



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI DEGRADASI ZAT WARNA TEKSTIL CONGO RED DENGAN
METODE FOTOKATALITIK MENGGUNAKAN SUSPENSI TiO_2**

SKRIPSI

YAHDIANA

0706197111

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

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini merupakan hasil karya sendiri,
Dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar

Nama : Yahdiana

NPM : 0706197111

Tanda Tangan : 

Tanggal : 20-Juni-2011



HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Yahdiana
 NPM : 0706197111
 Program Studi : Kimia
 Judul Skripsi : Studi Degradasi Zat Warna Tekstil Congo Red Dengan
 Metode Fotokatalitik Menggunakan Suspensi TiO_2

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 : Drs. Riswiyanto, M.Si

(.....)

Pembimbing : Dr. Ridla Bakri, M.Pill

(.....)

Penguji : Dr. A. Herry Cahyana

(.....)

Penguji : Dra. Tresye Utari M.Si

(.....)

Penguji : Dr. Ismunar yo M. Phik

(.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 20 Juni 2011

KATA PENGANTAR

Segala puji milik ALLAH SWT, TUHAN seru sekalian alam, yang telah melimpahkan berbagai nikmat yang tak terhingga banyaknya, Shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada junjungan Nabi Muhammad SAW, sahabat, keluarga dan orang-orang mukmin yang mengikutinya.

Skripsi dengan judul Studi degradasi zat warna tekstil congo red dengan metode fotokatalitik dengan menggunakan suspensi TiO_2 ini disusun untuk memenuhi sebagian persyaratan akademis dalam meraih gelar sarjana sains di Program Studi Departemen kimia, FMIPA UI. Dalam penyusunan skripsi ini, penulis banyak mendapatkan banyak bantuan dan bimbingan berbagai pihak. Selanjutnya penulis juga mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Bapak Drs. Riswiyanto, M. Si. Ketua Departemen Kimia Ekstensi FMIPA UI, selaku pembimbing penelitian, yang telah meluangkan waktu dan pikiran dalam membimbing penulis untuk mendapatkan karya yang baik.
2. Bapak Dr. Ridla Bakri, M. Phill selaku pembimbing akademis, yang telah membimbing penulis selama dalam masa perkuliahan.
3. Ayah, ibu, suami, adikku dan anak-anak tersayang, atas dukungan moril dan materil. Penulis bangga pada kalian.
4. Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian Departemen Kimia FMIPA UI program S₁ Ekstensi yang pernah membimbing penulis, dengan sabar mendidik dan selalu memberi kesempatan penulis untuk menyelesaikan sarjananya.
5. Seluruh staf pengajar Departemen Kimia FMIPA UI.
6. Seluruh petugas laboran, Pak Hedi, Mbak Ina, Mbak Cucu, Mbak Atik dan seluruh seluruh pegawai jurusan kimia yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir, khususnya Pak Marji, Pak Trisno, Pak Min, Pak Hadi, Pak Kiri, Pak Nursoleh, yang selalu direpotkan oleh penulis.
7. Rekan-rekan seperjuangan : Ekstensi Khususnya Neny, Sandra, Dina, Ani dan Bu Indri. Serta rekan-rekan peneliti dari kimia reguler, seperti:

zetri, Serli serta Rekan-rekan kimia ekstensi 2008 khususnya : Sofi, Attin, Wiwit, Novi, Dante, Omi, Bu Nurlita, Bu Yeti, Temi dan Asri.

8. Kepala sekolah Hj. Yusmita Yusuf, Spd, Ratmawita, Spd dan semua rekan guru dan karyawan YPR I yang membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir, yang telah memberi kesempatan penulis untuk menyelesaikan sarjananya.
9. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang secara langsung, maupun tidak langsung membantu penulisan skripsi ini. Penulis menyadari ketidak sempurnaan penulis dan segala kelemahan skripsi ini. Maka penulis berharap agar skripsi ini dapat memberikan manfaat baik bagi penulis atau pun pembacanya.

Depok, 20-juni-2011

Yahdiana

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

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

Nama : Yahdiana
NPM : 0706197111
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

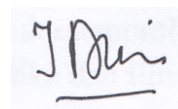
Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Nonoksklusif (Non-exclusive Royalty-Free Right)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Studi Degradasi Zat Warna Tekstil Congo red dengan metode Fotokatalitik
Menggunakan Suspensi TiO₂**

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

Demikian pernyataan ini saya bisa buat dengan sebenarnya

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 20 Juni 2011
Yang menyatakan



(Yahdiana)

