



UNIVERSITAS INDONESIA

**DEGRADASI FOTOKATALITIK ZAT WARNA ACID
ORANGE 7 DENGAN AgI/TiO₂ DAN SINAR UV**

SKRIPSI

**INDRIATI AMRINAH
0706196986**

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

Universitas Indonesia



UNIVERSITAS INDONESIA

**DEGRADASI FOTOKATALITIK ZAT WARNA ACID
ORANGE 7 DENGAN AgI/TiO₂ DAN SINAR UV**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**INDRIATI AMRINAH
0706196986**

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

Universitas Indonesia

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Indriati Amrinah
NPM : 0706196986
Tanda Tangan : 
Tanggal : 06 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Indriati Amrinah
NPM : 0706196986
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Degradasi Fotokatalitik Zat Warna Acid Orange 7 dengan AgI/TiO₂

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 1 : Dr Ridla Bakri, M.Phil.

()

Pembimbing 2 : Drs. Riswiyanto, M.Si.

()

Penguji : Drs.M.Phil Ismunaryo Moenandar

()

Penguji : Dr Yuni K. Krisnandi

()

Penguji : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si

()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 06 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala rahmat yang diberikan-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

Skripsi yang berjudul Degradasi fotokatalitik Zat Warna Acid Orange 7 dengan AgI/TiO₂ ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku pembimbing pertama dan Bapak Drs. Riswiyanto, M.Si. selaku pembimbing kedua atas segala bimbingan, perhatian dan sumbangan pikiran yang begitu besar selama penulis melakukan penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Riswiyanto, selaku Ketua Program Ekstensi Kimia-Departemen Kimia MIPA-UI.
3. Bapak Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana, selaku Pembimbing Akademik penulis.
4. Bapak Dr. Riwandi Sihombing selaku ketua KBI Anorganik
5. Seluruh dosen Departemen Kimia yang telah memberikan bekal ilmu pengetahuan di bidang kimia dan seluruh staff Departemen Kimia, atas bantuannya selama ini.
6. Ibunda(alm) dan Ayahanda(alm) tercinta, yang semasa hidupnya selalu memberi dorongan kepada penulis
7. Suamiku Darmono dan anakku tercinta Rizky Indar Praja Yudha yang menjadi pendorong dengan penuh kesabaran dan pengertian sejak awal kuliah sehingga penulis menyelesaikan skripsi ini.
8. Terima kasih juga untuk bapak Drs. Heri Handoko, kepala sekolah SMA Tunas Harapan yang telah banyak memberikan dorongan, kesempatan dan Kelonggaran waktu kepada penulis dengan penuh pengertian dalam menyelesaikan skripsi ini.
9. Rekan-rekan guru dan staff TU SMA Tunas Harapan yang juga memberikan dorongan kepada penulis untuk segera menyelesaikan penelitian dan pembuatan skripsi.

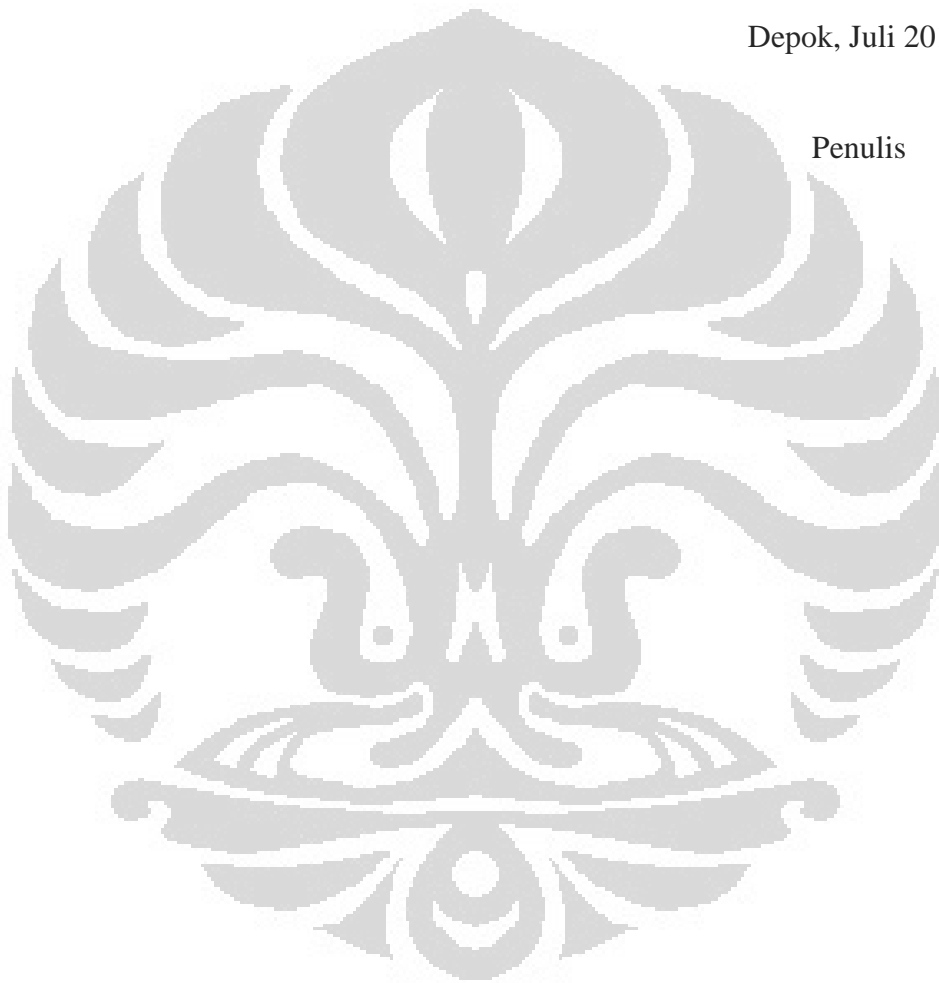
10. Rekan- rekan Penelitian Sandi Rahim, Yahdiana, Rohatin , Sofiyanti, Temmi, Asri, Serly, Zetri, Omi, masayu ferina.

11. Rekan-rekan mahasiswa ekstensi kimia angkatan 2007 dan 2008, atas bantuannya kepada penulis selama masa perkuliahan.

Akhir kata, penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari sempurna. Oleh karena itu penulis mengharapkan adanya masukan dari semua pihak, sehingga penelitian ini dapat bermanfaat untuk penelitian selanjutnya.

Depok, Juli 2011

Penulis



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

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

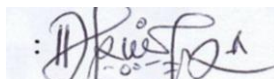
Nama : Indriati Amrinah
NPM : 0706196986
Program Studi : S1 ekstensi
Departemen : Kimia
Fakultas : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demikian 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 :
Efektivitas FeSO_4 dan FeSO_4 +Glisin untuk Fortifikasi Zat Besi pada Susu Kedelai Cair dan Tempe.

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 6 Juli 2011
Yang menyatakan



(Indriati Amrinah)

Universitas Indonesia

Abstrak

Limbah zat warna yang dihasilkan dari proses pencelupan pada suatu industri tekstil menjadi kontributor utama penyebab pencemaran air, salah satunya adalah zat warna *acid orange 7*. Untuk menurunkan kadar limbah zat warna dalam suatu badan air pada penelitian ini dilakukan degradasi fotokatalitik zat warna *acid orange 7* dengan AgI/TiO₂ – UV. Sintesa katalis AgI/TiO₂ dilakukan dengan impregnasi TiO₂ dengan larutan AgNO₃ dan KI, katalis yang dihasilkan telah dikarakterisasi dengan XRD, EDX dan SEM. Uji degradasi fotokatalitik dari AgI/TiO₂ dan sinar UV terhadap larutan zat warna *acid orange 7*, didapatkan bahwa penggunaan 34 mg AgI/TiO₂ selama 120 menit mampu mendegradasi larutan zat warna *Acid Orange 7* dengan konsentrasi 300 ppm hingga 99,25 %.

Kata kunci : Fotokatalitik, AgI/TiO₂, *Acid Orange 7*.

Abstract

Textile industries is the main contributor of waste coloured water, one of them is from acid orange-7 dyes. The aim of this experiment is reducing waste coloured water by photocatalytic degradation of acid orange 7 dye solution with AgI/TiO₂ and UV light. The syntheses of AgI/TiO₂ was performed by impregnation of TiO₂ with AgNO₃ and KI, and the catalyst produced has been characterized with XRD, EDX and SEM instruments. The application of AgI/TiO₂ catalyst with UV light for degradation of acid orange-7 dye solution, has concluded that 34 mg of AgI/TiO₂ suspension in 300 ppm of acid orange-7 solution and exposed with UV light for 120 minutes had produced 99,25 % degradation of acid orange-7.

Key word : Photocatalytic, AgI/TiO₂, *Acid Orange-7*

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Hipotesa	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Zat Warna	4
Zat Warna Acid orange 7	5
2.2 Fotokatalitik	5
2.2.1 Definisi	5
2.2.2 Fotokatalitik Semi Konduktor	6
2.2.3 Jenis-jenis Bahan Fotokatalis Semi Konduktor	7
2.2.3.1 Katalis TiO_2	8
2.2.3.2 Katalis AgI/TiO_2	9
2.2.4 Mekanisme Fotokatalis Semi Konduktor	10
2.3. Spektroskopi Sinar UV dan Visible	11
BAB III METODELOGI PENELITIAN	14
3.1 Bahan dan Peralatan	14
3.1.1 Bahan	14
3.1.2 Peralatan	14
3.2 Prosedur Kerja	15
3.2.1 Pembuatan Katalis / AgI/TiO_2	15
3.2.2 Pembuatan larutan Stok Zat Warna	15

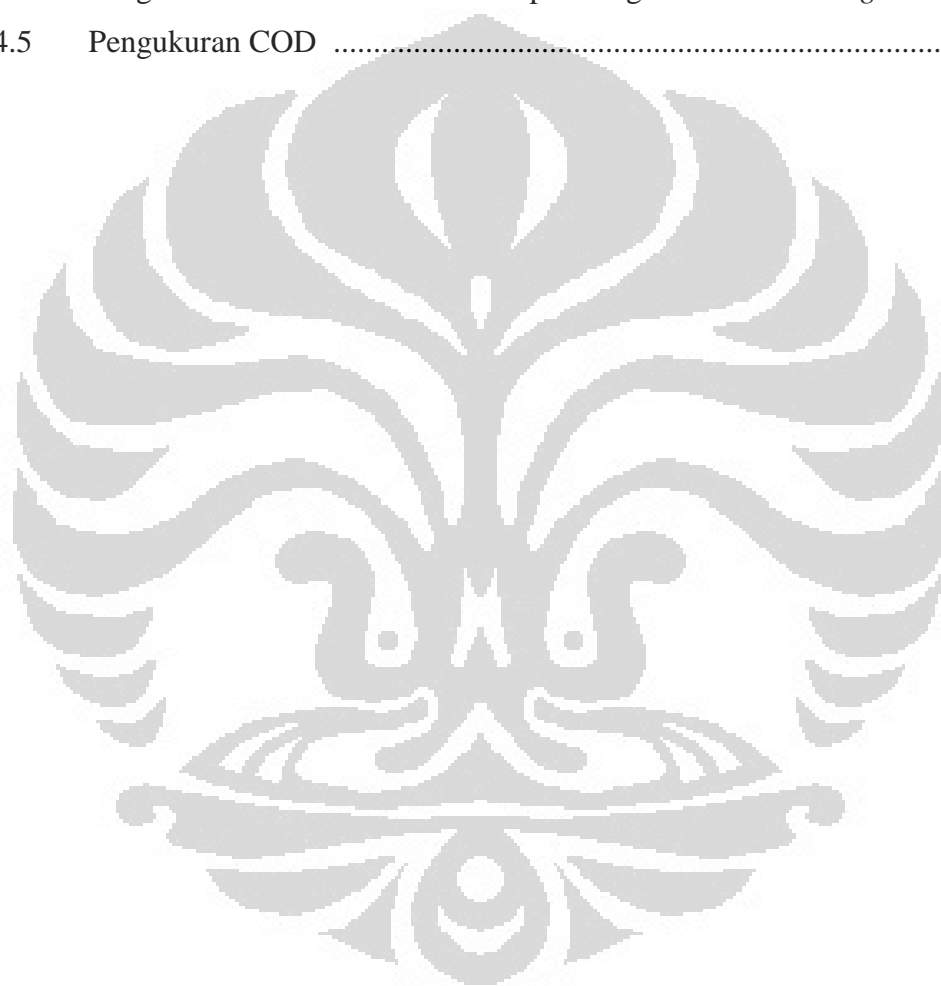
3.2.3	Percobaan pada Zat Warna <i>Acid Orange 7</i>	15
3.2.3.1	Penentuan Waktu Optimum	15
3.2.3.2	Penentuan Jumlah katalis Optimum	16
3.2.3.3	Penentuan Konsentrasi optimum.	16
3.2.3.4.	Penentuan pH Optimum	17
3.2.4	Penentuan Pengaruh Jenis Katalis dan Cahaya dalam Mendegradasi Zat Warna <i>Acid Orange 7</i>	17
3.2.4.1	Degradasi zat warna dengan TiO ₂ -UV	17
3.2.4.2	Degradasi zat warna <i>Acid Orange 7</i> dengan AgI/TiO ₂ -UV.....	18
3.2.4.3	Degradasi zat warna <i>Acid Orange 7</i> dengan TiO ₂ tanpa sinar UV	19
3.2.4.4	Degradasi zat warna <i>Acid Orange 7</i> dengan AgI/TiO ₂ tanpa sinar UV	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		20
4.1	Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis AgI/TiO ₂	20
4.2	Karakteristik Fotokatalis	20
4.2.1	Karakteristik dengan XRD	21
4.2.2	Karakteristik dengan SEM	23
4.2.3	Karakteristik dengan EDX	23
4.3	Percobaan Dengan <i>Acid Orange 7</i>	25
4.3.1	Penentuan Waktu Optimum	25
4.3.2.	Penentuan Jumlah katalis Optimum	26
4.3.3	Penentuan Konsentrasi	27
4.2.4	Penentuan pH Optimum	29
4.3	Pengaruh jenis katalis dan cahaya terhadap degradasi zat Warna <i>Acid Orange 7</i>	30
4.4	Pengukuran COD	31
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		33
DAFTAR PUSTAKA		34

