

Pengukuran TiO₂ Keterangan
 sintesis d (Å) tanpa
 PEG

Anatase

Rutile

Anatase	Rutile	Pengukuran TiO ₂ Keterangan sintesis d (Å) tanpa PEG
3,51	3,25	3,58 anatase
2,43	2,49	2,52 rutile
2,38	2,19	2,41 anatase
2,33	2,05	2,22 anatase
1,89	1,69	1,91 anatase
1,70	1,62	1,70 anatase
1,67	1,48	1,64 anatase
1,49	1,36	1,49 anatase
1,48	1,35	1,37 rutile

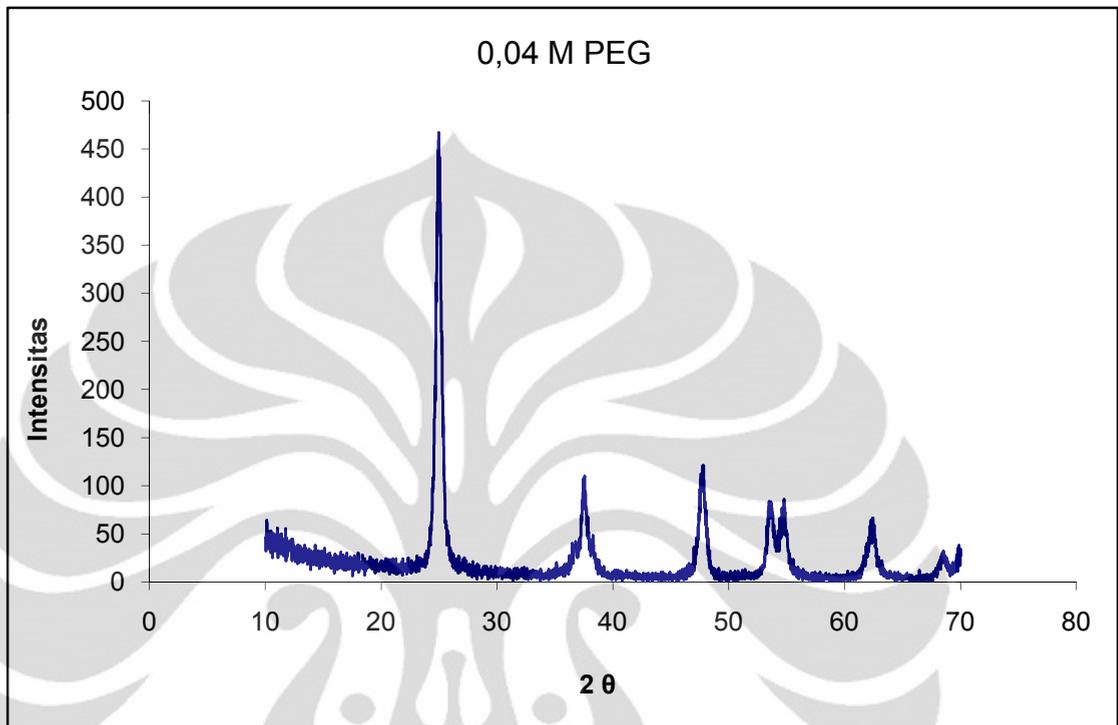


Hasil difraksi sinar-X menunjukkan bahwa kristal TiO₂ hasil sintesis variasi penambahan 0,02 M PEG memberikan intensitas relatif tertinggi pada sudut $2\theta = 24,82^\circ$ dengan nilai $d = 3,58$ yang merupakan ciri khas sudut difraksi dari kristal anatase.

Dengan membandingkan nilai 2θ atau $d(\text{\AA})$ dari puncak-puncak yang signifikan hasil pengukuran dengan kartu hasil interpretasi data kristal TiO₂ standar, diperoleh hasil bahwa struktur kristal TiO₂ hasil sintesis variasi penambahan 0,02 M PEG adalah sebagian besar anatase dengan campuran sedikit rutilite sebagaimana terlihat pada tabel berikut :

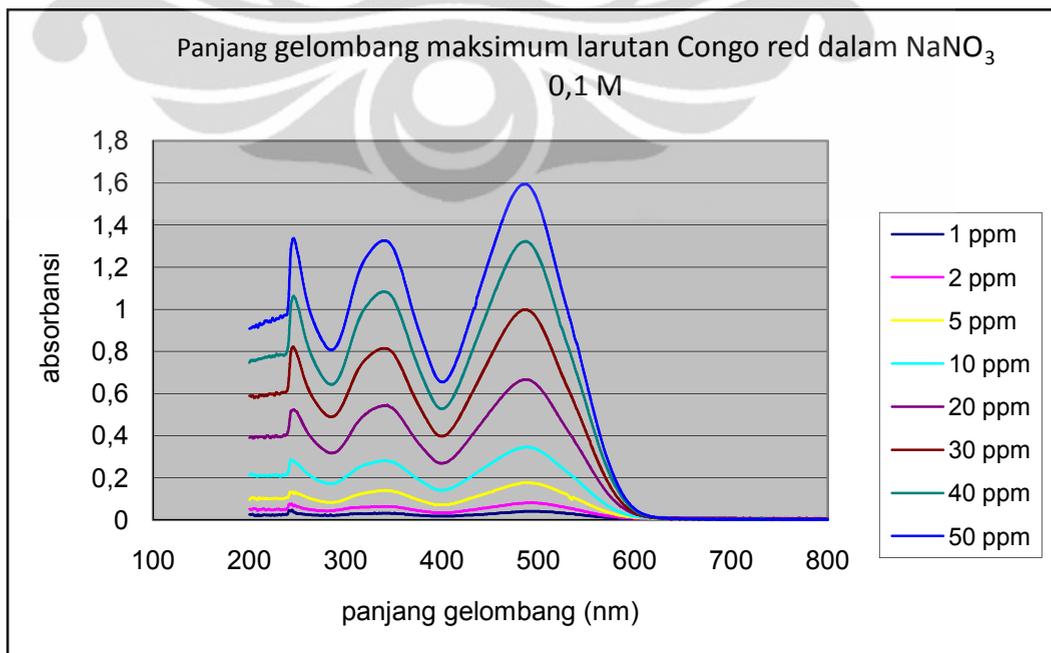
Tabel 4.2 Nilai d (\AA) dari hasil pengukuran & kartu interpretasi data TiO₂ variasi penambahan 0,02 M PEG

Kartu interpretasi data d (\AA)		Pengukuran TiO ₂ sintesis d (\AA) 0,02 M PEG	Keterangan
Anatase	Rutile		
3,51	3,25	3,58	anatase
2,43	2,49	3,30	rutile
2,38	2,19	2,52	anatase
2,33	2,05	2,41	anatase
1,89	1,69	2,21	anatase
1,70	1,62	1,91	anatase
1,67	1,48	1,70	anatase
1,49	1,36	1,49	anatase
1,48	1,35	1,37	rutile



Kartu interpretasi

data d (Å)		Pengukuran TiO ₂ sintesis variasi 0,04 M PEG	Keterangan
Anatase	Rutile	d (Å)	
3,51	3,25	3,57	anatase
2,43	2,49	2,39	anatase
1,89	1,69	1,91	anatase
1,70	1,62	1,71	anatase
1,67	1,48	1,68	anatase
1,49	1,36	1,49	anatase
1,48	1,35	1,37	rutile

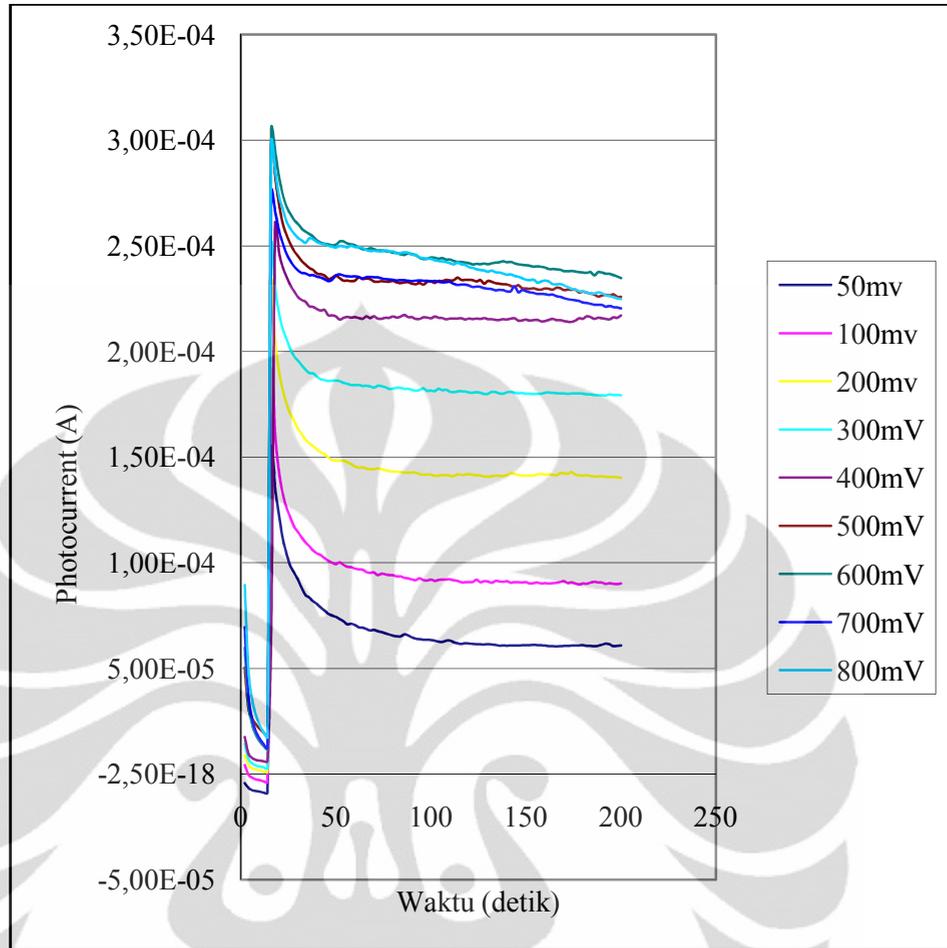


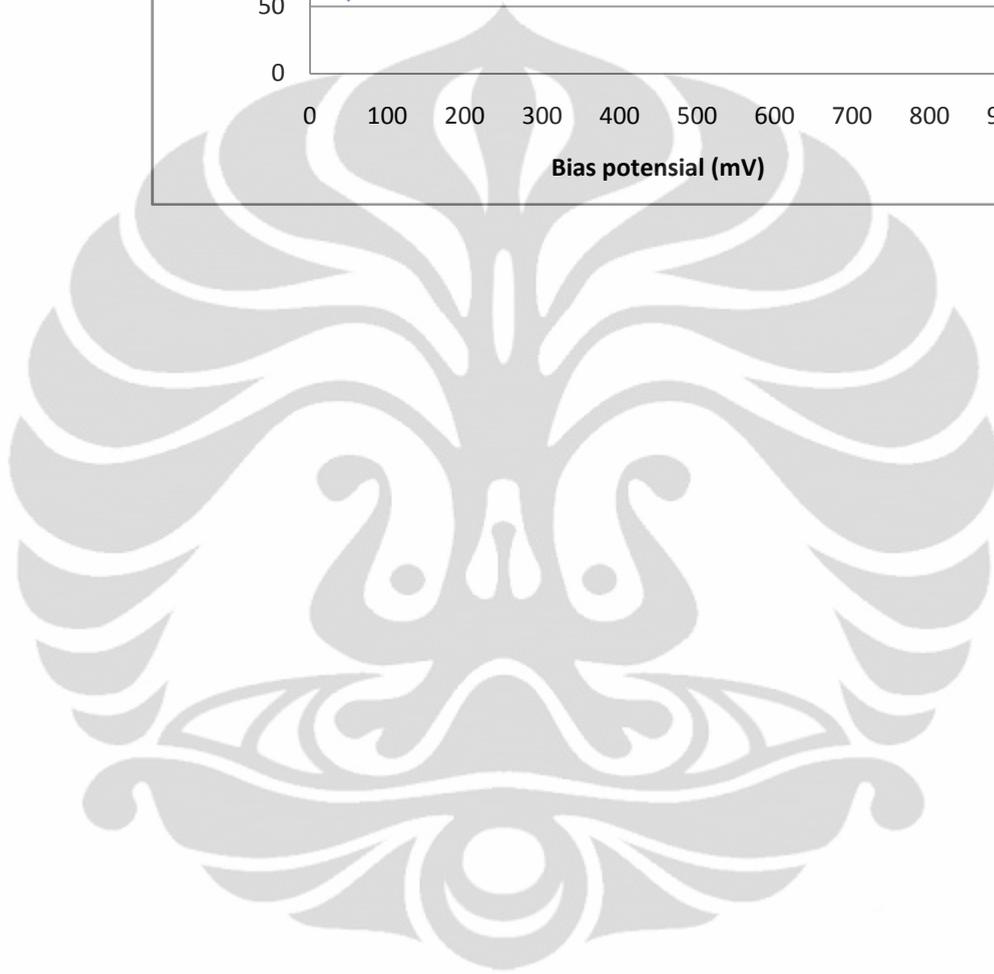
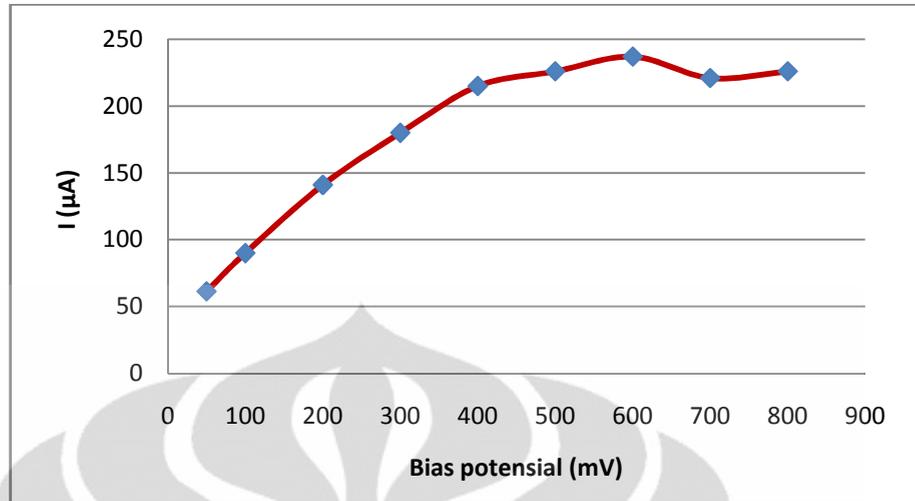
Gambar 4.19 Panjang Gelombang Maksimum Larutan *Congo red* dalam NaNO_3 0,1 M

Berdasarkan pengujian yang dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 2450 didapatkan panjang gelombang maksimum untuk penentuan konsentrasi larutan *Congo red* dalam NaNO_3 0,1 M adalah pada 489 nm, dan panjang gelombang inilah yang digunakan pada penentuan konsentrasi larutan *Congo red* hasil degradasi.

4.4.2 Variasi Bias Potensial

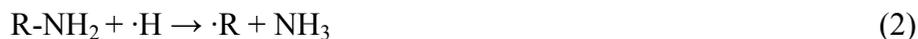
Bias potensial merupakan faktor penting yang dapat mencegah rekombinasi *photoelektron* dan *photohole*. Rekombinasi tersebut merupakan salah satu penyebab rendahnya efisiensi teknologi fotokatalitik. Sehingga hal ini berkaitan pula dengan efektifitas degradasi zat-zat polutan organik. Teknik pemberian bias potensial untuk mencegah rekombinasi *photoelektron* dan *photohole* pertama kali dilakukan oleh Fujishima dan Honda (Fujishima, et al., 1972). Pemberian bias potensial mengakibatkan *external force* untuk memisahkan *photoelectron* dengan memindahkan elektron melalui eksternal sirkuit ke elektroda counter. Hal ini dapat meminimalkan terbentuknya elektron pada permukaan TiO_2 . Pada *range* potensial rendah laju pemisahan *photoelektron* proporsional dengan medan listrik yang melewati lapisan TiO_2 . Derajat pembentukan elektron pada permukaan partikel menurun dengan meningkatnya bias potensial yang diberikan. Oleh karena itu laju oksidasi fotokatalitik secara keseluruhan (*photocurrent*) meningkat dengan bias potensial. Pada kondisi ini proses keseluruhan dikontrol dengan migrasi elektron dalam lapisan semikonduktor TiO_2 . Ketika bias potensial yang diberikan cukup tinggi, tidak ada lagi pembentukan elektron pada permukaan partikel TiO_2 dan laju oksidasi hanya ditentukan oleh laju penangkapan *photohole* pada permukaan partikel TiO_2 (Zhao,H., et al., 2004).







Kemungkinan reaksi lain yang terjadi dalam larutan adalah reaksi pengikatan proton, terutama dari degradasi gugus amino sehingga meningkatkan pembentukan amonia sebagai ion amonium seperti pada reaksi (2) dan (3) berikut :



Reaksi (2) dan (3) menunjukkan pembentukan ion amonium (NH_4^+) melalui serangan atom radikal hidrogen ($\text{H}\cdot$) terhadap atom nitrogen pada gugus amino.

Radikal atom hidrogen dapat dihasilkan oleh reaksi redoks (4), reaksi fotoreduksi proton (5), atau oleh reaksi asam organik dengan hole (6) seperti pada reaksi dibawah ini :

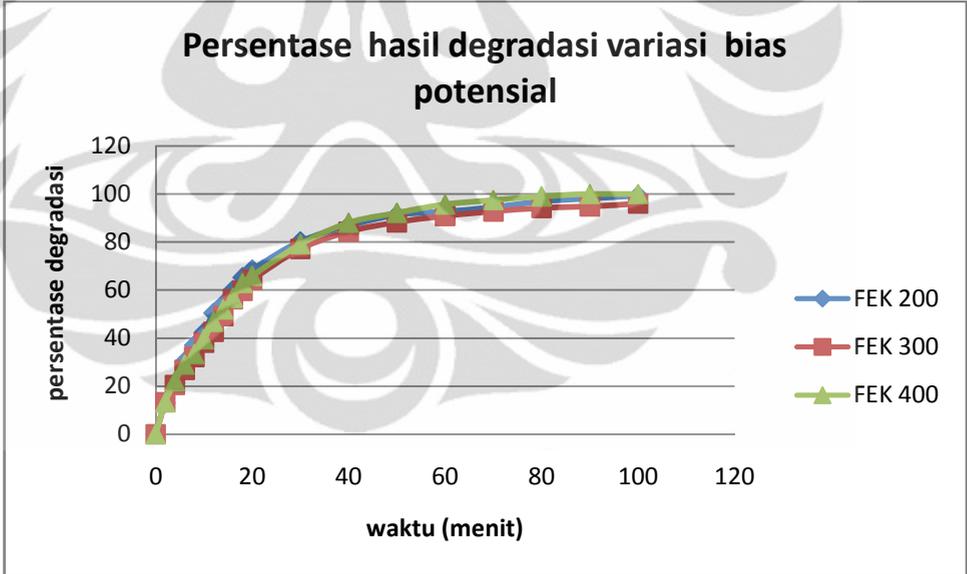
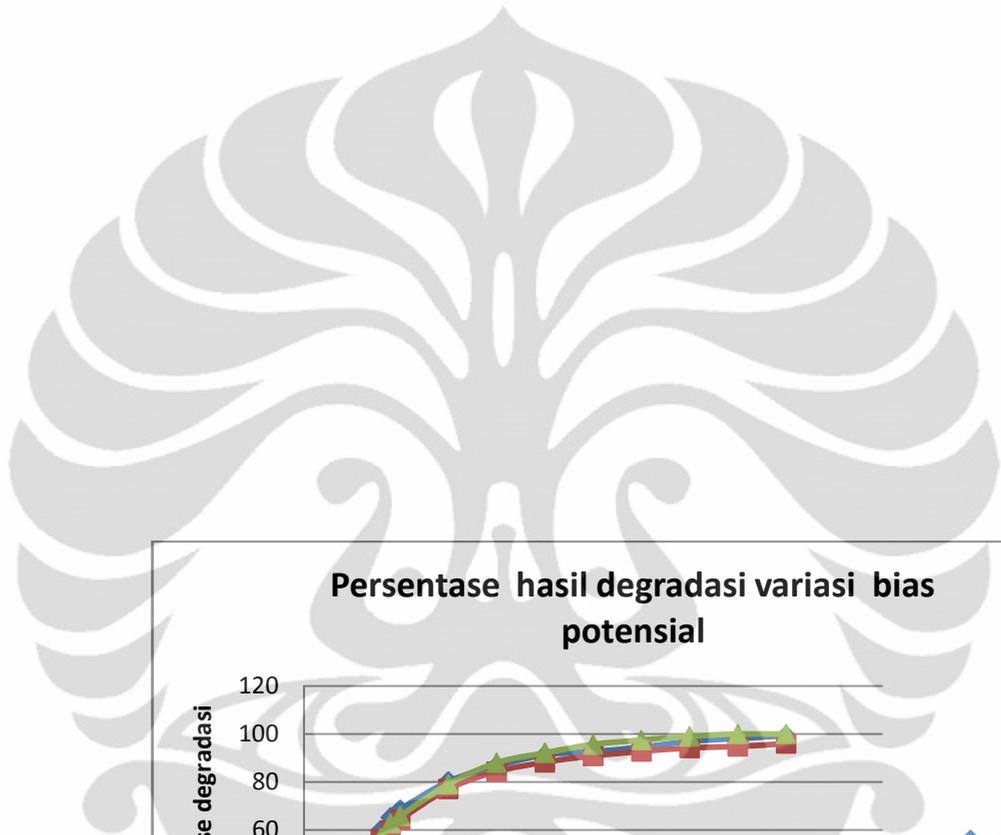