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur molekul <i>Acid orange 7</i>	4
2.2 Semikonduktor tipe-p dan tipe-n	5
2.3 Struktur perak iodida	9
2.4 Reaksi-reaksi pada permukaan semikonduktor	10
4.2.1 Difraktogram sampel katalis TiO_2	21
4.2.2 Difraktogram katalis AgI/TiO_2	22
4.2.3 Karakteristik SEM	24
4.2.4 Karakteristik EDX	23
4.3.1 Waktu Optimum <i>Acid Orange 7</i>	25
4.3.2 Jumlah katalis Optimum	26
4.3.3 Konsentrasi Optimum <i>Acid Orange 7</i>	28
4.3.4 pH Optimum <i>Acid Orange 7</i> selama 120 menit	29
4.4 Pengaruh Jenis Perlakuan Terhadap % Degradasi <i>acid Orange 7</i>	30

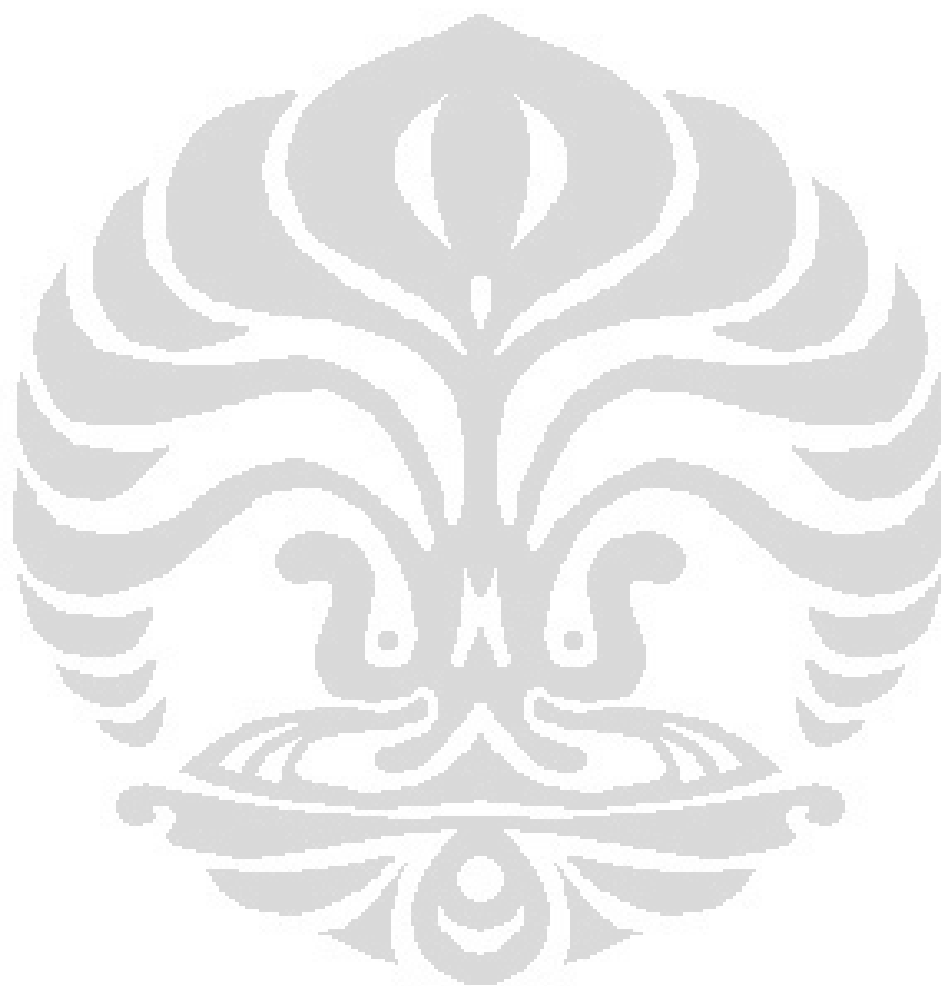
DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4,3.1 Variasi Waktu.....	25
4.3.2 Variasi Jumlah Katalis.....	27
4.3.3 Konsentrasi	28
4.3.4 pH	29
4.4 Pengaruh Jenis Perlakuan Terhadap % Degradasi <i>Acid Orange 7</i>	31
4.5 Pengukuran COD	32



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Difraktogram Katalis TiO_2 dan AgI/TiO_2	36
2. Data XRD Katalis AgI/TiO_2	37
3. Spektrum Absorbansi zat Warna	38



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Masalah perlindungan terhadap kualitas lingkungan hidup akhir-akhir ini telah menarik perhatian masyarakat luas. Hal ini banyak didiskusikan dalam forum-forum diskusi, seminar, dan lain sebagainya, karena salah satu aspek dari menurunnya kualitas hidup dan pengaruhnya yang menghedaki pengamanan secara kongkrit adalah aspek pencemaran terhadap permukaan air dan air sebagai sumber kehidupan. Pencemaran limbah industri yang tidak ramah terhadap lingkungan, salah satu limbah industri yang menjadi kontributor utama penyebab pencemaran air adalah limbah zat warna yang dihasilkan dari proses pencelupan pada suatu industri tekstil. Limbah zat warna *Acid Orange 7* merupakan polutan organik yang sulit didegradasi oleh alam sehingga apabila dibuang ke badan air akan merusak estetika dan meracuni biota didalam air. Hal ini dikarenakan berkurangnya oksigen yang dihasilkan selama proses fotosintesis akibat terhalangnya sinar matahari masuk kedalam badan air akibat keberadaan limbah zat warna.

Beberapa penelitian penghilangan zat warna yang ada dalam limbah cair industri tekstil 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 (*non-biodegradable*).

Untuk mengatasi masalah pencemaran air berbagai metode telah dilakukan diantaranya adalah dengan metode adsorpsi karbon aktif, biodegradasi dan metode kimiawi. Metode adsorpsi karbon aktif dirasa

kurang efektif karena hanya mengadsorpsi polutan tanpa disertai dengan proses dekomposisi polutan larutan tersebut. Sama halnya dengan metode adsorpsi karbon aktif, metode biodegradasi dan oksidasi kimia juga kurang efektif untuk mengatas air. Pada biodegradasi, proses biodegradasi berlangsung sangat lambat dan rumit dalam mengontrol suhu serta pH dimana mikro-organisme dapat hidup dan mendegradasi polutan secara optimal. Oleh karena itu, metode alternatif untuk penghilangan zat warna sangat diperlukan. Salah satu metode alternatif penghilangan zat warna, dalam pengolahan limbah industri tekstil yaitu dengan dasar proses oksidasi lanjut menggunakan kombinasi dari radiasi sinar UV dan agen oksidatif.

Beberapa fotokatalis seperti TiO_2 , WO_3 , SnO_2 , ZnO , CdS termasuk ke dalam golongan fotokatalis semikonduktor. Dimana fotokatalis ini mempunyai proses dasar oksidasi lanjut dengan menggunakan radikal hidroksil sebagai oksidator yang kuat. Umumnya fotokatalis TiO_2 lebih sering digunakan dibandingkan dengan fotokatalis lainnya. Hal ini dikarenakan TiO_2 mempunyai beberapa keunggulan, diantaranya fotostabil, tidak beracun, murah dan tidak larut dalam air. Untuk meningkatkan efektivitas dari fotokatalis TiO_2 , dewasa ini telah banyak dikembangkan fotokatalis heterogen dari TiO_2 itu sendiri. Salah satunya ialah fotokatalis AgI/TiO_2 . Oleh karena itu dilakukan penelitian degradasi fotokatalitik zat warna dengan AgI/TiO_2 dan sinar UV.

Proses penghilangan zat warna dilakukan dengan mendispersikan fotokatalis heterogen dalam larutan zat warna *Acid orange 7* dalam reaktor bejana gelas. Pengujian penghilangan zat warna dapat dilakukan dengan mengukur nilai adsorbansi sebelum dan sesudah radiasi dilakukan. Pengukuran nilai adsorbansi ini dilakukan menggunakan instrumen UV-VIS.

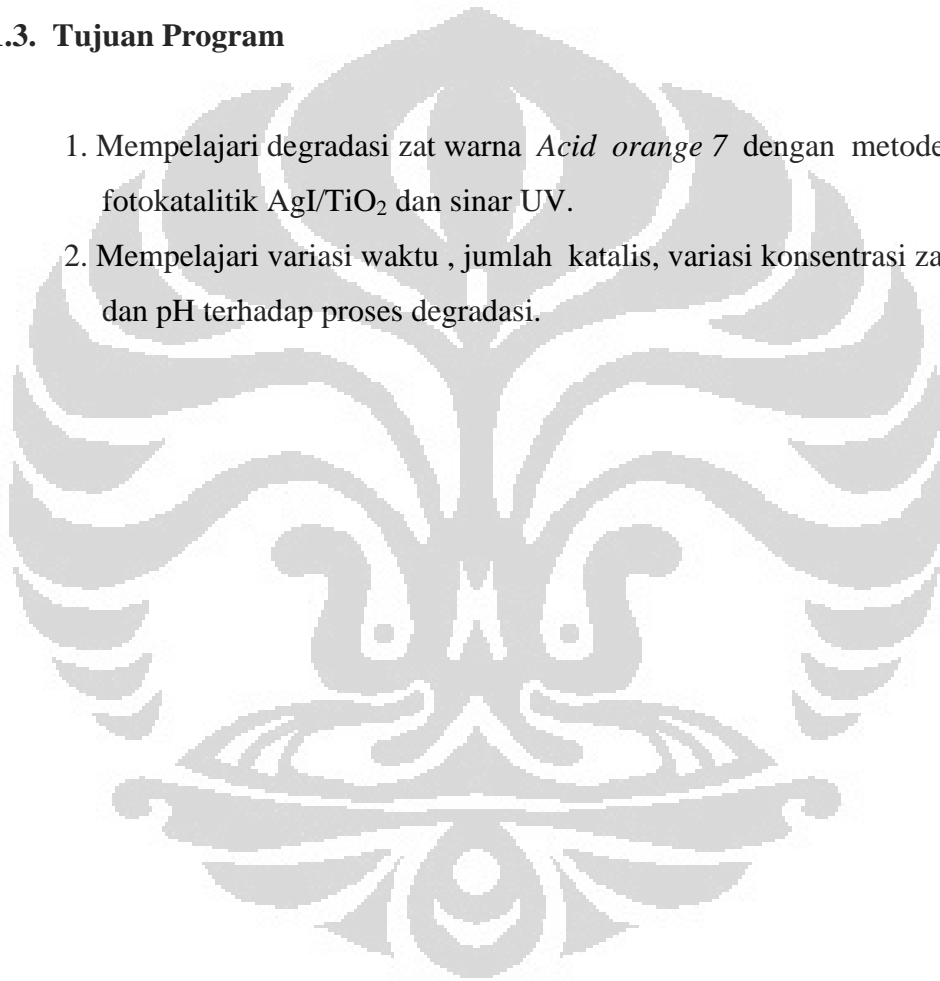
Melihat pada keadaan yang sebenarnya, dimana proses pencelupan dan pencapan seringkali menggunakan lebih dari satu jenis zat warna. Maka penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk melakukan pengujian degradasi fotokatalitik zat warna *Acid Orange 7* dengan AgI/TiO_2 dan sinar UV serta menentukan nilai optimasi degradasi terhadap pengaruh waktu, jumlah katalis, konsentrasi dan pH dari larutan zat warna *acid orange-7*.

1.2. Hipotesa

- a. Penempatan AgI pada TiO_2 akan meningkatkan efektifitas dan efisiensi kinerja Fotokatalitik.
- b. Adanya variasi waktu, variasi jumlah katalis AgI/ TiO_2 , variasi konsentrasi dan variasi pH zat warna akan mempengaruhi efisiensi degradasi zat warna *Acid orange 7*

1.3. Tujuan Program

1. Mempelajari degradasi zat warna *Acid orange 7* dengan metode proses fotokatalitik AgI/ TiO_2 dan sinar UV.
2. Mempelajari variasi waktu , jumlah katalis, variasi konsentrasi zat warna, dan pH terhadap proses degradasi.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Zat Warna

Zat warna *Acid orange 7* merupakan polutan organik yang sulit didegradasi oleh alam sehingga apabila dibuang ke badan air akan merusak estetika dan meracuni biota dalam air. Hal ini dikarenakan berkurangnya oksigen yang dihasilkan selama proses fotosintesis akibat terhalangnya sinar matahari masuk ke dalam badan air akibat keberadaan limbah zat warna.