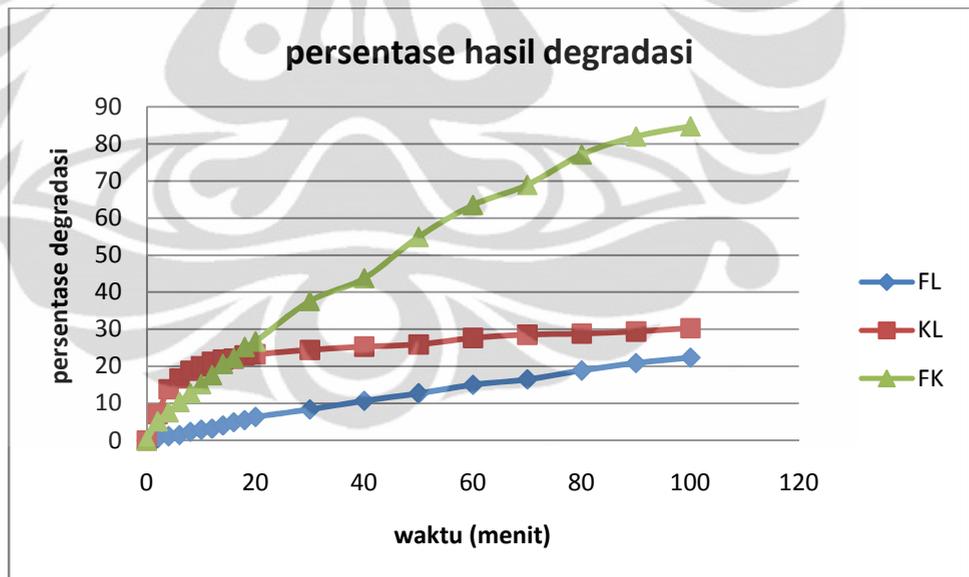
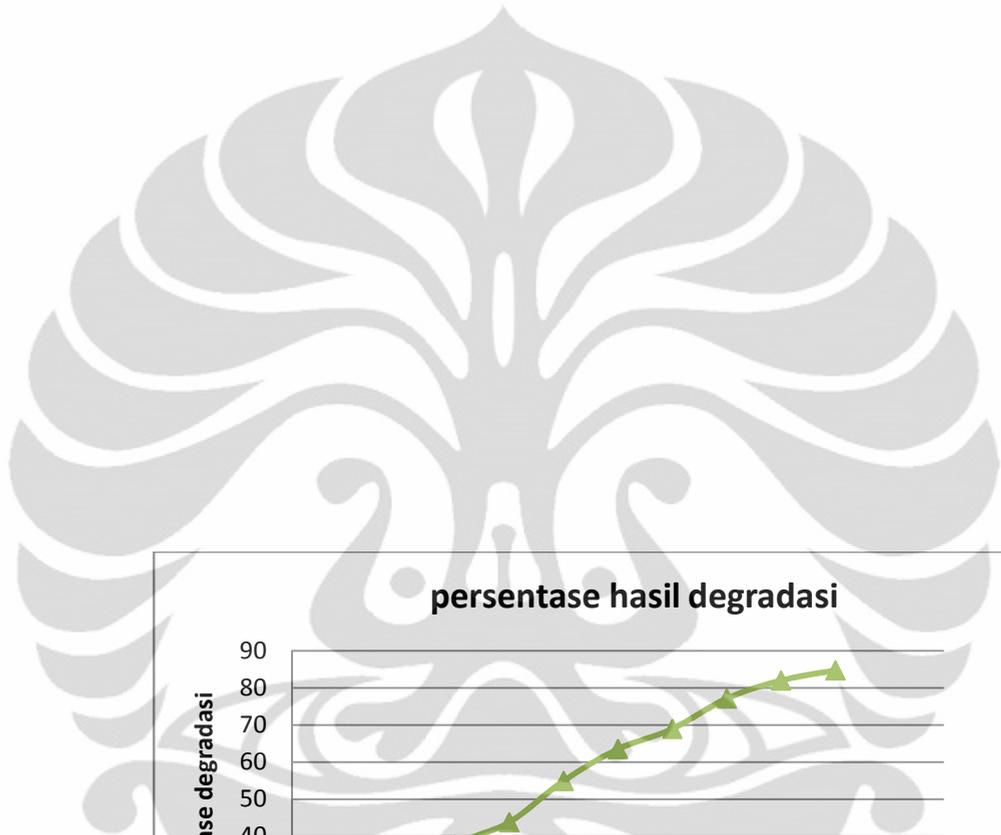
Untuk zat warna azo dapat terjadi melalui dua tahap proses reduksi pada perubahan ikatan rangkap ($-\text{N}=\text{N}-$) menjadi molekul nitrogen seperti pada reaksi (7) dan reaksi (8)



Sedangkan nitrogen dalam gugus amino dapat membentuk ion NH_4^+ secara spontan dan kemudian dengan sangat lambat teroksidasi membentuk ion nitrat.

Sebagai tambahan, penulis juga melakukan analisis hasil degradasi Fotoelektrokatalitik dari bias potensial 200 mV menggunakan panjang gelombang dari 200-800 nm. (Gambar *full spectra* ada pada Lampiran 3). Ternyata didapatkan bahwa pada degradasi lebih dari 20 menit didapatkan indikasi adanya senyawa intermediet yang memberikan serapan pada panjang gelombang ± 288 nm, namun hal ini tidak menjadi fokus penelitian karena yang dituju adalah hasil akhir degradasi.





4.4.4 Kinetika Reaksi Degradasi *Congo red*

Tetapan laju degradasi larutan *Congo red* ditentukan dengan menggunakan persamaan kinetika Langmuir Hinshelwood (L-H) (Al Ekabi, H., et al., 1988 dan Theurich, J., et al., 1996)

$$r = \frac{dC}{dt} = kr \cdot \theta = \frac{kr \cdot KC_0}{(1 + KC_0)}$$

Dimana, dC/dt adalah laju degradasi *Congo red*, kr adalah tetapan laju reaksi. θ adalah fraksi pelingkupan katalis oleh reaktan, K adalah tetapan adsorpsi reaktan, dan C_0 adalah konsentrasi awal larutan *Congo red*.

Integral dari persamaan diatas menghasilkan persamaan sebagai berikut :

$$\ln \frac{C_0}{C} + \frac{K}{1 + KsC_s} (C_0 - C) = \frac{kr \cdot K}{1 + KsC_s} t$$

Bila konsentrasi awal (C_0) mempunyai nilai sangat rendah maka persamaan tersebut akan mengikuti persamaan laju reaksi *pseudo* orde satu

$$\ln (C_0/C) = k' \cdot t$$

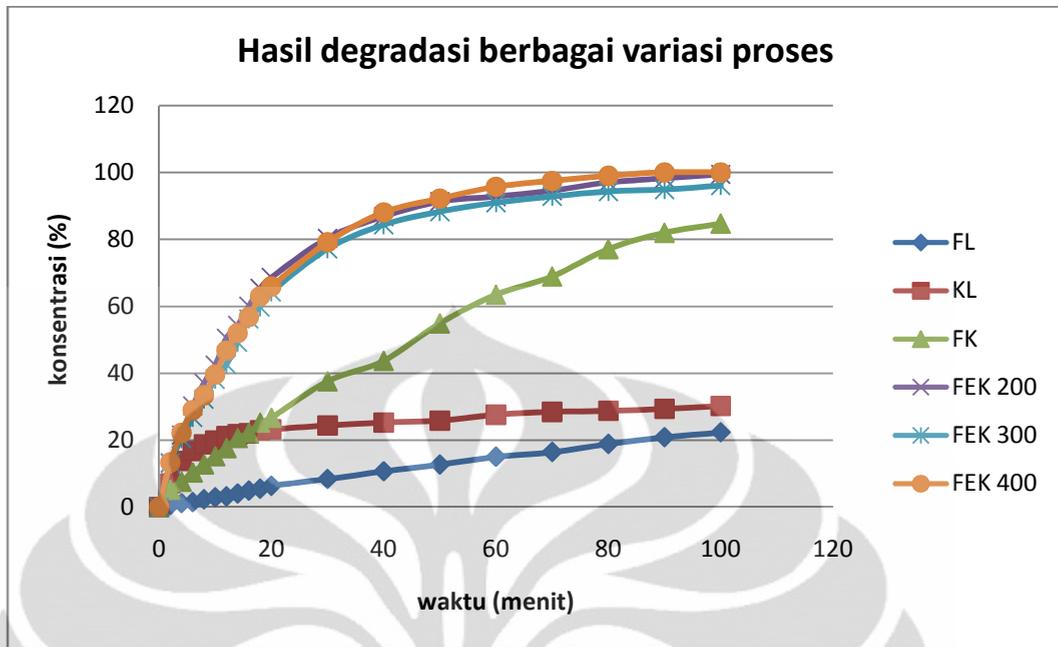
Dengan memplotkan $\ln C_0/C$ terhadap t (waktu) iradiasi, akan diperoleh kurva garis lurus, dimana kemiringan merupakan tetapan laju reaksi *pseudo* orde satu, k' .

Perhitungan kinetika yang dilakukan terhadap laju degradasi larutan *Congo red* pada variasi pemberian bias potensial 200, 300 dan 400 mV menghasilkan nilai k' berturut-turut adalah $5,7 \cdot 10^{-2}$ ppm menit⁻¹ ; $4,9 \cdot 10^{-2}$ ppm menit⁻¹ dan $5,2 \cdot 10^{-2}$ ppm menit⁻¹. Dengan demikian terlihat bahwa nilai tetapan laju reaksi tertinggi pada metode fotoelektrokatalitik ini adalah dengan pemberian bias potensial 200 mV (data perhitungan dan gambar dapat dilihat pada Lampiran 3).

Adapun untuk tiga variasi proses yakni fotokatalitik, fotolitik dan katalitik didapatkan nilai tetapan laju reaksi tertinggi pada proses fotokatalitik, yakni $1,5 \cdot 10^{-2}$ ppm/menit. Sedangkan untuk proses katalitik tidak memenuhi persyaratan untuk memakai kinetika *pseudo* orde satu, dimana terlihat ketidaklinieran. (data perhitungan dan gambar dapat dilihat pada Lampiran 3). Meskipun model isoterm L-H telah banyak membantu dalam pemodelan prosesnya, namun umumnya disepakati bahwa baik konstanta laju dan orde reaksi hanya merupakan nilai pendekatan, bukan nilai yang sebenarnya. Nilai tersebut bermanfaat untuk menjelaskan laju degradasi tetapi tidak bisa digunakan untuk identifikasi proses permukaan (Gunlazuardi, J., 2007). Pada percobaan ini, diketahui bahwa proses katalitik merupakan suatu kondisi dimana percobaan tidak menggunakan cahaya hanya katalis TiO_2 dan peristiwa yang terjadi merupakan proses adsorpsi. Sebagai katalis, TiO_2 tidak akan berfungsi jika tidak teriluminasi.

4.4.5 Perbandingan Hasil Degradasi dari Berbagai Proses Degradasi

Sejalan dengan tujuan penelitiannya ini dalam rangka mencari metode degradasi polutan-polutan organik serta kondisi efektif dari metode tersebut maka penulis menggabungkan data-data yang terkumpul dalam penelitian sehingga dapat ditarik kesimpulan untuk pemilihan metode degradasi ini. Berikut adalah rangkuman hasil dari berbagai variasi proses degradasi :



Variasi proses degradasi

Tetapan laju reaksi (nilai k)
pseudo orde satu

Fotolitik	$3 \times 10^{-3} \text{ ppm menit}^{-1}$
Fotokatalitik	$1,5 \times 10^{-2} \text{ ppm menit}^{-1}$
Katalitik*	$1,1 \times 10^{-2} \text{ ppm menit}^{-1}$
Fotoelektrokatalitik 200 mV	$5,7 \times 10^{-2} \text{ ppm menit}^{-1}$
Fotoelektrokatalitik 300 mV	$4,9 \times 10^{-2} \text{ ppm menit}^{-1}$
Fotoelektrokatalitik 400 mV	$5,2 \times 10^{-2} \text{ ppm menit}^{-1}$

Berdasarkan penggabungan hasil variasi proses tersebut juga kinetika reaksinya, maka penulis mengambil kesimpulan dalam penelitian ini metode yang terbaik untuk mendegradasi zat warna azo *Congo red* konsentrasi 10 ppm dengan volume 10 mL selama 100 menit adalah metode fotoelektrokatalitik dengan penggunaan film TiO_2 -PEG 0,02 M dan pemberian bias potensial 200 mV.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

1.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah berhasil dilakukan pelapisan TiO₂ berpori yang pada dinding bagian dalam tabung berpengantar yang selanjutnya digunakan sebagai wadah sekaligus katalis dalam pendegradasian polutan organik yang dalam penelitian ini model yang digunakan adalah zat warna *Congo red*.
2. Penggunaan template PEG dapat membentuk pori pada katalis TiO₂ yang menyebabkan bertambah besarnya luas permukaan katalis. Konsentrasi terbaik untuk penambahan PEG pada penelitian ini adalah 0,02 M.
3. Pemberian bias potensial untuk mencegah rekombinasi *photoelectron* dan *photohole* terbukti efektif yang ditandai dengan meningkatnya persentase degradasi zat-zat polutan dan meningkatnya tetapan laju reaksinya.
4. Metode terbaik untuk degradasi zat warna azo *Congo red* dalam penelitian ini adalah metode fotoelektrokatalitik dengan pemberian potensial 200 mV menggunakan tabung yang diberi 0,02 M PEG. Degradasi yang dilakukan pada konsentrasi 10 ppm volume 10 mL selama 100 menit memberikan penurunan konsentrasi mendekati 100 % , yakni 99,41%.

1.2 Saran

1. Untuk mendapatkan kristal anatase 100 % perlu diperhatikan suhu pada saat pemanasan.
2. Keberadaan senyawa-senyawa intermediet yang terbentuk dalam degradasi larutan *Congo red* perlu dianalisis lebih lanjut secara spesifik.
3. Selain variasi bias potensial, sebaiknya dilakukan juga variasi-variasi lain seperti jenis pelarut, pH, dan lain-lain yang diharapkan dapat menambah efektifitas degradasi polutan organik.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Ekabi,H., & Serpone, N.*J.Phys.Chem*,92, (1988), 5726-5731.
- Anderson , M.A., Kim, D.H., *Solution Factors Affecting The Photocatalytic and Photoelectrocatalytic Degradation of Formic Acid Using Supported TiO₂ Thin Films*, J.Photochem. Photobiol. A : **1996**, 221-229
- Christina P, Maria., dkk., “*Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat warna Azo (Metil Orange) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350 keV/10mA,*” JFN, Vol.1, **Mei 2007**
- Esplugas, Santiago et al,” *Comparison of Different Advanced Oxidation Processes for Phenol Degradation.*” Water Research 36, **2001**, 1034-1042
- E. Pramauro, A.B. Prevot, M. Vincenti, G. Brizzolesi, “*Photocatalytic Oxidation Degradation of 4-Chlorophenol in Aerated Aqueous Solution Containing TiO₂ Suspension,*” Environ.Sci.Technol.31, **1997**, 3126-3131
- Fujishima A., K., Hashimoto, T., Watanabe, “ *TiO₂ Photocatalysts Fundamental and Application*”, BKC, Inc., Japan. **1999**
- Fujishima, A., Honda, K. Nature 238 (1972), 37.
- Gunlazuardi, Jarnuzi., *Bahan Kuliah Fotokatalisis*, Program Pasca sarjana, Dept.Kimia, FMIPA, UI, **2007**
- Hidayat, Nurul., *Preparasi dan Karakterisasi Titanium dioksida : Uji Aktifitas terhadap Congo Red dan Uji Aplikasi Sebagai Pelapis Dinding Dalam Ruang Kaca Untuk Degradasi Uap Xylena*, Kimia FMIPA UI, Depok, **2009**
- Hoffman,M.R., Martin,S.T.,Choi,W., & Bahnemann, D.W. *Chem.Rev.*95 (1995),69-96
- [http:// en. Wikipedia.org/wiki/Titanium dioxide](http://en.Wikipedia.org/wiki/Titanium_dioxide). 10 Januari **2011**. 10.42

- Waite, TD., et al., "*Toxic Organic Destruction by Electron Beam Irradiation : An Innovative Technology for Developing Countries,*" University of Miami, Coral Gable, Florida, **2006**
- Kamat, P.V., *Photochemistry on Nonreactive and Reactive (Semiconductor) Surface*, Chem. Rev,93. **1993**, 267-300
- Matthews, R.W., *Photooxidation of Organic Impurities in Water Using Thin Film of Titanium Dioxide*. J. Phys. Chem. 91,. **1987**, 3328-3333
- Miyata, T., "*Radiation Chemistry of Water System,*" UNDP/IAEA/RCA regional Training Course on Application of Radiation Processing Chemistry Research Establishment Jaeri, July 10-21, **1995**, 70-76
- Nurjanna, Siti., *Degradasi Congo Red Secara Fotokatalitik Menggunakan Lapisan Tipis TiO₂ yang Diimobilisasi Dengan Metode Sol-Gel Pada Dinding Bagian Dalam Kolom Tabung Gelas*. **Tesis Magister**. Universitas Indonesia. **2008**
- Perdana, Gintings, *Mencegah dan Mengendalikan Pencemaran Industri*, Cet 1, Pustaka Sinar Harapan, **1997**
- Rizal, Novid., *Pengolahan Limbah Cr (VI), Hg(II) dan Fenol dengan katalis TiO₂ pada Reaktor Silinder Berputar*, Skripsi Sarjana, TGP-FTUI, Depok, 2004
- Santoso, Irwan., *Pengembangan Sistem Sensor COD Berbasis Fotoelektrokatalisis : Karakterisasi Elektroda TiO₂/FTO dan Respon arus Cahaya Terhadap Beberapa Senyawa Organik..* Tesis Magister. Universitas Indonesia. **2010**
- Sopyan, I., *Fotokatalisis Semikonduktor : Teori dan Terapan*, Majalah BPPT Teknologi, LXXXVI. **1998**
- Steensma DP. "*Congo red : Out of Africa. Archives of Pathology and Laboratory Medicine* 125 (2) : **2001**, 250-252

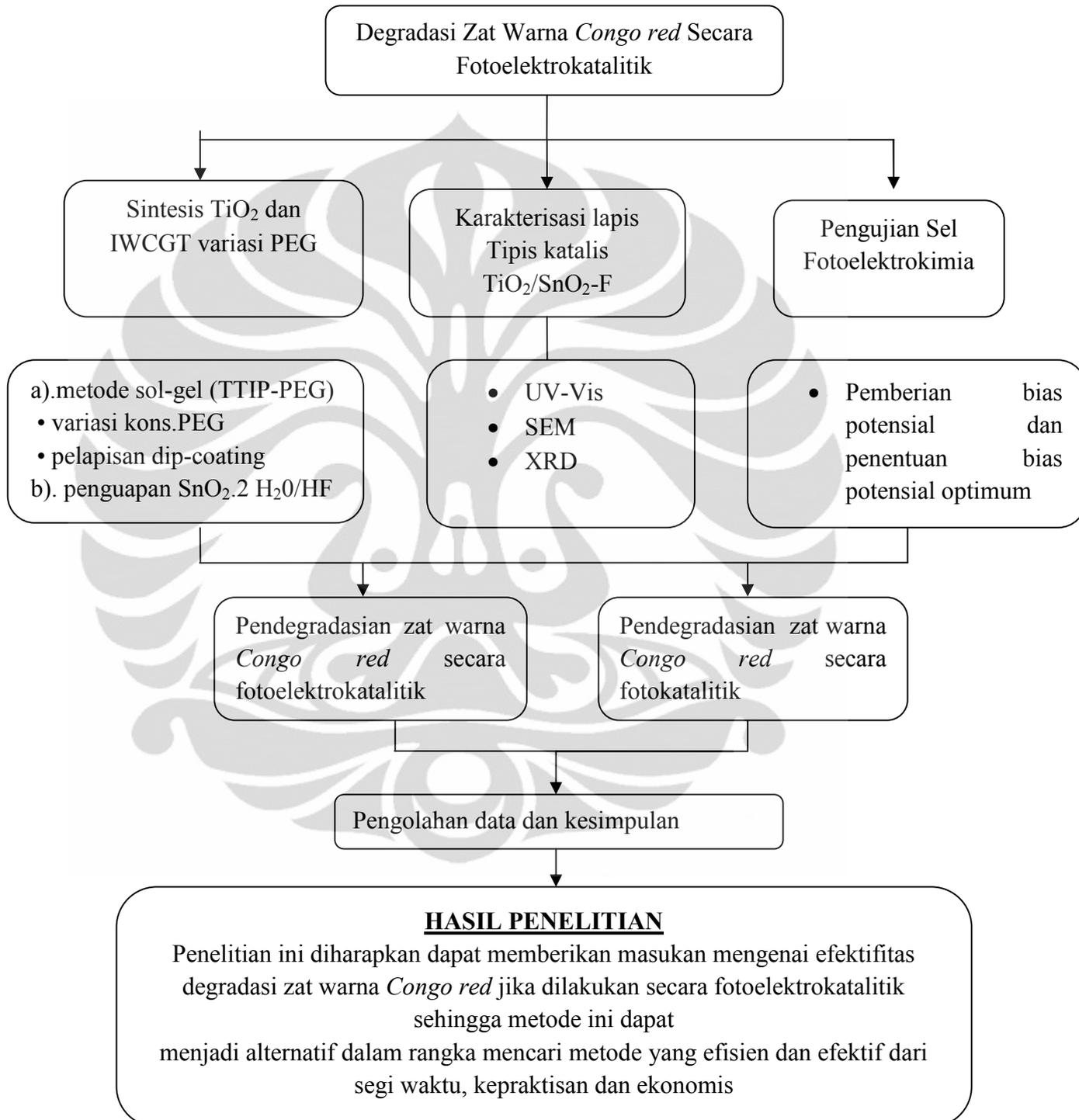
- Supriyono, *Pengembangan COD Probe Berbasis Fotoelektrokatalisis Menggunakan Elektrda Berlapis Partikel TiO₂ Berukuran Nano*. Tesis Magister. Universitas Indonesia. **2007**
- Surahman, Hedi., *Studi Pengembangan Reaktor Fotokatalitik dengan TiO₂ yang Diimobilisasi pada Dinding Bagian Dalam Kolom Gelas : Optimasi Reaktor Alir dan Uji Kemampuannya Terhadap Degradasi 4-Klorofenol*, Tesis Magister, Kimia, Universitas Indonesia, **2004**
- Surahman, Hedi., *Draft jurnal "Demonstrasi Pembentukan Photocurrent Pada Proses Fotoelektrokatalitik Lapisan Tipis TiO₂/IWCGT Menggunakan Metode Linier Sweep Voltametri"*, Dept Kimia, FMIPA UI, **2006**.
- Tanaka, K., Kanjana P., & Teruaki H., *Photocatalytic Degradation of Comercial Azo Dyes*, *Wat Res*, Vol.34, No.1, **2000**, 327-333
- Theurich, J., Lindner, M., & Bahnemann, D.W. *Langmuir*, 12,(**1996**), 6368-6376.
- Triandi Tjahjanto, R., *Karakterisasi Lapisan Tipis Titanium Dioksida dari prekursor Titanium Tetraisopropoksida dan pengujian aktivitasnya sebagai fotokatalis*, Tesis Magister, Kimia, Universitas Indonesia, **2001**
- Waite, TD., et al., *"Toxic Organic Destruction by Electron Beam Irradiation : An Innovative Technology for Developing Countries."* University of Miami, Coral Gable, Florida, **2006**
- Yu, Jiaguo., et al., *Effect of Surface Structure on Photocatalytic Activity of Tio₂ thin films prepared by Sol-gel method*, *Thin Solid Film* 379 (**2000**) 7-14
- Zaleska, Adriana., *"Doped-TiO₂: A Review."* Department of Chemical Technology, Gdansk University of Technology, 80-952-Gdansk, Poland. **2008**, 157-164
- Zanga, Wenji., et al., *Photoelectrocatalytic Degradation Of Methyl Orange on Phorous TiO₂ Film Electrode in NaCl solution*, *Advanced Material Research* vol.213 (**2011**) pp 15-19
- Zhang, S., Jiang, D., Zhao, H., *Development of Chemical Oxygen Demand on line Monitoring System Based on a Photoelectrochemical Degradation Principle*. ACS, **2006**

Zhao, H., et al., *Development of a Direct Photoelectrochemical Method for Determination of Chemical Oxygen Demand*, Anal.Chem. **2004**, 76