Zat warna sudah dikenal sejak dulu kala. Zat warna adalah senyawa berwarna yang dapat memberikan warna kepada objek lain dengan cara berikatan pada objek tersebut. Zat warna umumnya merupakan senyawa organik yang dapat larut dalam air.

Zat warna dapat digolongkan dengan berbagai cara. Zat warna berdasarkan sifat kelarutannya digolongkan sebagai berikut :

1. Zat warna yang larut dalam air

Zat warna ini memiliki satu atau lebih gugus pembentuk garam.

Zat warna ini terdiri dari :

> Zat warna anionik, gugus pembentuk garam umumnya gugus asam sulfonat. Zat warna asam, zat warna direct dan zat warna reaktif termasuk kedalam golongan zat warna ini.

> Zat warna kationik, gugus pembentuk garam umumnya basa ammonium.

Zat warna kationik disebut juga zat warna basa.

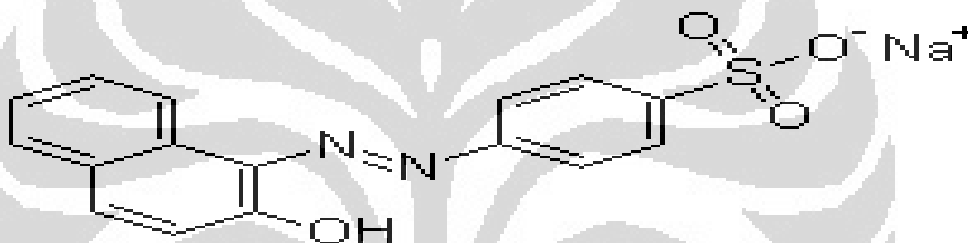
2. Zat warna yang sukar larut dalam air

Contohnya adalah zat warna *dispers* (celup), zat warna mordan, zat warna sulfur, zat warna *vat* (bejana) dan pigmen.

2.2. Zat warna *Acid Orange 7*

Zat warna tekstil(azo) merupakan zat warna yang banyak dipergunakan untuk pewarnaan tekstil. *Acid orange 7* merupakan salah satu zat warna azo yang banyak digunakan untuk tekstil, tenun, penyamakan dan kertas industri oleh karena itu memiliki dampak yang luas terhadap lingkungan yang dapat menyebabkan kanker apabila di buang sebagai limbah.

Acid Orange 7 adalah mono-azo acid dye, yang larut dalam air dan memiliki struktur tautomer tingkat 1. *Acid Orange 7* merupakan zat warna azo yang memiliki rumus molekul $C_{16}H_{11}N_2NaO_4S$ mengandung gugus kromofor azo. Struktur *Acid Orange 7* ditunjukkan oleh Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur Molekul *Acid Orange 7*

2.3. Fotokatalitik

2.3.1. Definisi

Reaksi fotokatalitik adalah reaksi yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan katalis secara bersama-sama. Katalis yang digunakan pada reaksi ini disebut fotokatalis, dan fotokatalis memiliki kemampuan mempercepat foto reaksi melalui interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun dalam keadaan tereksitasi, atau dengan produk utamanya yang tergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut.

Secara umum, fotokatalitik dibagi menjadi dua jenis, yaitu fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalitik dengan bantuan zat pengoksidasi, seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen adalah proses

fotokatalitik dengan bantuan semikonduktor yang diirradiasi dengan sinar UV. Contoh semikonduktor yang digunakan pada fotokatalitik heterogen adalah titanium dioksida (TiO_2), seng oksida (ZnO) dan Cadmium sulfida (CDS).

2.3.2. Fotokatalitik Semikonduktor

Semikonduktor merupakan suatu zat yang mempunyai sifat di antara isolator dan konduktor. Perbedaan ini dapat dilihat dari ukuran konduktivitas listrik (σ), struktur pita, pita valensi terisi penuh atau sebagian dan besarnya celah energi (*band gap energy*) antara pita valensi dan pita konduksi. Perbedaan antara isolator, konduktor dan semikonduktor adalah :

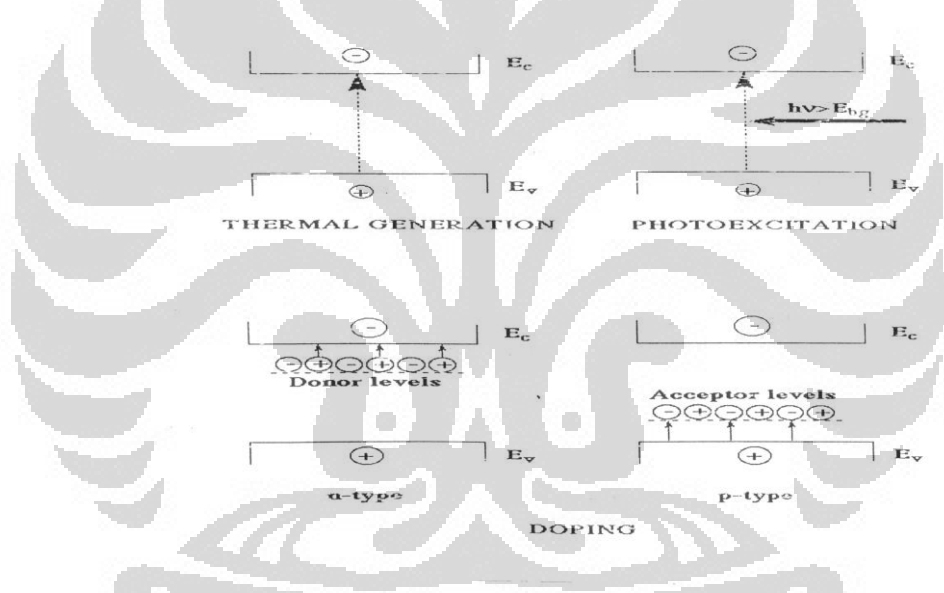
1. konduktor, merupakan suatu bahan yang dapat dengan mudah menghantarkan arus listrik, dengan nilai konduktivitas listrik (σ) sebesar 10^4 - $10^6 \text{ ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$, mempunyai struktur dengan pita valensi dan pita konduksi terisi elektron serta energi celah yang berhimpit.
2. Isolator, merupakan bahan dengan daya hantar listrik yang sangat lemah atau bahkan tidak ada, dengan nilai konduktivitas listrik (σ) Lebih kecil dari $10^{-15} \text{ ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$, mempunyai pita valensi yang terisi sebagian/penuh dan pita konduksi kosong, serta energi celah yang besar (lebih besar dari 5,0 eV).
3. Semikonduktor, merupakan suatu bahan dengan konduktivitas listrik diantara konduktor dan isolator. Memiliki nilai σ sebesar 10^{-5} - $10^{-3} \text{ ohm}^{-1} \text{ cm}^{-1}$, mempunyai pita valensi yang terisi penuh dan pita konduksi yang kosong, serta energi celah yang tidak terlalu besar (0,5-5,0 eV).

Besarnya celah pita antara pita valensi dan pita konduksi tersebut akan menentukan tingkat populasi termal dari pita konduksi atau tingkat konduktivitas listrik dari semikonduktor tersebut. Celah pita tersebut juga menentukan sensitivitas panjang gelombang dari semikonduktor yang bersangkutan terhadap radiasi.

Semikonduktor dibagi menjadi dua macam, yaitu :

1. **Semikonduktor intrinsik**, merupakan semikonduktor yang murni dan belum disisipi atom lain. Jumlah elektron pada pita konduksi sangat dipengaruhi oleh besarnya energi pita dan temperatur. Contoh dari semikonduktor jenis ini adalah silikon, germanium dan titanium oksida.
2. **Semikonduktor ekstrinsik**, merupakan semikonduktor yang tidak murni lagi karena telah disisipi atom lain untuk menambah konduktivitasnya. Jika atom yang disisipkan memiliki elektron valensi lebih banyak (donor elektron), disebut semikonduktor tipe-n. Jika yang disisipkan adalah atom yang elektron valensinya lebih kecil, maka disebut semikonduktor tipe-p. Seperti yang tertera pada Gambar

2.2



Gambar 2.2. Semikonduktor type p

2.3.3. Jenis-jenis Bahan Katalis Semikonduktor

Bahan-bahan semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai katalis dalam proses-proses transformasi kimiawi dengan bantuan cahaya. Semikonduktor memiliki daerah energi yang kosong yang disebut celah energi. Semikonduktor tersebut dapat berfungsi sebagai katalis jika cahaya yang mengenai semikonduktor memiliki energi yang setara atau lebih

daripada celah energi semikonduktor yang bersangkutan. Beberapa kriteria yang diperlukan oleh suatu bahan semikonduktor untuk dapat digunakan sebagai fotokatalis ialah :

1. bersifat fotoaktif
2. mampu memanfaatkan cahaya tampak atau ultraviolet dekat
3. bersifat *inert* secara biologis dan kimiawi
4. bersifat fotostabil (stabil terhadap cahaya)
5. murah harganya

2.3.3.1. Katalis TiO_2

Titanium adalah logam transisi yang berwarna perak keabu-abuan, dengan nomor atom 22, Ar = 47,9 merupakan unsur ke-9 yang terbanyak di muka bumi. Titanium lebih ringan dari logam lain yang sifat-sifat mekanik dan termalnya serupa, karena itu sering digunakan sebagai alloy (campuran logam) yang kuat dan tahan korosi, juga digunakan pada mesin turbin, industri pesawat terbang dan peralatan kelautan. TiO_2 adalah senyawa titanium yang paling penting, merupakan bubuk yang berwarna putih, yang sering digunakan sebagai pewarna putih pada cat, kosmetik, dan zat warna pada makanan. Berdasarkan studi titanium dioksida telah dideteksi bahwa titanium oksida inert secara biologis.

Berdasarkan struktur kristalnya, titanium dioksida dibagi menjadi tiga, yaitu :

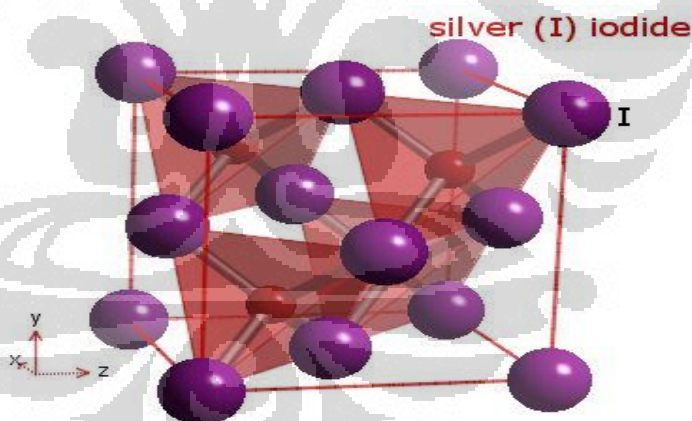
- >Rutile, yang stabil pada suhu tinggi, bentuk kristalnya tetragonal dan terdapat pada batuan beku
- >Anatase, yang stabil pada suhu rendah, dengan bentuk kristal tetragonal
- >Brookite, yang hanya terdapat pada mineral dengan kristalnya ortombik.

TiO_2 tipe anatase umumnya memperlihatkan fotoaktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan TiO_2 tipe lainnya. Hal ini dikarenakan sifat fisik dari tipe anatase yang mempunyai luas permukaan yang lebih

besar dibandingkan dengan tipe lainnya. Celah energi untuk anatase adalah 3,2 eV, dimana sesuai dengan energi sinar UV (388 nm). Sedangkan celah energi tipe rutil adalah 3,0 eV, yang sesuai dengan energi sinar violet (413nm). Celah energi dari semikonduktor menunjukkan energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan elektron (e^-) pada pita konduksi dan hole (h^+) pada pita valensi. *Hole* ini dapat bereaksi dengan air menghasilkan radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) yang sangat reaktif. *Hole* dan radikal hidroksil tersebut dapat bertindak sebagai oksidator yang sangat kuat, dimana dapat mengoksidasi hampir semua senyawa organik.

2.3.3.2. Katalis AgI/TiO₂

Perak Iodida merupakan senyawa kristalin padat yang berwarna kuning dengan berat molekul = 234,773 dan densitas sebesar 5683 kg m⁻³. Senyawa perak iodida mempunyai struktur geometri bipiramidal trigonal, seperti digambarkan pada Gambar 2.3 di bawah ini



Gambar 2.3 Struktur perak iodida

Perak iodida lebih dikenal sebagai material fotosensitif dan sering digunakan dalam film fotografi. Keuntungan dari perak iodida adalah sensitivitasnya terhadap cahaya sangat bagus, dan selama dipaparkan di bawah sinar/cahaya, perak iodida, relatif stabil dibandingkan dengan kelompok perak halida lainnya.

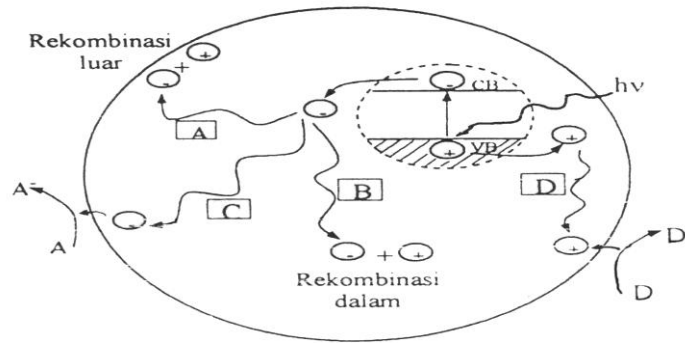
Penambahan perak iodida pada fotokatalis TiO_2 dimaksudkan untuk menambahkan sensitivitas TiO_2 terhadap cahaya. Selain itu, penambahan perak iodida dapat meningkatkan pemisahan elektron-hole atau yang sering disebut reaksi penggabungan elektron-hole.