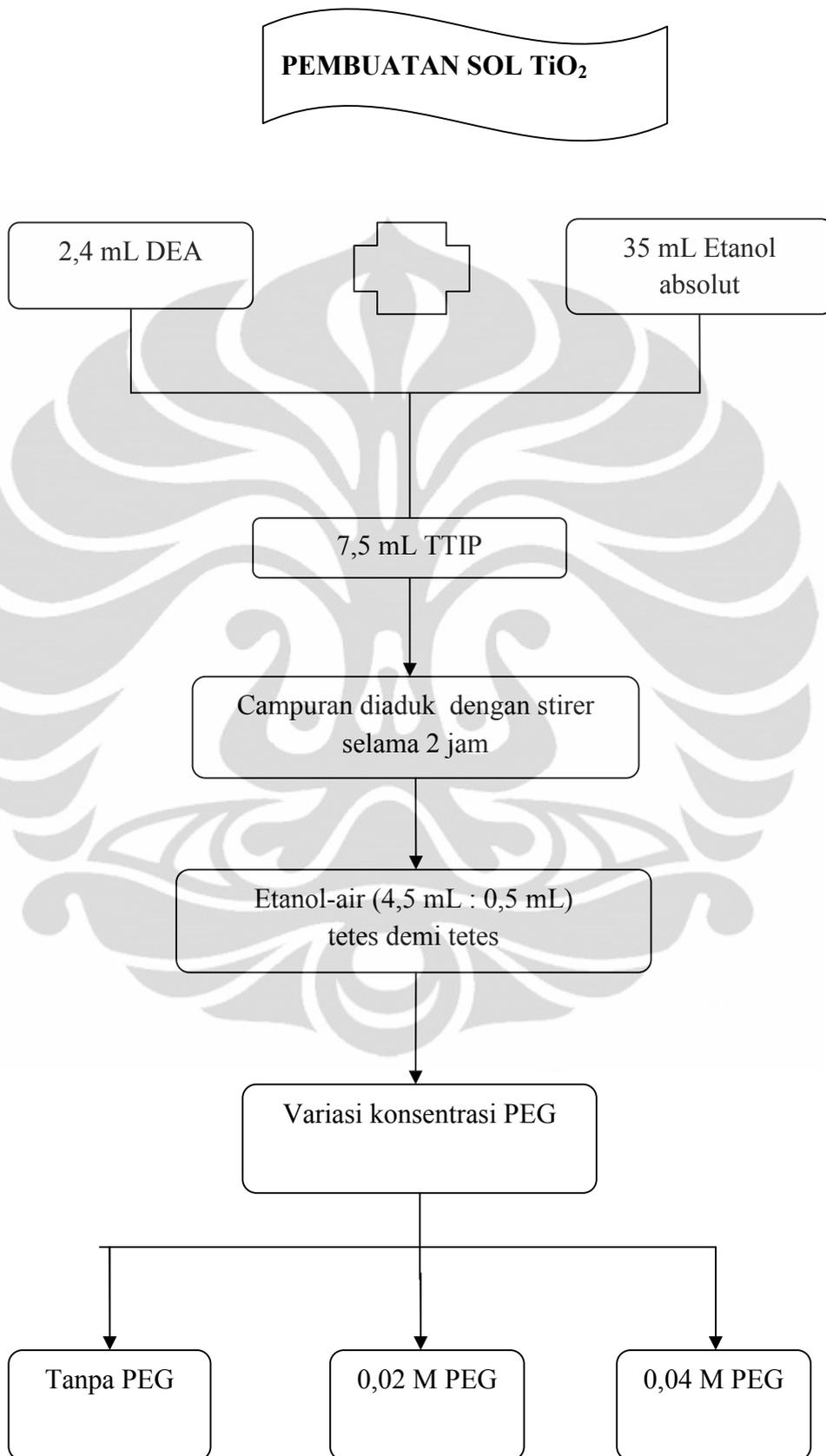


Lampiran 1

BAGAN ALIR PENELITIAN



Lampiran 2



Lampiran 3

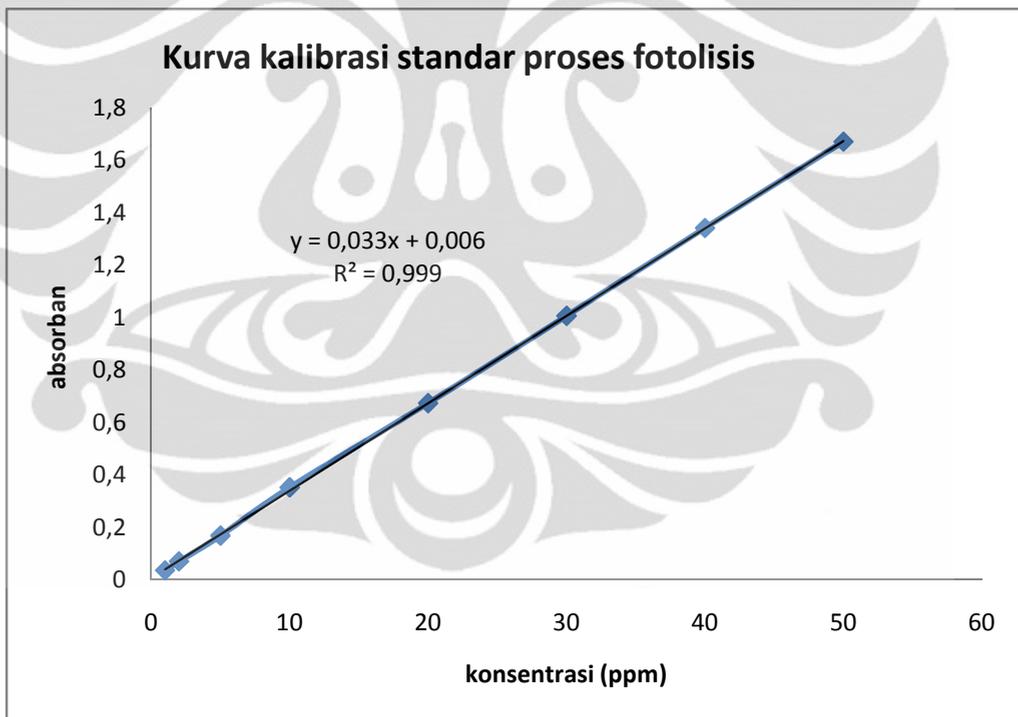
4.1 Sintesis SnO₂-F (Santoso, Irwan., 2010)

- Ditambahkan sejumlah 16,92 gram SnCl₂ kedalam 5 mL larutan HCl pekat.
- Dilakukan pemanasan (agar larutan bertambah pekat) dan ditambahkan HF sebanyak 0,4 mL.
- Ditambahkan metanol sehingga volumenya menjadi 20 mL sambil dilakukan pengadukan.

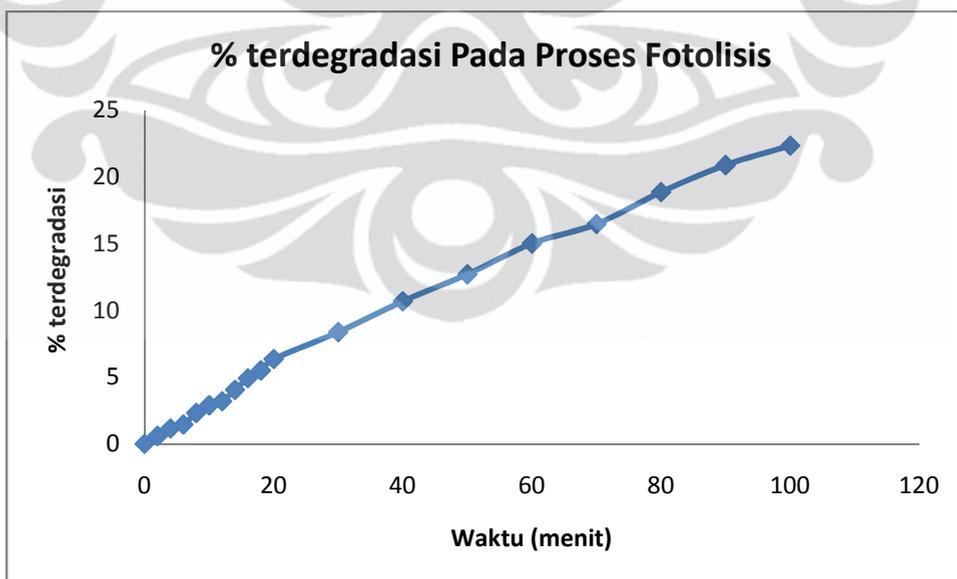
4.2 Preparasi Inner Wall Conductive Glass Tube (IWCGT)

- Tabung gelas dicuci dengan detergen dan dibilas aquadest lalu dikeringkan 100°C.
- Larutan SnO₂-F diteteskan ke dasar tabung gelas sebanyak 10 tetes dengan pipet tetes.
- Kemudian dimasukkan ke dalam furnace pada suhu 400°C selama 30 menit.
- Setelah didinginkan, tabung siap dipotong dengan ukuran yang diinginkan.

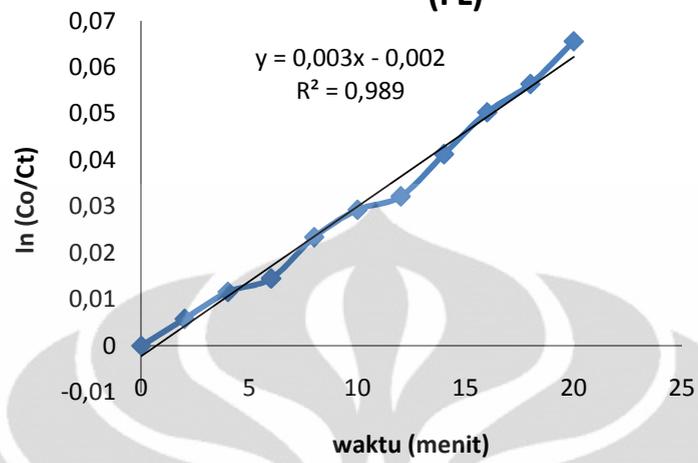
Konsentrasi (ppm)	absorban
1	0,036
2	0,07
5	0,168
10	0,352
20	0,673
30	1,006
40	1,341
50	1,67



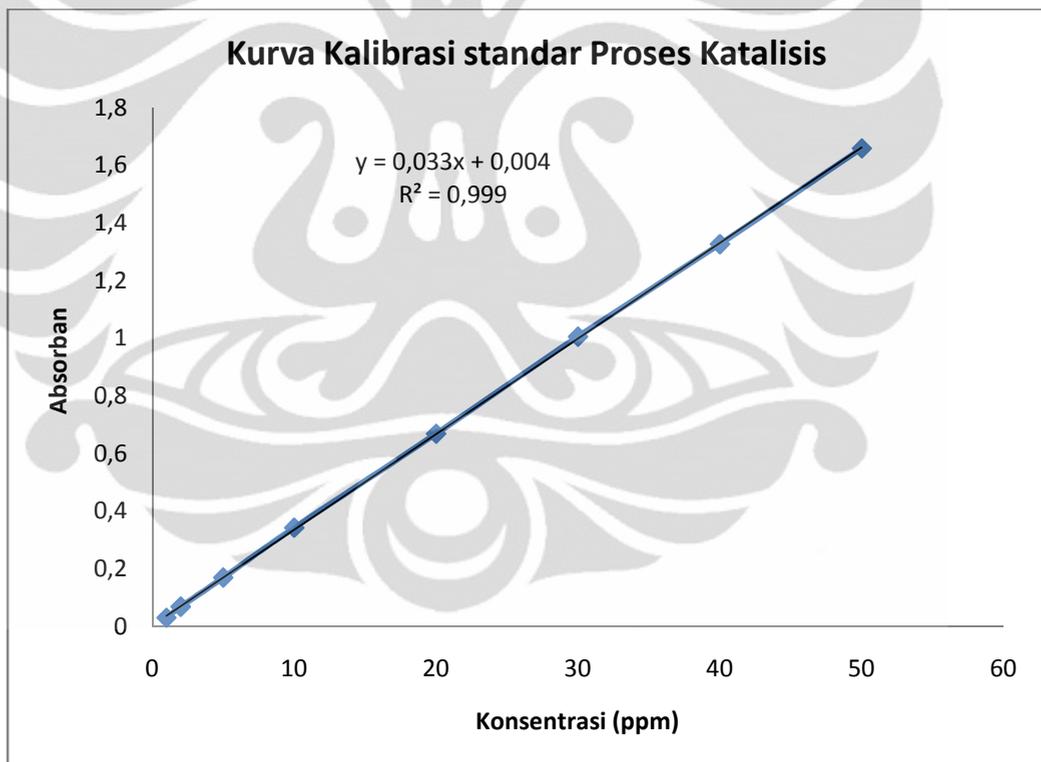
Waktu (menit)	konsentrasi (ppm)	% terdegradasi	% sisa degradasi
0	10,39	0	100
2	10,33	0,58	99,42
4	10,27	1,15	98,85
6	10,24	1,44	98,56
8	10,15	2,31	97,69
10	10,09	2,89	97,11
12	10,06	3,18	96,82
14	9,97	4,04	95,96
16	9,88	4,91	95,09
18	9,82	5,49	94,51
20	9,73	6,35	93,65
30	9,52	8,37	91,63
40	9,28	10,68	89,32
50	9,07	12,7	87,3
60	8,83	15,01	84,99
70	8,68	16,46	83,54
80	8,43	18,86	81,14
90	8,22	20,88	79,12
100	8,07	22,33	77,67