2.3.3.3 Mekanisme Fotokatalis Semikonduktor

Pada reaksi fotokatalitik semikonduktor dapat berperan sebagai pengaktivasi katalis reaksi redoks-cahaya dikarenakan pita valensi yang penuh berisi elektron dan pita konduksi yang kosong, dengan energi celah diantara kedua pita tidak terlalu besar. Ketika sebuah foton dengan energi $h\nu$ yang sama atau lebih besar dari energi celah pita, E_g , maka elektron pada pita valensi akan memiliki energi yang cukup besar untuk dapat berpindah/terekstisasi ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (h^+) pada pita valensi. Reaksi ini merupakan salah satu jenis teknik oksidasi lanjutan dan merupakan awal dari reaksi fotokatalitik selanjutnya.

Elektron pada pita konduksi dan lubang positif pada pita valensi ini dapat mengalami beberapa reaksi. Pertama, muatan negatif dan positif berkompetisi dan berdifusi cepat ke permukaan semikonduktor. Apabila pada permukaan semikonduktor terdapat akseptor elektron dan bertemu dengan elektron, maka akan terjadi reaksi reduksi. Namun apabila terdapat donor elektron (seperti ion hidroksil atau molekul air) yang bertemu dengan lubang positif, maka reaksi yang terjadi adalah reaksi oksidasi, membentuk radikal hidroksil. Sedangkan elektron pita konduksi bereaksi dengan akseptor elektron (seperti molekul oksigen) dan mengalami reaksi reduksi membentuk spesi oksigen yang reaktif.

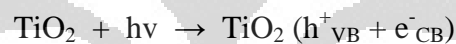
Kedua, elektron dan lubang positif ini dapat bereaksi sesamanya (rekombinasi) menghasilkan suatu spesies netral dengan melepaskan kembali energi panas. Reaksi ini dapat terjadi pada permukaan ataupun di dalam semikonduktor. Gambar 2.4 menunjukkan reaksi-reaksi yang terjadi pada permukaan semikonduktor.



Gambar 2.4 Reaksi-reaksi pada permukaan semikonduktor

Berdasarkan pengukuran fotokatalis dengan cahaya laser, dapat dikemukakan secara ringkas mengenai mekanisme reaksi fotokatalisis heterogen pada TiO_2 sebagai berikut :

1. Pembentukan pasangan pembawa muatan (e^- dan h^+) ketika semikonduktor disinari oleh foton.



2. Penangkapan pembawa muatan



3. Rekombinasi pembawa muatan



4. Inisiasi reaksi oksidasi oleh lubang positif pada pita alensi dan inisiasi reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi



5. Reaksi fotokatalisis lebih lanjut menghasilkan CO_2 , H_2O dan asam

2.4. Spektrofotometer Ultra Violet-Visibel (UV-Vis)

Pada umumnya penerapan penggunaan spektrofotometri ultraviolet dan sinar tampak pada senyawaan organik didasarkan pada transisi antara tingkat energi elektronik. Semua molekul dapat menyerap radiasi dalam

daerah sinar tampak karena elektron molekul tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi.

Eksitasi elektron senyawa berikatan tunggal dan rangkap berbeda bila diberi sinar. Elektron dalam ikatan tunggal tereksitasi dari σ ke σ^* sedangkan elektron dalam ikatan rangkap dua maupun rangkap tiga mempunyai eksitasi elektron dari π ke π^* . Jika suatu molekul memiliki elektron bebas (*non bonding*) maka elektron tersebut akan dieksitasikan ke tingkat energi yang lebih tinggi, karena elektron non bonding terikat lebih lemah dibandingkan elektron bonding. Pada kasus ini transisi yang terjadi adalah $n-\sigma^*$. Untuk molekul terkonjugasi, yaitu molekul yang memiliki ikatan rangkap berselang-seling dengan ikatan tunggal, absorpsi bergeser ke panjang gelombang yang lebih panjang (pergeseran batokromik). Ketika pergeseran panjang gelombang semakin besar menandakan bahwa energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasikan elektron dalam ikatan adalah lebih sedikit. Hal ini dikarenakan bahwa panjang gelombang dengan energi mempunyai hubungan berbanding terbalik.

Spektrofotometer UV_Vis umumnya beroperasi dari sekitar 175 atau 200 ke 1000 nm. Sampel biasanya berbentuk larutan encer, walaupun penyerapan gas dan bahkan padatan juga dapat terukur. Sampel biasanya diletakkan di sebuah sel transparan yang disebut kuvet. Apabila radiasi atau cahaya putih dilewatkan melalui larutan berwarna maka radiasi dengan panjang gelombang tertentu akan diserap (absorpsi) secara selektif, sedangkan radiasi lainnya akan diteruskan (transmisi).

Pengukuran larutan dengan Spektrofotometer UV_Vis dilakukan pada nilai absorbansi. Absorbansi dengan simbol A dari larutan merupakan logaritma dari (I_0/I) atau logaritma $(1/T)$. Absorbansi yang diukur sesuai dengan hukum Lambert-Beer:

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

Keterangan : A = Absorbansi

ϵ = Absorptivitas molar ($M^{-1}cm^{-1}$)

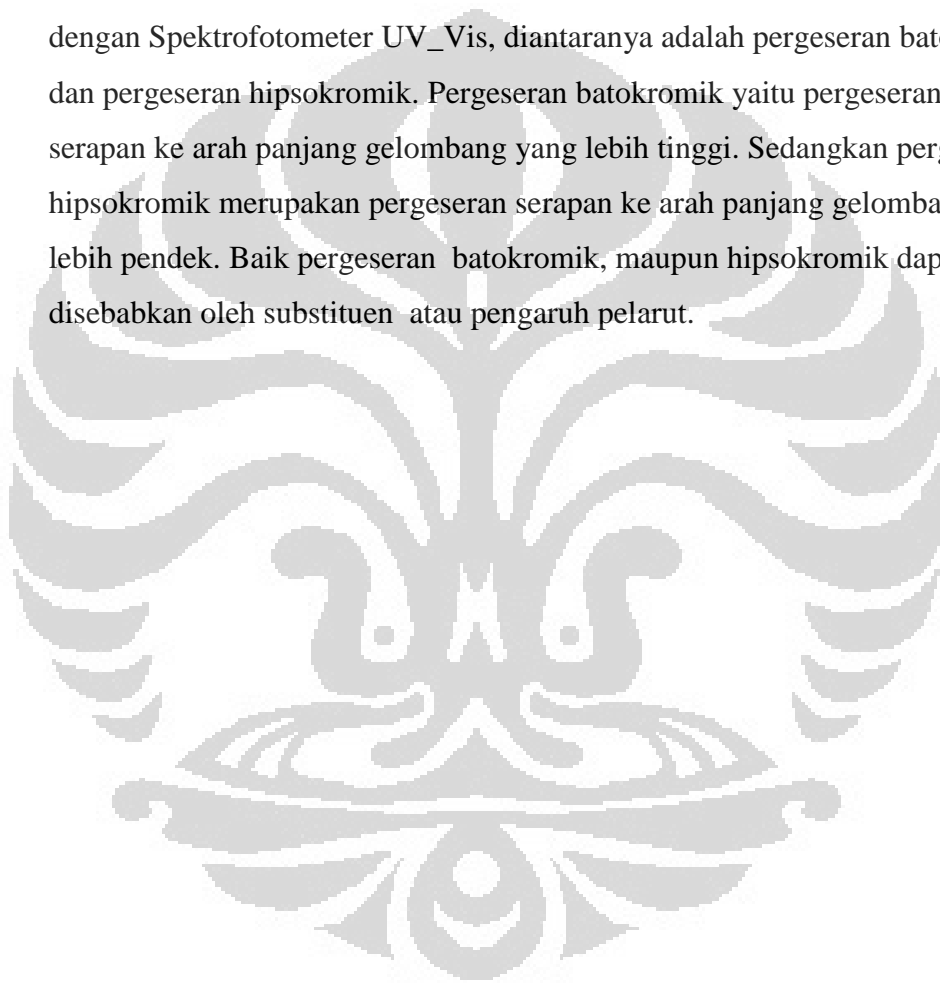
b = Tebal larutan (cm)

C = Konsentrasi larutan (M)

Spektrofotometer UV-Vis terdiri dari lima komponen pokok, yaitu :

- a. Sumber radiasi: lampu hidrogen, deuterium atau wolfram.
- b. Tempat sampel/kuvet: kuarsa, kaca atau plastik dengan panjang lintasan $b = 1 \text{ cm}$.
- c. Monokromator
- d. Detektor
- e. Rekorder

Ada beberapa istilah transisi serapan elektronik pada pengukuran dengan Spektrofotometer UV_Vis, diantaranya adalah pergeseran batokromik dan pergeseran hipsokromik. Pergeseran batokromik yaitu pergeseran serapan ke arah panjang gelombang yang lebih tinggi. Sedangkan pergeseran hipsokromik merupakan pergeseran serapan ke arah panjang gelombang yang lebih pendek. Baik pergeseran batokromik, maupun hipsokromik dapat disebabkan oleh substituen atau pengaruh pelarut.



BAB III

METODEOLOGI PENELITIAN

3.1. Bahan dan Peralatan

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan untuk aplikasi degradasi adalah bubuk TiO_2 (Merk), AgNO_3 , KI (merk) dan larutan zat warna Acid Orange 7. Larutan zat warna Acid Orange 7 dibuat dari bubuk Acid orange 7 yang dilarutkan dengan aquademin. Pengaturan pH menggunakan larutan CH_3COOH dan NH_4OH masing-masing dengan konsentrasi 0,1 M.

3.1.2 Peralatan

Pada penelitian kali ini digunakan alat-alat gelas, seperti botol timbang, labu ukur, gelas ukur, batang pengaduk kaca, corong, bejana kimia, kaca arloji, pipet volumetri, pipet tetes dan lain-lain. Untuk menimbang bahan padatan (bubuk) digunakan neraca timbang analisis. Untuk mengukur pH suatu larutan digunakan pH meter elektronik (Ω Metro Ohm). reaktor fotokatalisis digunakan sebuah kotak hitam yang didalamnya telah dilengkapi dengan 5 buah lampu UV dengan masing-masing daya 9 watt. Untuk menghasilkan suspensi AgI/TiO_2 yang homogen digunakan magnetic stirrer dan stirrer bar.

Karakterisasi larutan hasil degradasi untuk uji aktivasi dan optimum dilakukan dengan spektrofotometer UV_Vis double beam (UV-2450 Shimidzu) yang akan memberikan gambaran mengenai spektrum absorpsinya.

3.2. Prosedur Kerja

3.2.1. Pembuatan katalis AgI/TiO₂

Mula-mula disiapkan TiO₂ dan ditimbang seberat 10 gram kemudian dimasukkan kedalam beaker gelas 500 ml lalu dilarutkan dengan 500 ml aquademin selanjutnya disonik selama 30 menit. Setelah proses sonik selesai lalu ditambahkan KI seberat 1 gram ke dalam larutan suspensi TiO₂ dan larutan ini diaduk kembali dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer selama 30 menit. Kemudian AgNO₃ yang sudah larut dalam 4 ml NH₄OH pekat dimasukan ke larutan suspensi tersebut segera setelah proses pengadukan dengan magnetik stirrer selama 30 menit selesai selanjutnya di stirrer kembali selama 12 jam. Setelah proses pengadukan 12 jam selesai produk yang dihasilkan didekantasi sampai terpisah antara filtrat dan endapannya. Endapan kemudian dicuci dengan aquademin lalu dikeringkan dengan suhu 102 °C – 105 °C. Untuk proses akhir endapannya dihaluskan sehingga didapatkan katalis AgI/TiO₂ yang berupa kristal kuning pucat. Katalis TiO₂ dan Katalis AgI/TiO₂ masing-masing dilakukan Xray Difraksi.

3.2.2. Pembuatan larutan zat warna

Serbuk zat warna *Acid Orange 7* ditimbang sebanyak 25 mg kemudian zat warna dilarutkan dengan aquademin dan diencerkan dalam labu ukur 250 ml untuk mendapatkan konsentrasi 1000 ppm.

3.2.3. Percobaan pada zat warna *Acid Orange 7*

3.2.3.1. Penentuan Waktu optimum zat warna *Acid Orange 7*

Larutan zat warna *Acid Orange 7* dengan konsentrasi 500 ppm dibuat dari larutan induk 1000 ppm dengan cara diencerkan sebanyak

50 ml dalam labu 100 ml, kemudian di ambil masing-masing 20 ml lalu dimasukkan ke dalam 5 buah beaker gelas 25 ml dan ditambahkan 0,02 gram AgI/TiO_2 . Selanjutnya larutan tersebut diaduk dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer dan diirradiasi dalam reaktor radiasi sinar UV(lampu UV 45 watt) dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit, 120 menit,dan 180 menit. Setelah itu diambil sebanyak 10 ml untuk diukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen spektrofotometer UV_Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *Acid Orange 7* (λ 479 nm).