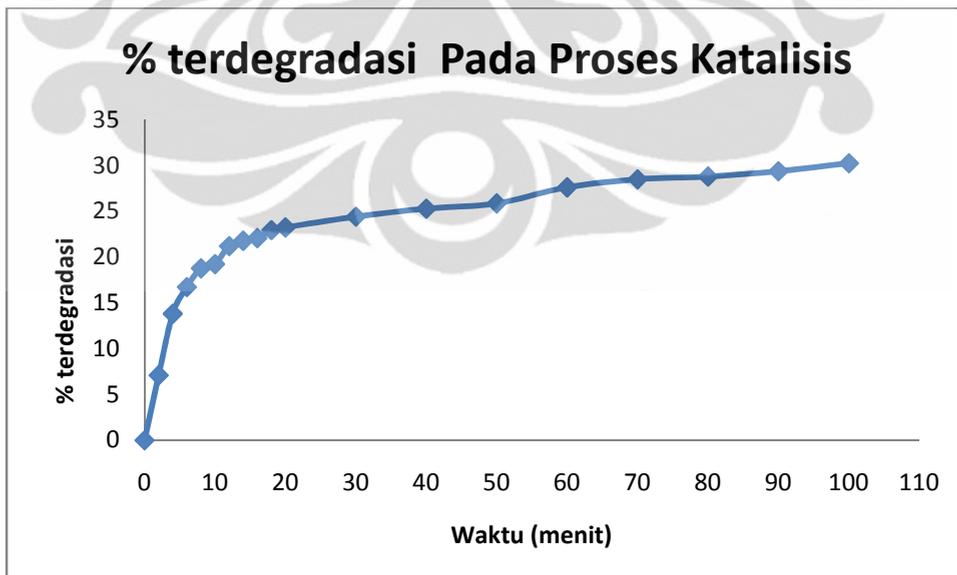
Kinetika reaksi *pseudo* orde satu proses fotolitik (FL)



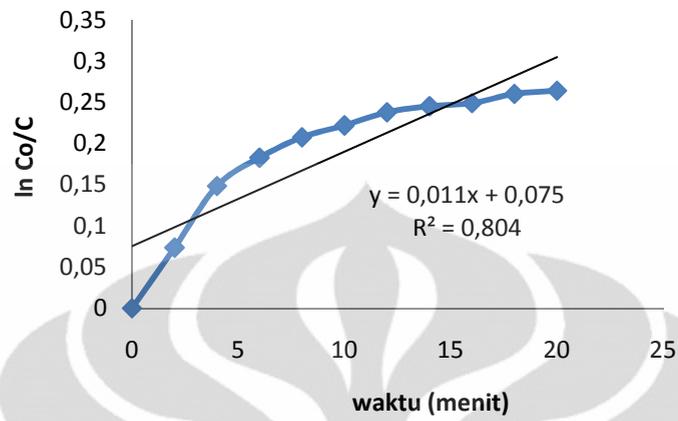
Konsentrasi	absorban
1	0,031
2	0,069
5	0,17
10	0,343
20	0,669
30	1,006
40	1,327
50	1,659



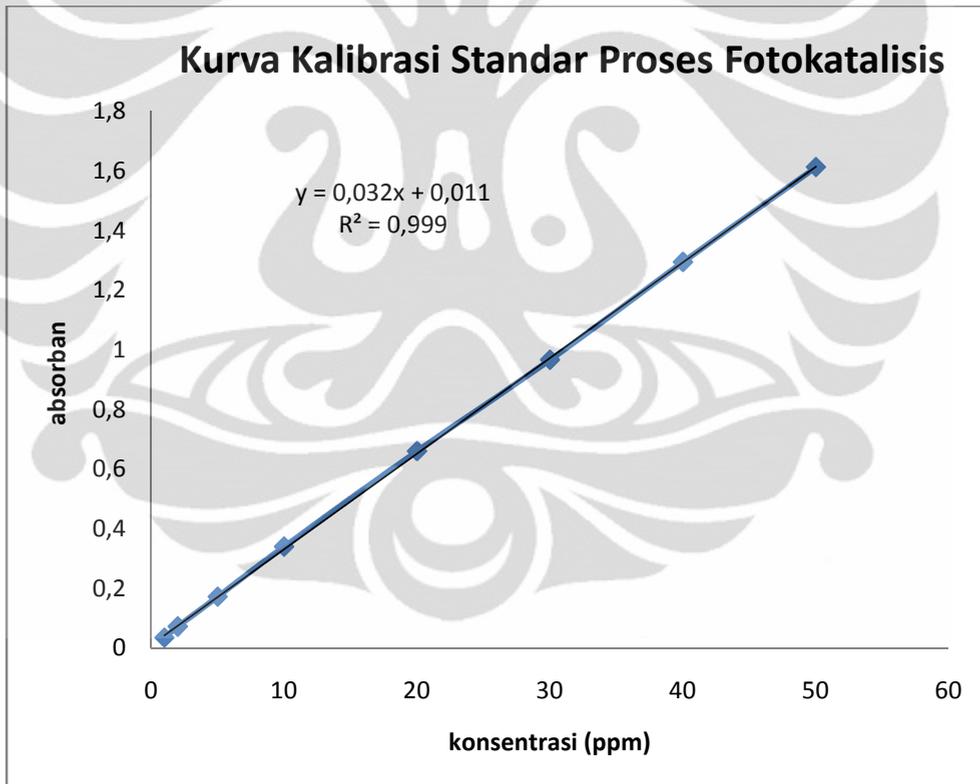
Waktu (mnt)	Konsentrasi (ppm)	% terdegradasi	% sisa hasil degradasi
0	10,29	0	100
2	9,56	7,09	92,9
4	8,87	13,8	86,2
6	8,57	16,71	83,28
8	8,36	18,76	81,24
10	8,24	19,22	80,08
12	8,11	21,18	78,81
14	8,05	21,77	78,23
16	8,02	22,06	77,94
18	7,93	22,93	77,06
20	7,9	23,23	76,77
30	7,78	24,39	75,61
40	7,69	25,27	74,73
50	7,63	25,85	74,15
60	7,45	27,6	72,4
70	7,36	28,47	71,53
80	7,33	28,77	71,23
90	7,27	29,35	70,65
100	7,18	30,22	69,78



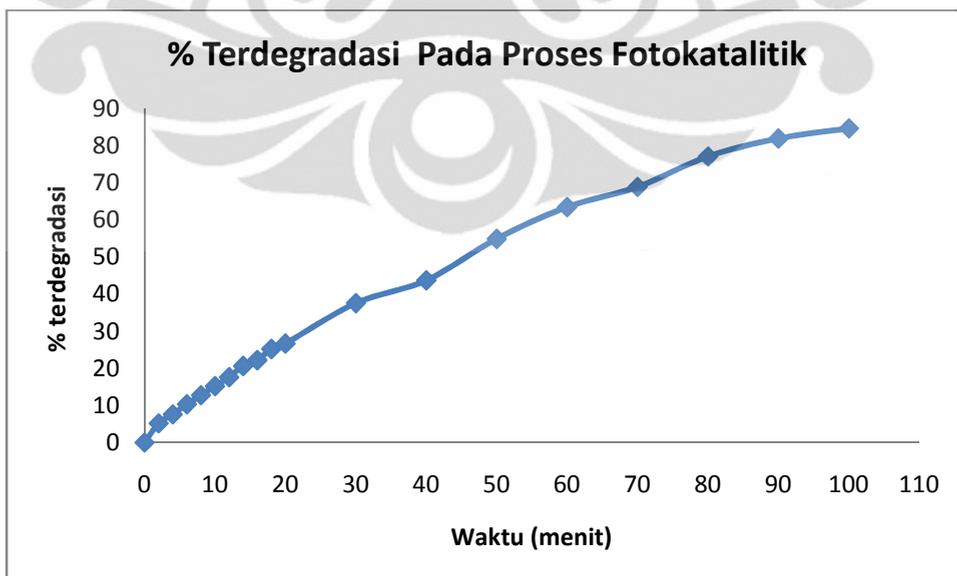
Kinetika reaksi pseudo orde satu Proses katalisis (KL)

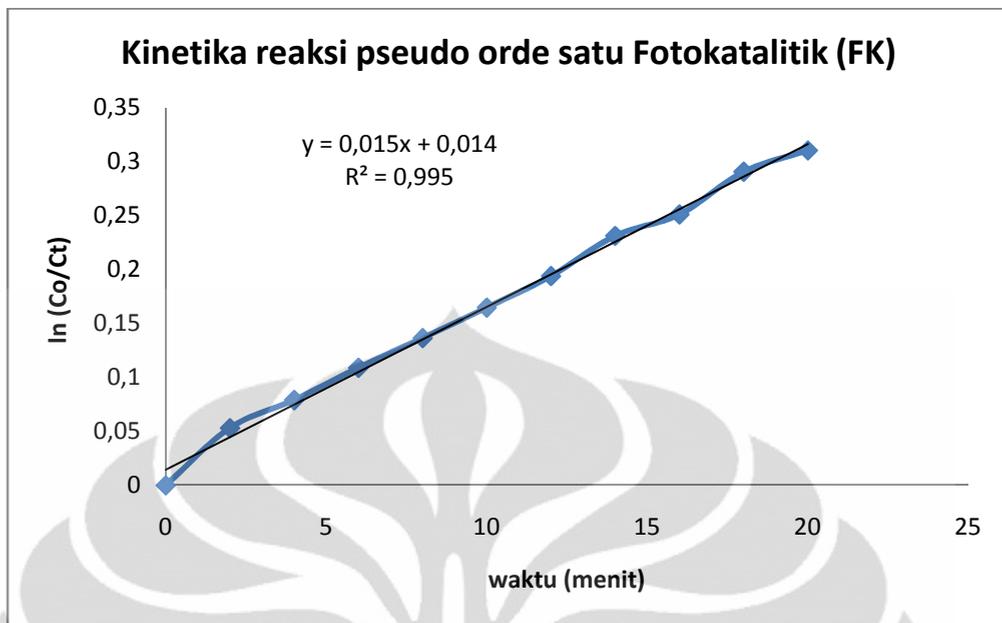


konsentrasi (ppm)	absorban
1	0,036
2	0,073
5	0,173
10	0,341
20	0,661
30	0,967
40	1,295
50	1,613