3.2.3.2. Penentuan Jumlah Katalis

Di ambill masing-masing sebanyak 20 ml *Acid Orange 7* dengan konsentrasi 500 ppm lalu dimasukkan kedalam 5 buah beaker gelas 25 ml lalu ditambahkan katalis AgI/TiO_2 dengan variasi jumlah yaitu, 0,01 gram, 0,02 gram, 0,03 gram, 0,04 gram dan 0,05 gram. Kemudian larutan tersebut diaduk dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer dan diirradiasi dalam reaktor radiasi sinar UV (lampu 45 watt) selama waktu optimum (120 menit). Selesai pengadukan kemudian disentrifuge selama 10 menit lalu diambil sebanyak 10 ml untuk diukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *acid orange 7* (λ 479 nm)

3.2.3.3. Penentuan Konsentrasi optimum

Di buat larutan *Acid Orange 7* dengan variasi konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm, 600 ppm dari larutan induk 1000 ppm. Dari setiap konsentrasi diambil sampel acid orange7 sebanyak 20 ml lalu di masukkan ke dalam beaker gelas 25 ml dan di tambahkan 0,034 gram AgI/TiO_2 , adalah jumlah dari katalis optimum yang diperoleh. Kemudian setiap variasi konsentrasi larutan tersebut diaduk

dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer dan diirradiasi dalam reaktor dengan radiasi sinar UV (lampu UV 45 watt) selama waktu optimum (120 menit). Setelah selesai pengadukan lalu disentrifuge selama 10 menit, kemudian di ambill larutan sebanyak 10 ml untuk diukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan, instrumen spektrofotometer UV_Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *Acid Orange 7* (λ 479 nm).

3.2.3.4. Penentuan pH optimum

Dibuat 300 ppm zat warna *Acid Orange 7* dari larutan induk 1000 ppm, diambil 30 ml dan diencerkan dalam labu 100 ml kemudian larutan tersebut di ambil masing-masing sebanyak 20 ml lalu di masukkan dalam 6 buah beaker gelas 25 ml dan masing-masing ditambahkan 0,034 gram AgI/TiO₂ dari jumlah katalis optimum yang di peroleh dan digabung dengan waktu optimum(120 menit). Selanjutnya larutan tersebut diaduk dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer dan diirradiasi dalam reaktor radiasi sinar UV(lampu UV 45 watt) selama waktu optimum (120 menit). Setelah selesai pengadukan larutan lalu disentifuge selama 10 menit lalu dibuat variasi pH 4, 5 ,6, 7, 8, 9 dan 10 selanjutnya diambil sebanyak 10 ml untuk di ukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal(tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *acid orange 7* (λ 479 nm).

3.2.4. Penentuan Pengaruh jenis katalis dan cahaya dalam mendegradasi zat warna *Acid Orange 7*

3.2.4.1 Degradasi zat warna *Acid orange 7*, sinar UV

Di ambil 20 ml sampel acid orange 7 dengan konsentrasi 300 ppm di masukkan ke dalam beaker gelas 25 ml.kemudian larutan tersebut

diaduk dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer dan diirradiasi dalam reaktor dengan radiasi sinar UV (lampu UV 45 watt) selama 120 menit. Lalu diambil larutan sebanyak 10 ml untuk diukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen spektrofotometer UV_Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *Acid Orange 7* ($\lambda 479$ nm).

3.2.4.2. Degradasi zat warna *Acid Orange 7*, TiO₂ - UV

Di ambil 20 ml sampel acid orange 7 dengan konsentrasi 300 ppm, di masukkan ke dalam beaker gelas 25 ml lalu tambahkan 0,034 gram TiO₂. Kemudian larutan tersebut diaduk dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer dan diirradiasi dalam reaktor dengan radiasi sinar UV (lampu UV45 watt) selama 120 menit. Selanjutnya diambil larutan sebanyak 10 ml untuk diukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen spektrofotometer UV_Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *Acid Orange 7* ($\lambda 479$ nm).

3.2.4.3 Degradasi zat warna *Acid Orange 7*, AgI/TiO₂ – UV

Di ambil 20 ml sampel acid orange 7 dengan konsentrasi 300 ppm di masukkan ke dalam beaker gelas 25 ml, di tambahkan 0,034 gram AgI/TiO₂. Kemudian larutan tersebut di aduk dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer dalam reaktor dengan radiasi sinar UV(lampu UV45 watt) selama 120 menit lalu diambil larutan sebanyak 10 ml untuk di ukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen spektrofotometer UV_Vis dengan panjang gelombang maksimal dari acid orange-7 ($\lambda 479$ nm).

3.2.4.4. Degradasi zat warna *Acid Orange 7* dengan TiO_2 tanpa sinar UV

Di ambil sebanyak 20 ml sampel acid orang 7 dengan konsentrasi 300 ppm di masukkan ke dalam 25 ml beaker gelas ditambah 0,034 gram TiO_2 . Kemudian larutan tersebut ditempatkan dalam ruang gelap dan diaduk dengan bantuan pengaduk magnetic stirrer selama 120 menit. Lalu diambil larutan sebanyak 10 ml untuk di ukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen spektrofotometer UV _Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *acid orange 7* ($\lambda 479$ nm)

3.2.4.5 Degradasi zat warna *Acid Orange 7* dengan AgI/TiO_2 tanpa sinar UV

Di ambil 20 ml sampel acid orang 7 dengan konsentrasi 300 ppm di masukkan ke dalam beaker gelas 25 ml ditambah 0,034 gram AgI/TiO_2 kemudian larutan tersebut ditempatkan dalam ruang gelap dan diaduk dengan bantuan stirer selama 120 menit. Setelah itu diambil larutan sebanyak 10 ml untuk di ukur absorbansi dan dibandingkan dengan absorbansi awal (tanpa mengalami perlakuan) dengan instrumen spektrofotometer UV_Vis dengan panjang gelombang maksimal dari *acid orange 7* ($\lambda 479$ nm)

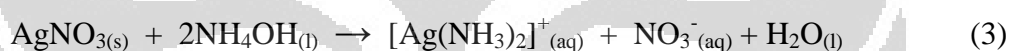
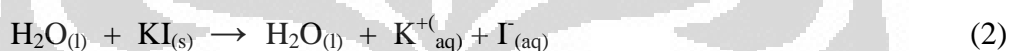
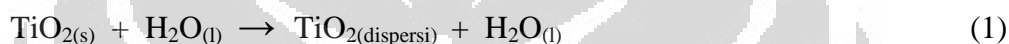
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

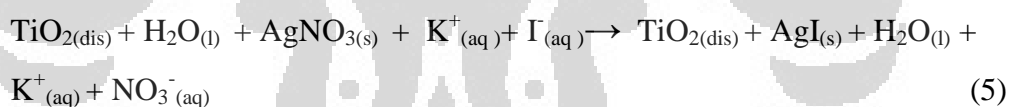
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis AgI/TiO₂

Fotokatalis AgI/TiO₂ dipreparasi dengan menggunakan metode deposisi pengendapan. Pertama kali serbuk putih titanium dioksida yang telah dilarutkan di dalam air di sonifikasi. Hal ini bertujuan untuk memperbesar luas permukaan dari katalis titanium dioksida serta menghomogenkan larutan.

Reaksi yang terjadi :



Produk total yang dihasilkan adalah sebagai berikut :



Setelah itu suspensi ini difiltrasi dan dibilas dengan air dengan tujuan melarutkan garam KNO₃ sehingga tidak ikut dan mengganggu dalam pengukuran katalis. Kemudian produk yang dihasilkan dipanaskan pada suhu 102⁰C- 105⁰C agar air yang masih terdapat dalam produk dapat menguap dan katalis yang terbentuk tidak rusak.

Endapan katalis AgI/TiO₂ yang terbentuk merupakan kristalin yang berwarna kuning pucat.

4.2 Karakterisasi fotokatalis

Karakterisasi ini merupakan pemeriksaan rutin untuk mengetahui struktur dan sifat dari katalis yang telah disintesis, yang kemudian

dibandingkan dengan hasil dari standar atau referensi. Hal-hal yang harus dipahami adalah setiap alat atau metode karakterisasi memiliki kelebihan dan kekurangan, selain itu diperlukan lebih dari dua metode untuk memberikan informasi yang cukup mengenai struktur dan sifat katalis.

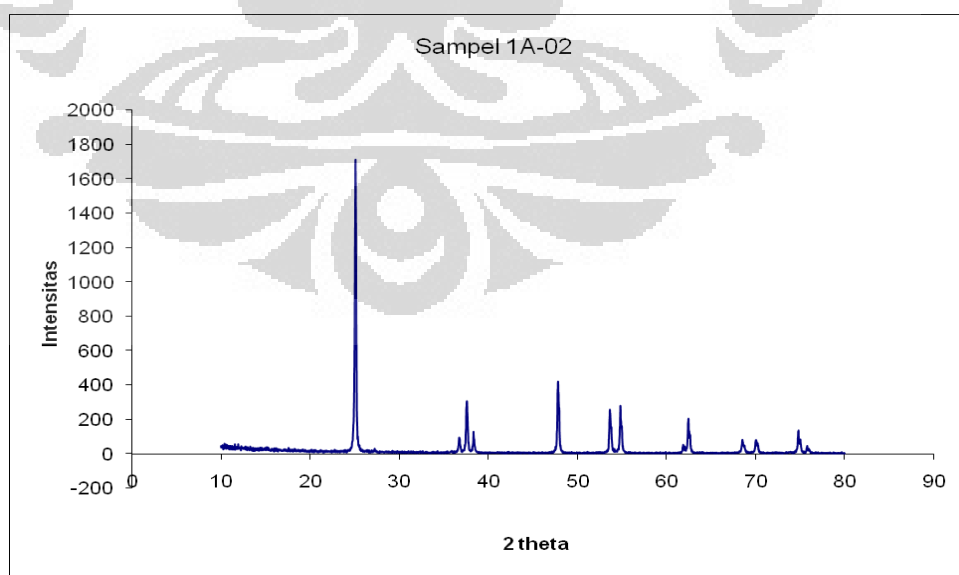
Metode karakterisasi yang umum digunakan adalah :

- a. Data struktural dapat diperoleh dengan metode Difraksi Sinar X (XRD)
- b. Komposisi dari katalis dengan metode SEM dan EDX

4.2.1 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar X (XRD)

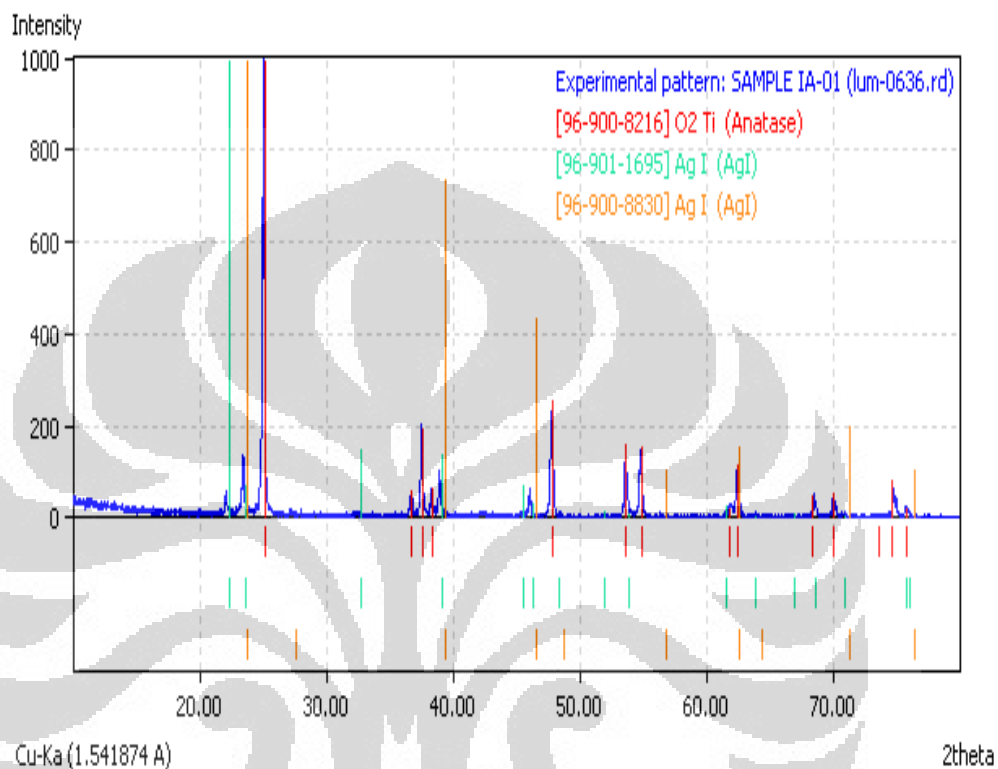
Metode XRD merupakan suatu metode analisis kualitatif yang memberikan informasi mengenai kekristalan suatu mineral tertentu. Hal ini dikarenakan setiap mineral memiliki pola difraktogram yang karakteristik. Kristalinitas sampel dilihat dari tampilan pola difraktogramnya.