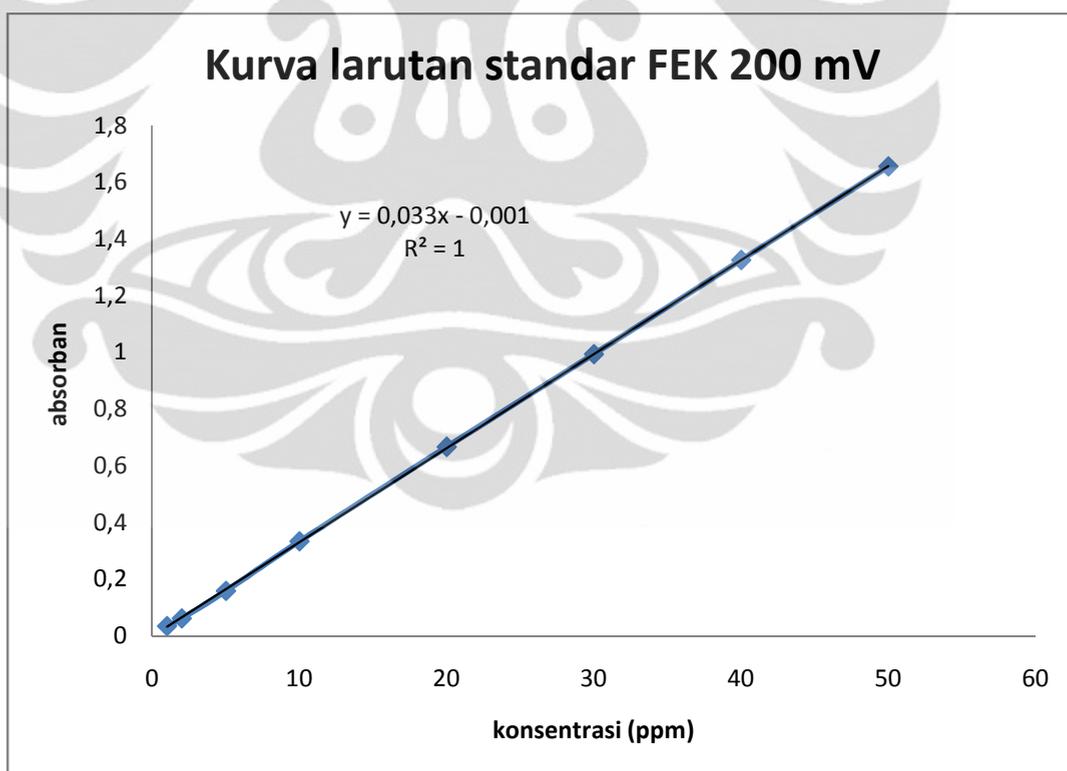


Waktu (menit)	konsentrasi (ppm)	% terdegradasi	% Sisa Hasil degradasi
0	10,27	0	100
2	9,74	5,16	94,84
4	9,49	7,59	92,41
6	9,21	10,32	89,68
8	8,96	12,76	87,24
10	8,71	15,19	84,81
12	8,46	17,62	82,38
14	8,15	20,64	79,36
16	7,99	22,2	77,8
18	7,68	25,22	74,78
20	7,53	26,68	73,32
30	6,41	37,58	62,42
40	5,78	43,72	56,28
50	4,63	54,92	45,08
60	3,75	63,48	36,52
70	3,19	68,94	31,06
80	2,35	77,12	22,88
90	1,85	81,99	18,01
100	1,57	84,71	15,29

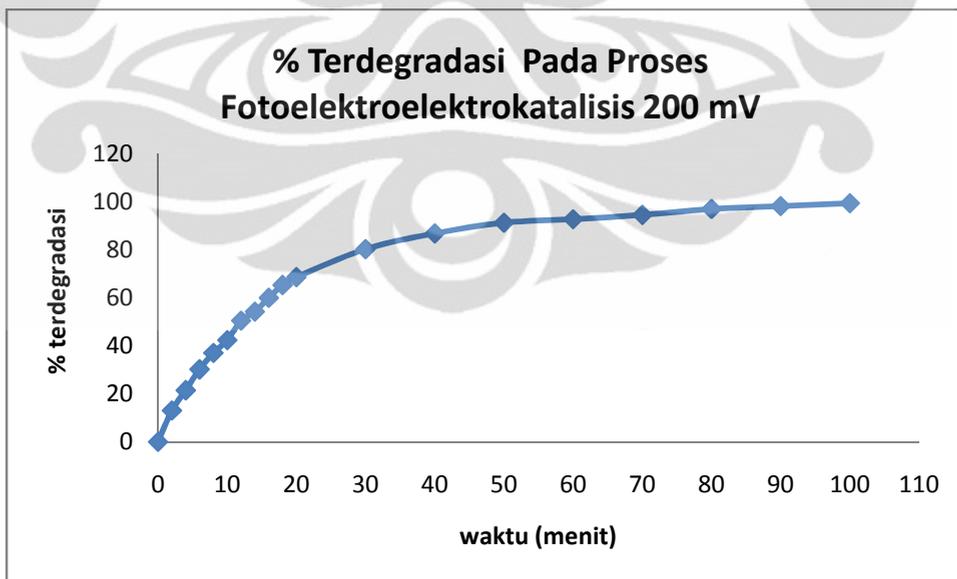




konsentrasi (ppm)	absorban
1	0,035
2	0,062
5	0,159
10	0,334
20	0,667
30	0,994
40	1,326
50	1,656

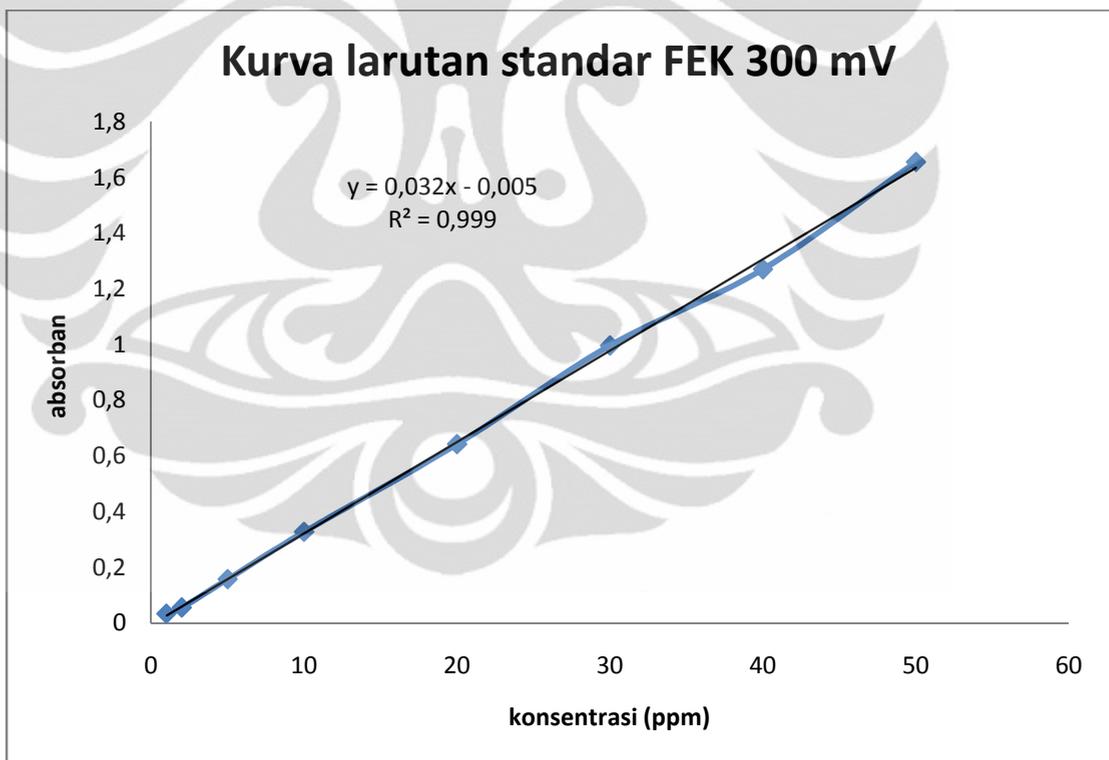


Waktu (mnt)	konsentrasi (ppm)	% terdegradasi	% sisa Hasil Degradasi
0	10,1	0	100
2	8,78	13,07	86,93
4	7,93	21,49	78,51
6	7,05	30,2	69,8
8	6,36	37,03	62,97
10	5,82	42,38	57,62
12	5	50,5	49,5
14	4,62	54,26	45,74
16	4,04	60	40
18	3,5	65,35	34,65
20	3,17	68,61	31,39
30	1,99	80,3	19,7
40	1,33	86,83	13,17
50	0,8785	91,3	8,7
60	0,73	92,77	7,23
70	0,55	94,55	5,45
80	0,3	97,03	2,97
90	0,18	98,22	1,78
100	0,06	99,41	0,59

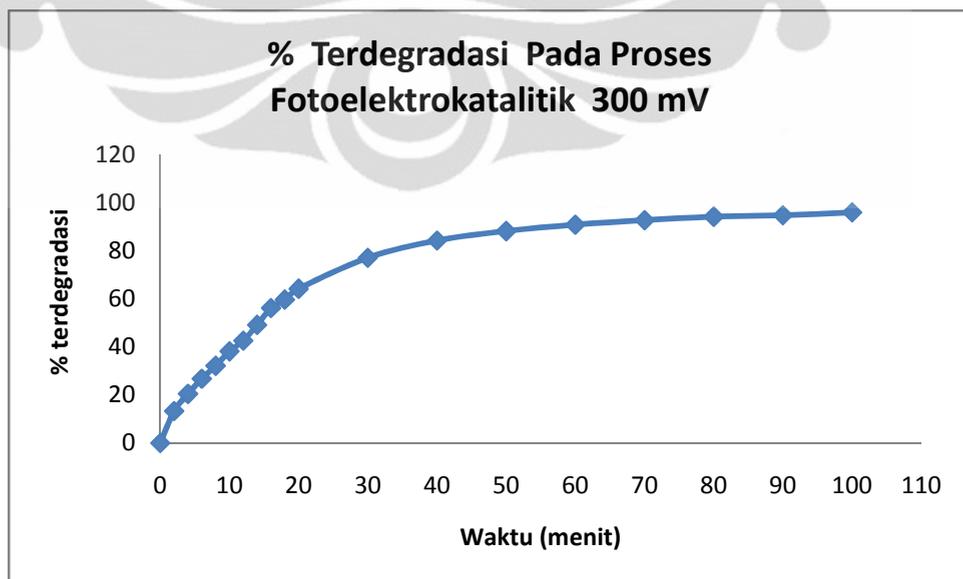


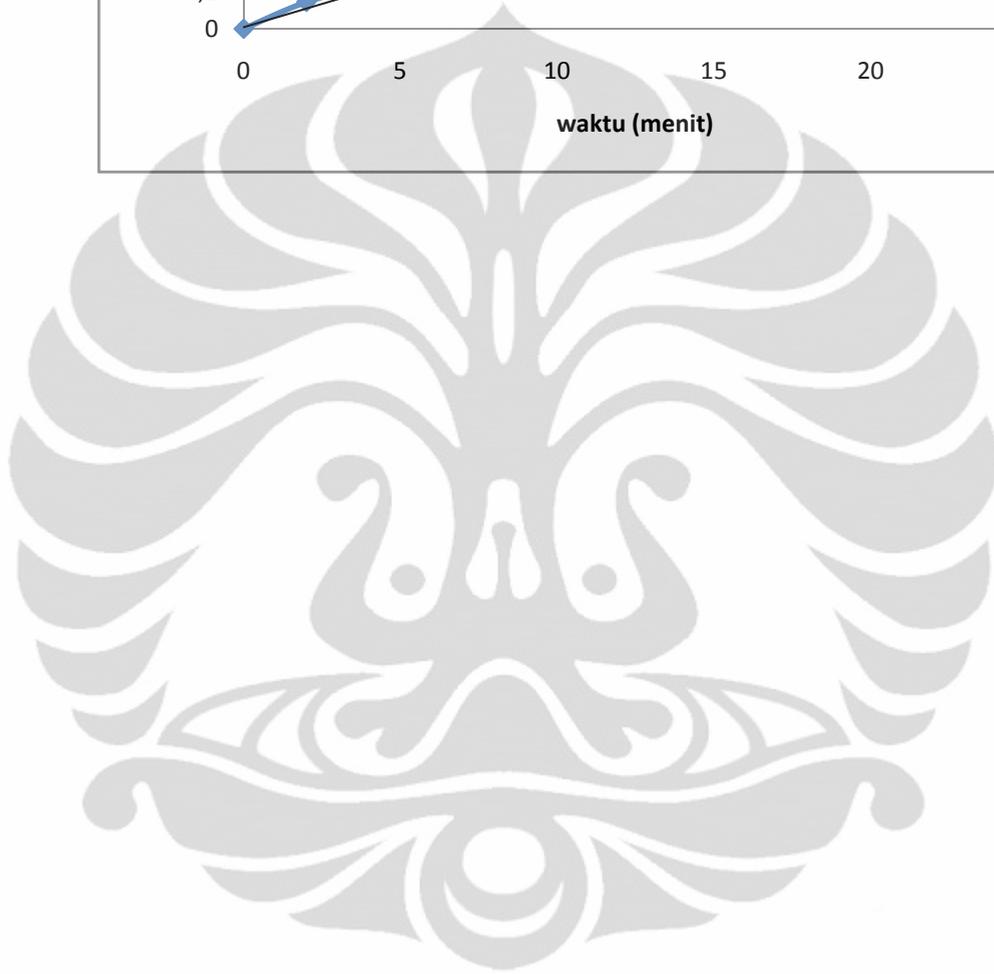
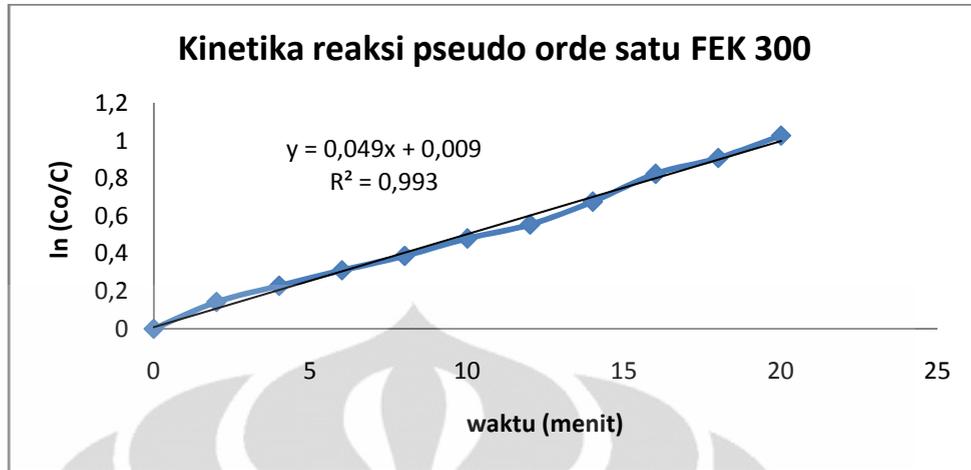