Difraktogram yang memiliki pola pemisahan puncak-puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncak tertinggi memiliki kristalinitas yang baik. Dari hasil karakterisasi dengan XRD, diperoleh difraktogram seperti pada gambar 4.2.1.1



Gambar 4.2.1.1 Difraktogram katalis TiO_2

Dari pola difraksi di atas, dapat dilihat puncak karakterisasi fotokatalis untuk TiO_2 pada $2\theta = 25,12$ sedangkan puncak karakterisasi untuk AgI pada $2\theta = 25,05$. Pola difraksi XRD dari sampel yang diukur mempunyai kemiripan dengan pola difraksi XRD berdasarkan referensi.



Gambar 4.2.1.2. Difraktogram katalis AgI/TiO_2

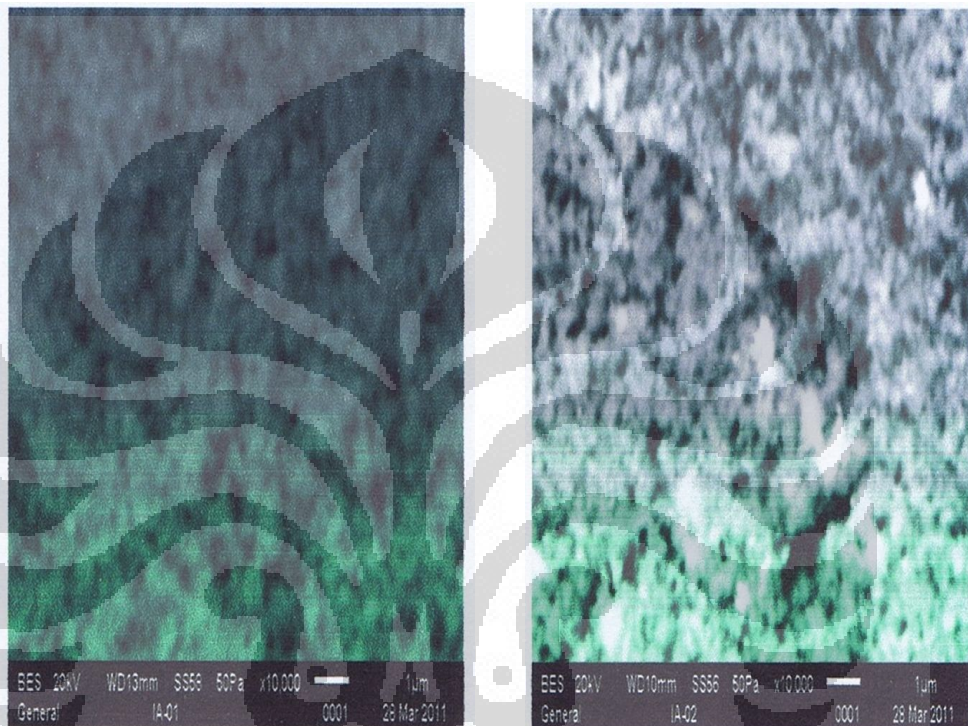
Hasil analisis kualitatif menunjukkan jumlah persentase masing-masing unsur yang terdapat dalam katalis AgI/TiO_2 dapat dilihat pada tabel 4.2.1

Tabel 4.2.1. Data analisis TiO_2 dan AgI

No.	Nama Senyawa	Fasa	Acuan	Fraksi Massa
<i>No.</i>	<i>Name of Compound</i>	<i>Phase</i>	<i>Ref.</i>	<i>Mass Fraction (% wt)</i>
1.	Anatase	TiO_2	AMCSD 96-900-8216	98.74
2.	Perak Iodida	AgI	AMCSD 96-900-8830	1.26

4.2.2. Karakterisasi dengan SEM

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk mengidentifikasi morfologi dari permukaan kristal TiO_2 yang terbentuk dan perkiraan ukuran satu unit kristal. Dari hasil pemeriksaan seperti gambar 4.2.2 a dan gambar 4.2.2.b adalah bentuk kristal TiO_2 dengan pembesaran



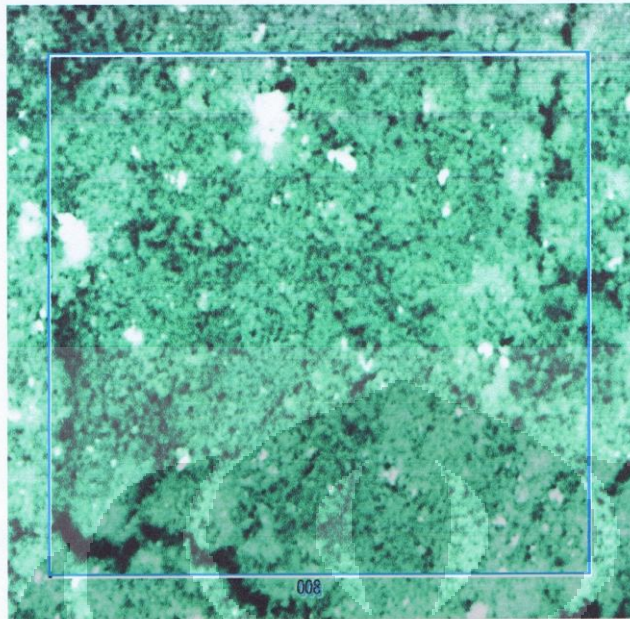
Gambar 4.2.2 a

Gambar 4.2.2.b

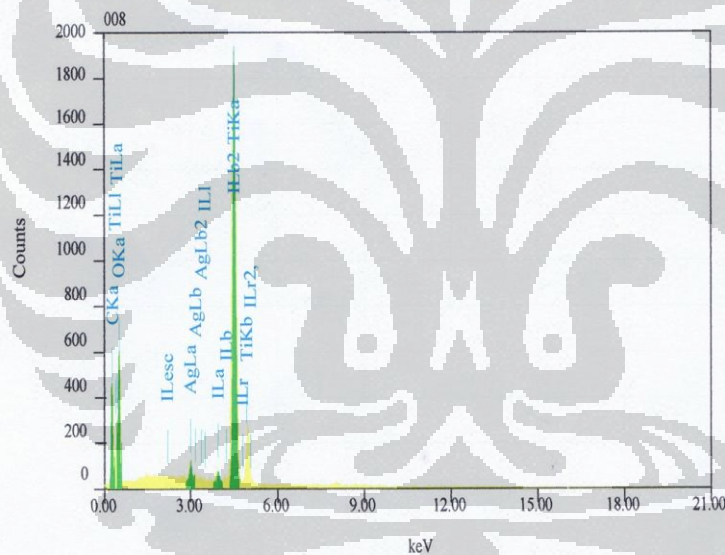
4.2.3 Karakteristik dengan EDX

Karakterisasi dengan EDX dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur-unsur kimia yang terdapat dalam suatu sampel. Dari hasil analisis yang terdapat di dalam katalis ini. Hasil analisis EDX fotokatalis AgI/TiO_2 dapat dilihat pada gambar 4.2.3

IA 02 kuning 003



Title : IMG1
 Instrument : 6510(LA)
 Volt : 20.00 kV
 Mag. : x 2,500
 Date : 2011/03/28
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
 Instrument : 6510(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 37.27 sec
 Live Time : 30.00 sec
 Dead Time : 19 %
 Counting Rate: 2111 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.2232

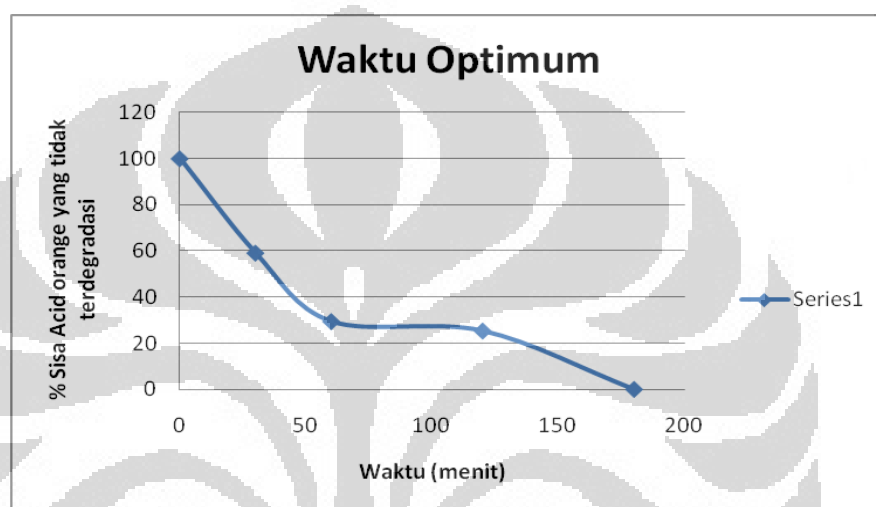
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	12.31	0.05	21.93				8.5285
O K	0.525	44.93	0.44	60.07				23.6411
Ti K	4.508	38.57	0.13	17.22				61.2871
Ag L	2.983	2.16	0.19	0.43				3.3365
I L*	3.936	2.03	0.30	0.34				3.2068
Total		100.00		100.00				

Gambar 4.2.3 Analisis AgI/TiO₂ dengan EDX

4.3. Percobaan dengan *Acid Orange 7*

4.3.1 Penentuan Waktu Optimum *Acid Orange 7*

Sebelum melakukan proses degradasi terlebih dahulu dilakukan percobaan pada zat warna. Hal ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum dari zat warna tersebut. Pertama kali dilakukan penentuan waktu optimum dari zat warna *Acid Orange 7*. Berikut adalah hasilnya :



Gambar 4.3.1 Waktu Optimum *Acid Orange 7*

Tabel 4.3.1. Variasi waktu

WAKTU	30 Menit	60 Menit	120 Menit	180 Menit
Absorbansi	1,182	0,589	0,507	0,001
% sisa AO7 tidak terdegradasi	59,1	29,45	25,35	0,05
pH Awal	6,55	6,55	6,55	6,55
pH akhir	6,36	6,13	4,5	4

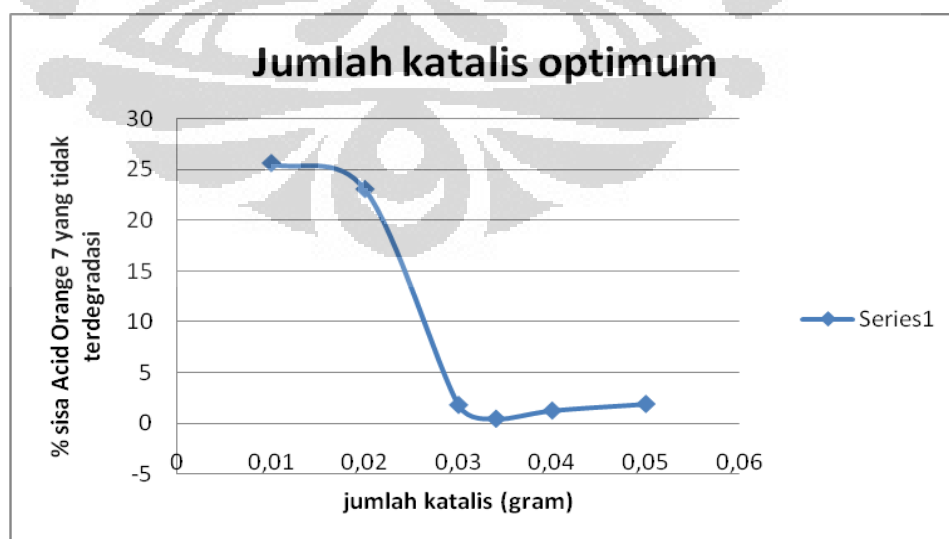
Dari grafik persen penurunan absorbansi terlihat bahwa penurunan terbesar terjadi pada waktu 120 menit. Waktu selama ini dibutuhkan karena alasan *Acid Orange 7* mempunyai bobot molekul yang besar. Selain itu ikatan tak jenuh yang terdapat pada zat warna *Acid Orange 7*.

Struktur molekul *Acid Orange 7* itu sendiri turut berperan dalam emperlambat proses degradasinya. Hal ini disebabkan struktur *Acid orange 7* cukup stabil dan mempunyai satu buah gugus azo satu buah gugus sulfit yang dapat diserang oleh fotokatalis AgI/TiO₂ yang sudah terradiasi. Sehingga waktu yang diperlukan oleh radikal hidrosil lebih lama untuk memutuskan ikatan-ikatan tak jenuh yang terdapat pada zat warna *Acid Orange 7*.

Dari percobaan diatas di atas, didapatkan kondisi optimum degradasi larutan *Acid Orange 7* yaitu pada, waktu radiasi 120 menit, besar persentase penurunan warna pada kondisi waktu optimum ini adalah sebesar 74,65 %.

4.3.2. Penentuan Jumlah Katalis

Setelah didapatkan waktu optimum yang sesuai untuk zat warna *Acid Orange 7*, waktu ini kemudian digunakan untuk menentukan jumlah katalis optimum bagi senyawa ini. Berikut adalah hasilnya :



Gambar 4.3.2 . Jumlah Optimum Katalis AgI/TiO₂

Tabel .4.3.2 Variasi Jumlah katalis AgI/TiO₂

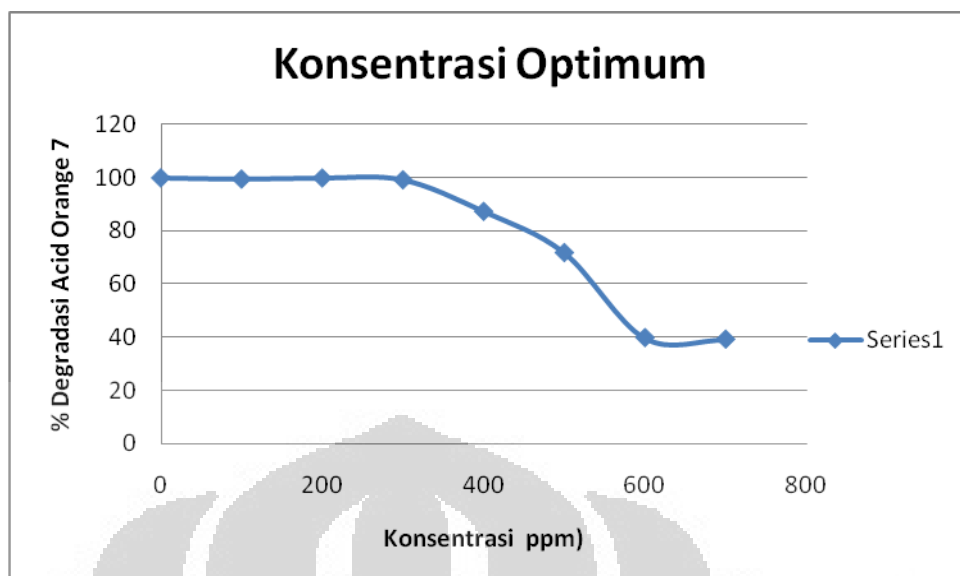
Jumlah katalis	0,01 Gram	0,02 Gram	0,03 Gram	0,034 Gram	0,04 Gram	0,05 Gram
Absorbansi	0,512	0,461	0,036	0,009	0,025	0,038
% Sisa AO7 tidak terdegradasi	25,6	23,05	1,8	0,45	1,25	1,9
pH awal	6,55	6,55	6,55	6,55	6,55	6,55
pH akhir	4,6	4,5	4,48	4,42	4,24	3,95

Dari grafik persen penurunan absorbansi terlihat bahwa penurunan terbesar terjadi pada jumlah katalis 0,034 gram . Nilai persen penurunan pada 0,03 gram memberikan perbedaan yang berarti dibandingkan dengan jumlah 0,034 gram. Maka penulis mengambil nilai jumlah optimum katalis pada jumlah 0,034 gram. Pertimbangan ini didasarkan karena semakin besar jumlah katalis maka nilai persen penurunan degradasinya pun akan semakin besar.

Dari kedua percobaan diatas di atas, didapatkan kondisi optimum degradasi larutan *Acid Orange 7* yaitu pada, waktu radiasi 120 menit, jumlah katalis 0,034 gram, besar persentase penurunan warna pada kondisi optimum ini adalah sebesar 99,55 %

4.3.3 Penentuan Konsentrasi Optimum

Selanjutnya, penentuan konsentrasi optimum dilakukan dengan mengkondisikan larutan zat warna sesuai dengan jumlah optimum, kemudian diiradiasikan selama waktu radiasi optimum. Hasil yang diperoleh sebagai berikut :



Gambar 4.3.3 Konsentrasi Optimum Acid Orange 7

Tabel.4.3.3 Variasi Konsentrasi Acid Orange 7

Konsentrasi	100 ppm	200 ppm	300 ppm	400 ppm	500 ppm	600 ppm	700 ppm
Absorbansi	0,009	0,001	0,015	0,253	0,564	1,206	1,218
% Degradasi	99,55	99,95	99,25	87,35	71,8	39,7	39,1
pH awal	7,02	6,98	6,95	6,76	6,55	5,82	5,62
pH akhir	6,84	6,43	5,97	5,39	5,10	5	4,18

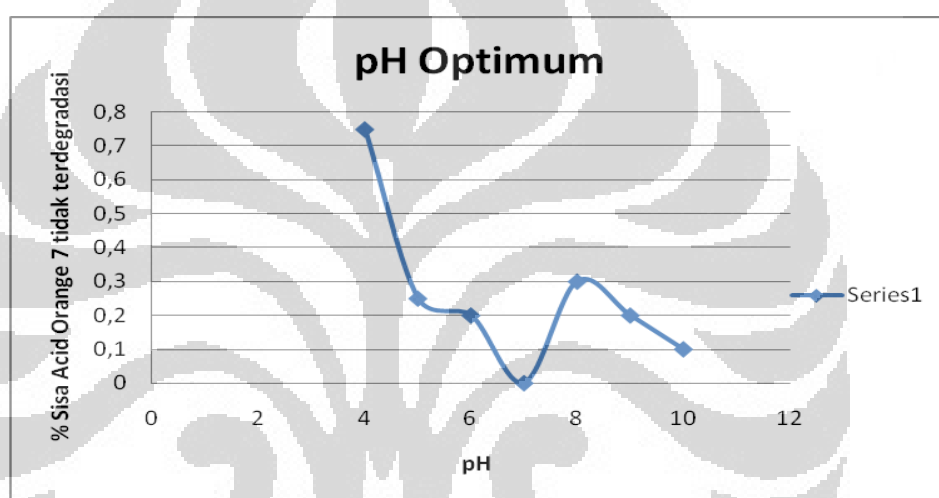
Dari grafik persen penurunan absorbansi terlihat bahwa penurunan terbesar terjadi pada konsentrasi 200 ppm. Namun nilai persen penurunan pada konsentrasi 300 ppm memberikan perbedaan yang berarti dibandingkan dengan konsentrasi 400 ppm. Maka penulis mengambil nilai konsentrasi optimum pada konsentrasi 300 ppm. Pertimbangan ini didasarkan karena semakin encer konsentrasi maka nilai persen penurunan degradasinya pun akan semakin besar dikarenakan terdapat perbedaan yang cukup signifikan antara konsentrasi 300 ppm dengan 400 ppm.

Dari ke tiga percobaan di atas, didapatkan kondisi optimum degradasi larutan *Acid Orange 7* yaitu pada, waktu radiasi 120 menit, jumlah katalis 0,034 gram, konsentrasi optimum sebesar 300 ppm besar

persentase penurunan warna pada kondisi optimum ini adalah sebesar 99,25 %

4.3.4. Penentuan pH Optimum

Setelah didapatkan waktu optimum, jumlah katalis dan konsentrasi yang sesuai untuk zat warna *Acid Orange 7*, maka ketiga kondisi ini digunakan untuk menentukan pH optimum bagi senyawa ini. Berikut adalah hasilnya :



Gambar 4.3.4 pH optimum Acid Orange 7

Tabel.4.3.4 Variasi pH

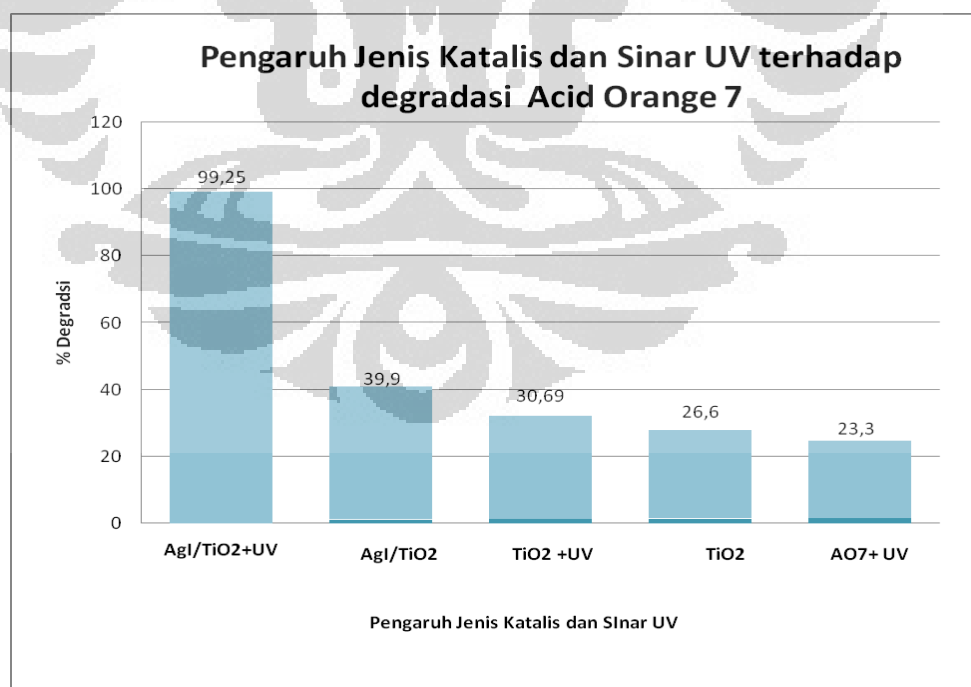
pH	4	5	6	7	8	9	10
Abs	0,015	0,005	-0,004	0	0,006	-0,004	0,002
% Sisa AO7	0,75	0,25	0,2	0	0,3	0,2	0,1

Dari grafik persen penurunan absorbansi terlihat bahwa persen penurunan terbesar terjadi pada pH 6. Namun, pada pH 9 nilai persen penurunan absorbansi tidak berbeda secara nyata dengan pH 6. Penulis mengambil nilai pH optimum pada pH 7, hal ini disebabkan perbedaan persen degradasi yang cukup signifikan antara pH 5 dan pH 6.

Dari keempat percobaan di atas, di dapatlah kondisi optimum degradasi larutan yaitu pada, waktu radiasi 120menit, jumlah katalis 0,034 gram, konsentrasi optimum sebesar 300 ppm. Besar persentase penurunan warna pada kondisi optimum ini adalah sebesar 100 %.

4.4. Pengaruh Jenis Katalis dan Cahaya Terhadap Degradasi Zat Warna *Acid Orange 7*

Titanium dioksida sudah banyak digunakan ebagai fotokatalis dalam proses degradasi zat warna, untuk meningkatkan kinerja dari fotokatalis ini maka penulis mendoping fotokatalis ini dengan senyawa lain yang mempunyai sifat fotosensitif, yaitu perak iodida. Untuk mengetahui kontribusi dari peranan perak iodida di dalam fotokatalis, perlu dilakukan studi awal dengan membandingkan jenis katalis dan cahaya. Hasil yang diperoleh menunjukkan nilai yang cukup signifikan antara penggunaan katalis TiO_2 , AgI/TiO_2 dan penggunaan sinar UV untuk proses degradasi zat warna *Acid Orange 7*. Perbedaan persen degradasi dapat dilihat pada gambar 4.3. di bawah ini



Gambar 4.4 Pengaruh Jenis Perlakuan Terhadap % Degradasi *Acid Orange 7*

Tabel 4.4. Pengaruh Perlakuan terhadap degradasi *Acid Orange 7*

Variasi Perlakuan	AgI/TiO ₂ + UV	AgI/TiO ₂	TiO ₂ +UV	TiO ₂	Orange 7
Absorbansi	0,015	1,202	1,386	1,468	1,534
% Degradasi	99,25	39,9	30,69	26,6	23,3
pH awal	6,32	6,32	6,32	6,32	6,32
pH akhir	5,97	6,25	5,94	6,18	6,32

Penggunaan sinar UV tanpa menggunakan katalis dapat mendegradasi zat warna meskipun persentasenya sangat kecil. Hal ini disebabkan ikatan-ikatan rangkap pada senyawa zat warna tereduksi dengan bantuan $h\nu$, namun senyawa zat warna tidak dapat tereduksi dengan baik terlihat dari nilai absorbansi yang cukup besar sehingga nilai persen degradasi yang di dapat sangat kecil. Percobaan dengan menggunakan katalis TiO₂ dan TiO₂/AgI tanpa sinar UV menunjukkan nilai yang cukup besar dibandingkan dengan menggunakan sinar UV saja.

Nilai persen degradasi yang terbesar dapat kita lihat dengan penggunaan fotokatalis AgI/TiO₂-UV, yaitu 99,25 % sedangkan untuk penggunaan fotokatalis TiO₂-UV hanya sebesar 30,69 %. Perbedaan nilai ini disebabkan karena pada fotokatalis TiO₂ terjadi rekombinasi dalam maupun luar yang disebabkan bergabungnya elektron dan *hole* pada permukaan katalis sehingga *hole* tidak dapat bereaksi dengan molekul air membentuk radikal OH untuk mendegradasi zat warna. Sedangkan pada fotokatalis AgI/TiO₂, kesempatan *hole* dan elektron untuk berekombinasi diminimalisir dengan kehadiran ion Ag⁺ yang akan menangkap elektron bebas yang terdapat pada permukaan fotokatalis.