konsentrasi (ppm)	absorban
1	0,034
2	0,056
5	0,158
10	0,328
20	0,643
30	0,997
40	1,271
50	1,656

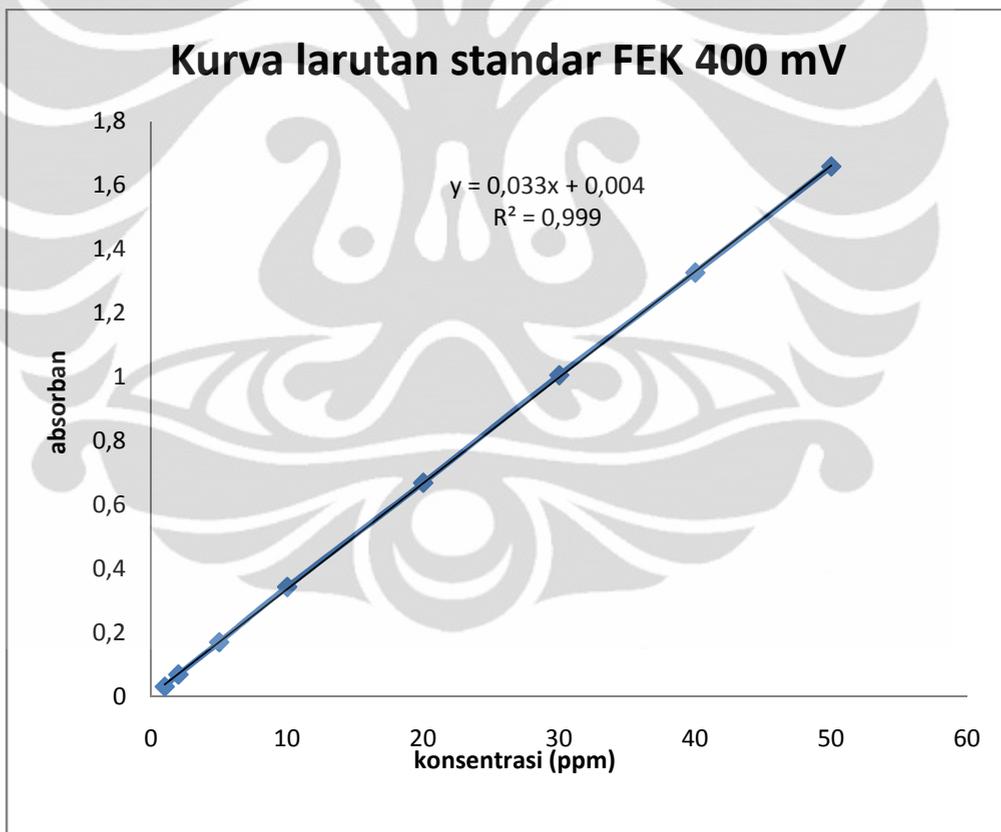


Waktu (mnt)	Konsentrasi (ppm)	% terdegradasi	% sisa terdegradasi
0	10,16	0	100
2	8,81	13,29	86,71
4	8,08	20,47	79,53
6	7,44	26,77	73,23
8	6,89	32,18	67,82
10	6,28	38,19	61,81
12	5,83	42,62	57,38
14	5,16	49,21	50,79
16	4,45	56,2	43,8
18	4,09	59,74	40,26
20	3,63	64,27	35,73
30	2,32	77,16	22,84
40	1,59	84,35	15,65
50	1,19	88,29	11,71
60	0,92	90,945	9,055
70	0,73	92,82	7,18
80	0,58	94,29	5,71
90	0,52	94,89	5,11
100	0,4	96,06	3,94

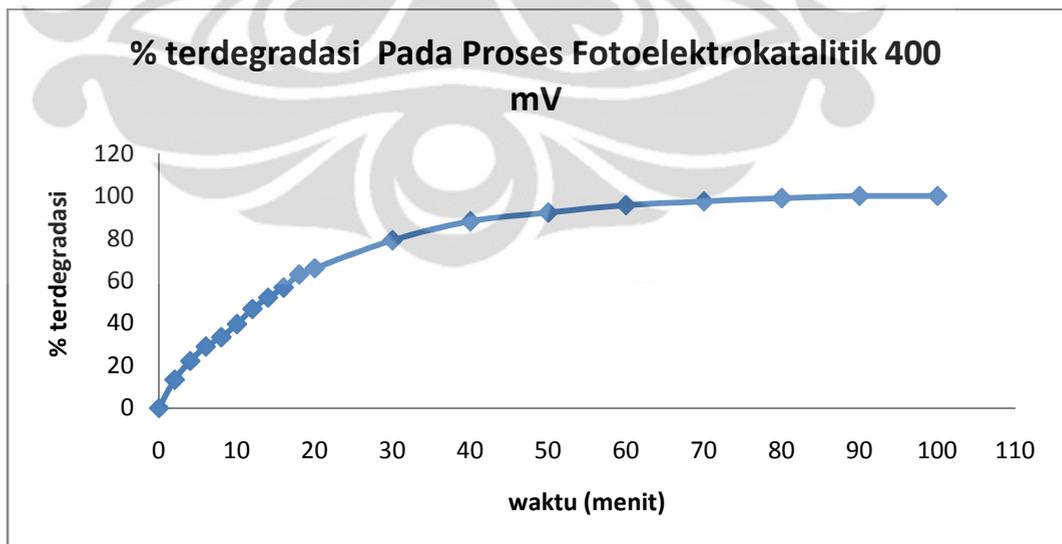


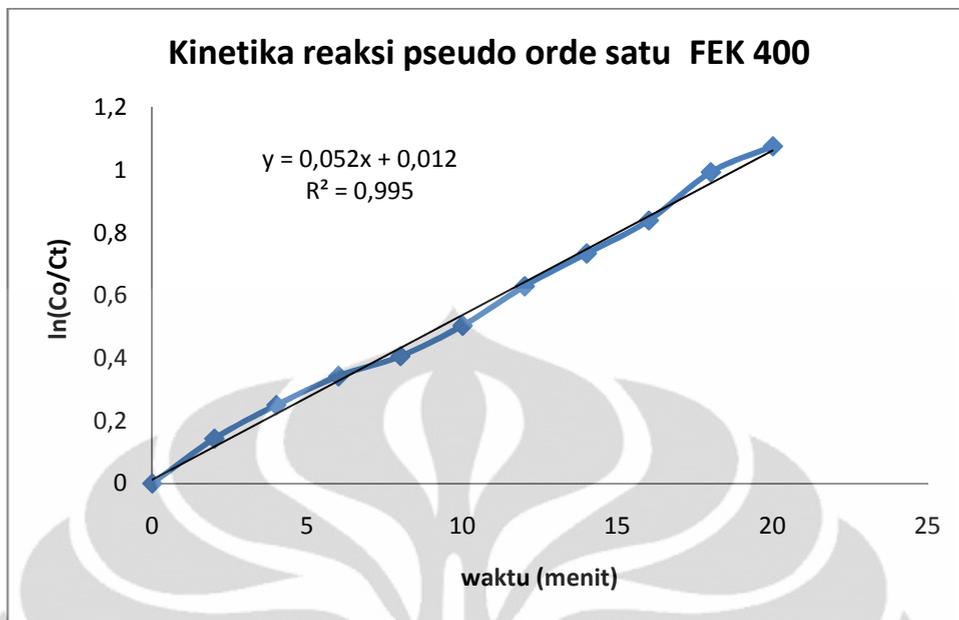


Konsentrasi	absorban
1	0,031
2	0,069
5	0,17
10	0,343
20	0,669
30	1,006
40	1,327
50	1,659



Waktu (mnt)	Konsentrasi (ppm)	% terdegradasi	% sisa hasil degradasi
0	10,21	0	100
2	8,85	13,32	86,68
4	7,95	22,15	77,85
6	7,25	28,99	71,01
8	6,8	33,4	66,6
10	6,17	39,57	60,43
12	5,44	46,72	53,28
14	4,9	52,01	47,99
16	4,41	56,81	43,19
18	3,78	62,98	37,02
20	3,48	65,92	34,08
30	2,13	79,14	20,86
40	1,22	88,05	11,95
50	0,8	92,17	7,83
60	0,44	95,69	4,31
70	0,26	97,45	2,55
80	0,1	99,02	0,98
90	0	100	0
100	0	100	0





Lampiran 10

Pencapaian Hasil Degradasi Yang Dilakukan Selama 100 menit Pada Semua Proses Degradasi

Waktu (mnt)	FL	KL	FK	FEK 200	FEK 300	FEK 400
0	0	0	0	0	0	0
2	0,58	7,09	5,16	13,07	13,29	13,32
4	1,15	13,80	7,59	21,48	20,47	22,13
6	1,44	16,71	10,32	30,20	26,77	28,99
8	2,31	18,76	12,75	37,03	32,18	33,40
10	2,89	19,92	15,19	42,38	38,19	39,57
12	3,18	21,187	17,63	50,49	42,62	46,72
14	4,04	21,77	20,64	54,26	49,21	52,01
16	4,91	22,06	22,20	60	56,20	56,81
18	5,49	22,93	25,22	65,35	59,74	62,98
20	6,35	23,23	26,68	68,61	64,27	65,92
30	8,37	24,39	37,58	80,30	77,16	79,14
40	10,68	25,27	43,72	86,83	84,35	88,05
50	12,70	25,85	54,92	91,31	88,29	92,16
60	15,01	27,60	63,49	92,77	90,94	95,69
70	16,46	28,47	68,94	94,55	92,81	97,45
80	18,86	28,77	77,12	97,02	94,29	99,02
90	20,88	29,35	81,99	98,22	94,88	100
100	22,33	30,22	84,71	99,41	96,06	100