4.5. Pengukuran COD

Pada percobaan ini yang diamati pengaruh Degradasi Fotokatalitik zat warna *Acid Orange 7* terhadap nilai COD. Data yang diperoleh dapat di lihat pada tabel 4.5

Tabel.4.5. Pengukuran penurunan COD

N0	Nama Sampel	Nilai COD
1	Zat warna asli AO7 500 ppm	75mg/L
1	Zat warna asli AO7 300 ppm	61 mg/L
2	Zat warna AO7, + TiO ₂	34mg/L
3	Zat warna AO7 + TiO ₂ +UV	25 mg/L
4	Zat Warna AO7+ AgI/TiO ₂	33 mg/L
5	Zat Warna AO7+AgI/TiO ₂ + UV	21,7 mg/L
6	Zat Warna AO7+UV 300ppm	48 mg/L

Dari data tersebut dapat diketahui bahwa radiasi fotokatalitik AgI/TiO₂ dengan UV mempengaruhi penurunan intensitas zat warna *Acid Orange 7*. Hal ini terjadi karena adanya reaksi intermolekul dalam sistem ikatan rangkap konjugasi(proses penghilangan zat warna) Maupun dalam struktur dengan hasil akhir berupa molekul-molekul kecil yang tidak berbahaya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pengamatan dan analisa dari hasil karakterisasi dan proses degradasi zat warna *Acid Orange 7* dapat disimpulkan bahwa :

1. Kristalin AgI/TiO₂ terbentuk, hal ini dapat dilihat dari data EDX yang tidak berbeda secara signifikan dengan referensi.
2. katalis AgI/TiO₂ layak digunakan sebagai fotokatalis alternatif, karena nilai persen degradasi yang didapatkan jauh lebih besar dibandingkan dengan fotokatalis TiO₂. Hal ini berlaku untuk zat warna *Acid Orange 7* yang digunakan, hasil yang diperoleh sebesar:
 - Kondisi optimum Waktu Irradiasi selama 120 menit dengan nilai degradasi sebesar 74,65 %
 - Kondisi optimum jumlah katalis 0,034 gram dengan nilai degradasi sebesar 99,55 %
 - Kondisi optimum konsentrasi 300 ppm dengan nilai degradasi sebesar 99,25 %
 - Kondisi optimum pH dengan nilai degradasi sebesar 100 %

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan pengujian dengan menggunakan variasi konsentrasi katalis agar penggunaan katalis tidak terlalu banyak digunakan.
2. Perlu dilakukan pengujian dengan instrumentasi GC-MS dan IR untuk mengetahui senyawa-senyawa intermediet dan produk akhir dari proses degradasi zat warna.

DAFTAR PUSTAKA

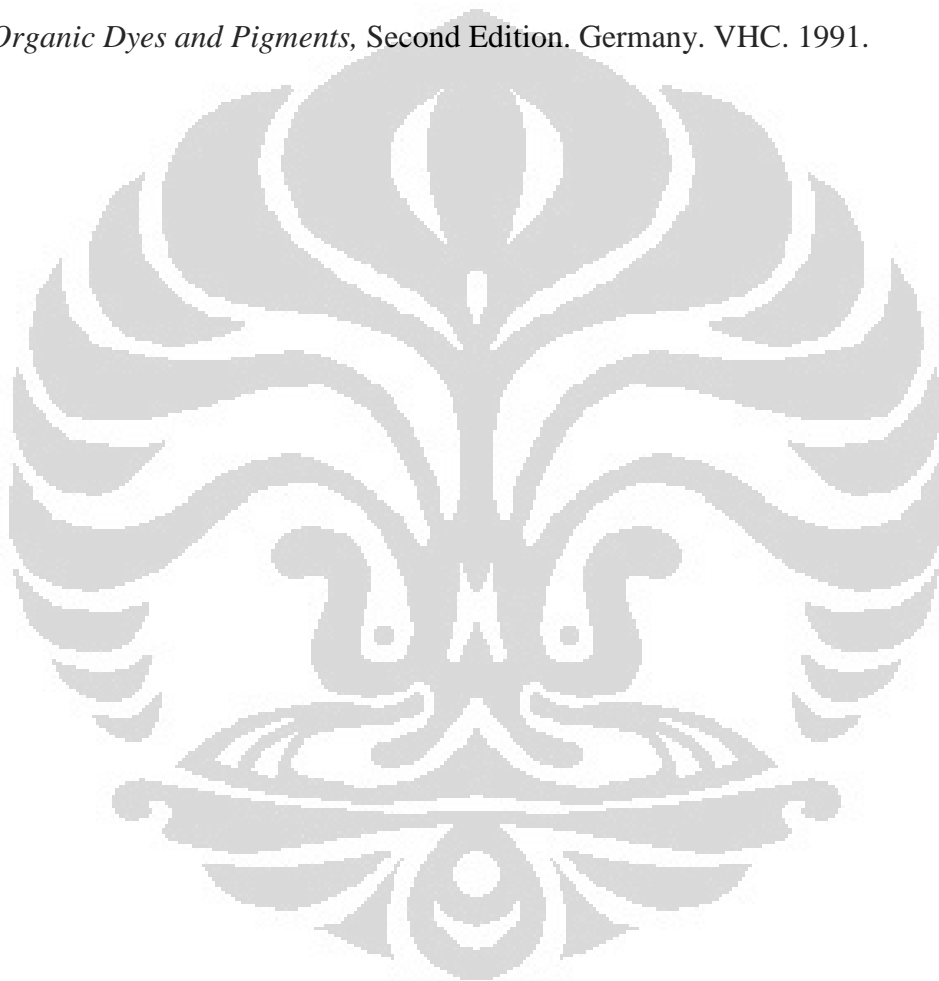
- Anggi Titis Anganten, Degradasi Campuran Zat Warna Direct Yellow dan Direct Violet Dengan metode fotokatalitik Uv Dan Katlis TiO₂/AgI Skripsi Sarjana Kimi FMIPA UI 2007.
- Banwell, C. N. *Fundamental of Molecular Spectroscopy 2nd ed.* University of Sussex, Falmer, Sussex. Jakarta : Perfix.
- Dwi Andi Wibowo, Studi degradasi Zat Warna azo Acid Orange 7 (AO7) melalui Metode Fotokatalitik/Sinar UV-Vis dengan Suspensi TiO.
- Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis.* Chemical Review. American Chemical Society. 1995.
- Fessenden, Ralph J. *Organic Chemistry*, Wadsworth Inc., California, USA. 1976.
- Stylide, Maria, et. Al., *Pathway of Solar Light Induces Photocatalytic Degradation in Aqueous TiO₂ Suspension.* Applied Catalysis B : Environmental. Vol. 40, pages 271-286. Elsevier, 2003.
- Herrmann, J.M., *Heterogenous Photocatalysis : Fundamentals, and Applications to The Removal of Various Types of Aqueos Pollutants., Cat. Today, 53, 115-129, 1999.*
- Hu, Chun, Xuexiang Hu, Liusho Wang, Jiuhui Qu, aiming Wang., *Visible –Light-Induced Photolytic Degradation of Azodyes in Aqueous AgI/TiO₂*, Journal of Research Center for Eco-Environmental science, Chinese Academy Of Science , Beijing, 100085, china, Vol 40,7903-7907, 2006.
- Kiriakidou, Fahmi. *The Effect of Operational Parameters and TiO₂-Doping on The Photocatalytic Degradation of Azodyes.* Catalysis Today, Vol. 54, pages 119-130. Elsevier, 1999.
- Lestyarini, Ari. Pengurangan Kadar Warna dengan Metode Oksidasi Fotokimia UV/H₂O₂. Skripsi Sarjana Kimia FMIPA UI. 2001.
- F. Hosseinzadeh, N. Danesshvar, S Aber, Study of C.I Acid Orange 7 Removal In Contaminator Water By Photo Oxidation process, Global Nest Journal Vol 10 no.1 pp 16:23, Yunani, 2008.

Stylide, Maria, et. Al., *Pathway of Solar Light Induces Photocatalytic Degradation in Aqueous TiO₂ Suspension*. Applied Catalysis B : Environmental. Vol. 40, pages 271-286. Elsevier, 2003.

Sopyan, I., Memurnikan Air Dengan Teknik Fotokatalisis, Alami, Vol. 3, No. 2, PP 45-52., 1998.

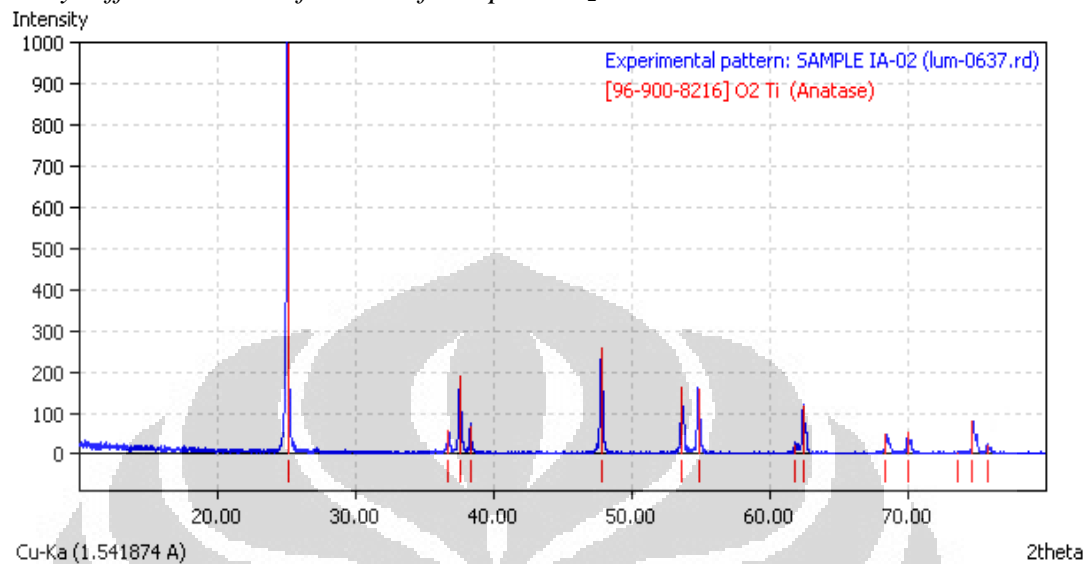
Sopyan, I., Fotokatalitik Semikonduktor-Dasar Teori dan Penerapan, Majalah BPPT, No. LXXXVII, 1998.

Zollinger, Henrich. *Color Chemistry : Synthetic, Properties and Application of Organic Dyes and Pigments*, Second Edition. Germany. VHC. 1991.

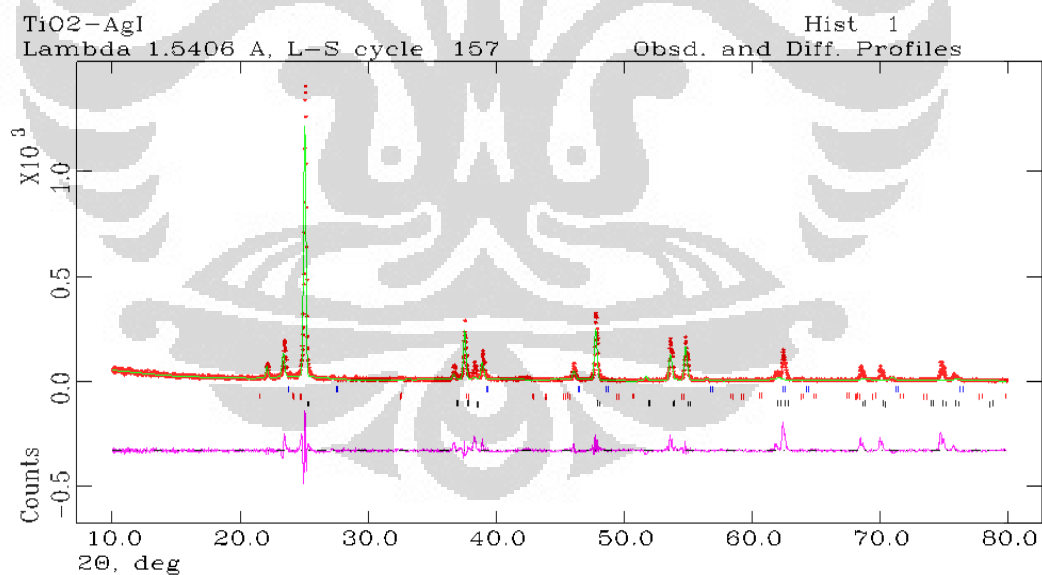


Lampiran 1. Difraktogram Katalis TiO_2 dan AgI/TiO_2

Identifikasi difraksi sinar-x sampel TiO_2
x-ray diffraction identification of sample TiO_2



Refinement profil difraksi sinar-x sampel AgI-TiO_2
Refinement of x-ray diffraction profile sample AgI-TiO_2



Lampiran 2. Data Analisis katalis AgI/TiO₂

Fraksi massa :

Mass fraction :

AgI-TiO₂

No. No.	Nama Senyawa <i>Name of Coumpound</i>	Fasa <i>Phase</i>	Acuan <i>Ref.</i>	Fraksi Massa <i>Mass Fraction</i> (% wt)
1.	Anatase	TiO ₂	AMCSD 96-900-8216	98.74
2.	Perak Iodida	AgI	AMCSD 96-900-8830	1.26

Fasa TiO₂ (Ref. Horn M.)

Grup ruang (space group) : I 41/a m d (141) dan Sistem kristal : Tetragonal
 Parameter kisi :
 $a = 3.7873(3) \text{ \AA}$, $b = 3.7873(3) \text{ \AA}$ dan $c = 9.520(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
 $V = 136.55(3) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 3.842 \text{ gram.cm}^{-3}$

Fasa Fe₂O₃ (Ref. Wyckoff)

Grup ruang (space group) : F -4 3 m (216) dan Sistem kristal : Cubic
 Parameter kisi :
 $a = 6.4783(7) \text{ \AA}$, $b = 6.4783(7) \text{ \AA}$ dan $c = 6.4783(7) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
 $V = 271.88(9) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 5.750 \text{ gram.cm}^{-3}$

Lampiran 3 Spektrum awal Absorbansi Acid Orange 7