ABSTRAK

STUDI DEGRADASI ZAT WARNA CONGO RED DENGAN METODE FOTOKATALITIK MENGGUNAKAN SUSPENSI TiO₂

Yahdiana, NPM : 0706197111

Congo Red sebagai salah satu bahan kimia organik sintetik yang banyak digunakan untuk industri tekstil mencemari lingkungan air dan tanah. Zat warna tekstil ada beberapa macam, pada penelitian ini menggunakan zat warna congo red. Percobaan ini bertujuan untuk mengurangi limbah zat warna congo red dengan metode fotokatalitik menggunakan katalis suspensi TiO₂. Proses fotokatalisis yang melibatkan partikel-partikel semikonduktor TiO₂ di bawah iluminasi sinar UV-Vis akan menghasilkan radikal hidroksil yang dapat mendegradasi zat warna congo red. Hasil yang didapat menunjukkan konsentrasi TiO₂ optimum untuk mendegradasi zat warna congo red adalah 4,5 mg dan waktu optimum yang didapat 150 menit. Penggunaan jumlah TiO₂ Optimum (4,5 mg) dengan lama waktu radiasi yang optimum (150 menit), pada berbagai konsentrasi TiO₂ optimum dan waktu optimum adalah sebesar 48,90 %. Sedangkan CODnya sebesar 84,1 %. Penggunaan penjumlahan TiO₂ optimum (4,5 mg) dengan lama waktu radiasi yang optimum (150 menit), pada berbagai variasi konsentrasi masih cukup efektif pada konsentrasi congo red 50 ppm absorbansi berkurang sebesar 62,5 % COD berkurang sebesar 10,71 %.

Kata kunci: degradasi, fotokatalitik, TiO₂, congo red

ABSTRACT

Photocatalytic Degradation Studies of Congo Red Textile Dye with TiO₂ Suspension

Yahdiana, NPM : 0706197111

Congo Red as one of the synthetic organic chemicals that widely used for textile industries has been contributed on water and soil pollution. In this experiment, congo red dye is used as substrate. The purpose of this experiment is to reduce congo red dye by photocatalytic process, using TiO₂ as catalyst. Photocatalysis process involving TiO₂ semiconductor particles under illumination of UV-Vis will produce hydroxyl radicals that can degrade the dye congo red. The results showed the optimum concentration of TiO₂ to degrade the dye congo red was 4.5 mg and obtained the optimum time 150 minutes. Optimum use of the TiO₂ (4.5 mg) with the optimum duration of radiation (150 minutes), at various concentrations. TiO₂ optimum and optimum time amounted to 48.90 %. While COD of 84.1 %, optimum use of the sum of TiO₂ (4.5 mg) with the optimum duration of radiation (150 minutes), at various concentrations are still quite effective at 50 ppm concentration of congo red absorbance was reduced by 62.5% COD was reduced by 10.71 %.

Key words : degradation, photocatalytic, TiO₂, congo red

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|---|---------|
| HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS | ii |
| HALAMAN PENGESAHAN | iii |
| KATA PENGANTAR | iv |
| HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI | vi |
| ABSTRAK | vii |
| ABSTRACT | viii |
| DAFTAR ISI | x |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR TABEL | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |
| BAB 1 | |
| PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 | L |
| atar belakang | 2 |
| 1.2 | P |
| erumusan Masalah | 3 |
| 1.3 | H |
| ipotesa | 3 |
| 1.4 | T |
| ujian Penelitian | 3 |
| 1.5 | B |
| atasan Masalah | 3 |
| BAB 2 | |
| TINJAUAN PUSTAKA | 4 |
| 2.1 Warna | 4 |
| 2.2 Zat Warna | 5 |

| | |
|--|----|
| 2.3 Karakteristik Limbah Industri Tekstil | 8 |
| 2.4 Congo red | 9 |
| 2.5 Fotokatalitik | 10 |
| 2.5.1 Semikonduktor | 11 |
| 2.5.2 Semikonduktor Oksida Logam | 12 |
| 2.5.3 Titanium Dioksida | 13 |
| 2.5.4 Mekanisme Fotokatalitik Semikonduktor TiO ₂ | 16 |
| 2.6 Spektroskopi UV dan Visible | 18 |
| 2.7 C O D | 20 |

BAB 3

| | |
|--|----|
| METODE PENELITIAN | 22 |
| 3.1 Variabel Penelitian | 22 |
| 3.2 Alat dan Bahan | 22 |
| 3.2.1 Alat Percobaan | 22 |
| 3.2.2 Bahan Percobaan | 22 |
| 3.3 Prosedur Penelitian | 23 |
| 3.3.2 Penentuan Kontrol | 23 |
| 3.3.3 Penentuan TiO ₂ Optimum | 23 |
| 3.3.4 Penentuan Waktu Optimum | 23 |
| 3.3.5 Radiasi TiO ₂ Optimum dan Waktu Optimum Pada Variasi Konsentrasi Sampel | 24 |
| 3.3.6 Penentuan C O D | 24 |
| 3.3.7 Pembuatan Pereaksi Pada Penetapan COD | 25 |
| 3.3.8 Ferro Ammonium Sulfat | 25 |

BAB 4

| | |
|---|----|
| HASIL DAN PEMBAHASAN | 26 |
| 4.1 Penentuan Jumlah Katalis TiO ₂ Optimum | 27 |
| 4.2 Penentuan Waktu Optimum | 29 |
| 4.3 Variasi Konsentrasi Congo red | 32 |
| 4.4 XRD katalis TiO ₂ | 35 |

| | |
|-----------------------------|-----------|
| BAB 5 | |
| KESIMPULAN DAN SARAN | 37 |
| 5.1 Kesimpulan | 37 |
| 5.2 Saran | 37 |
| DAFTAR PUSTAKA | 38 |
| LAMPIRAN | 41 |



DAFTAR GAMBAR

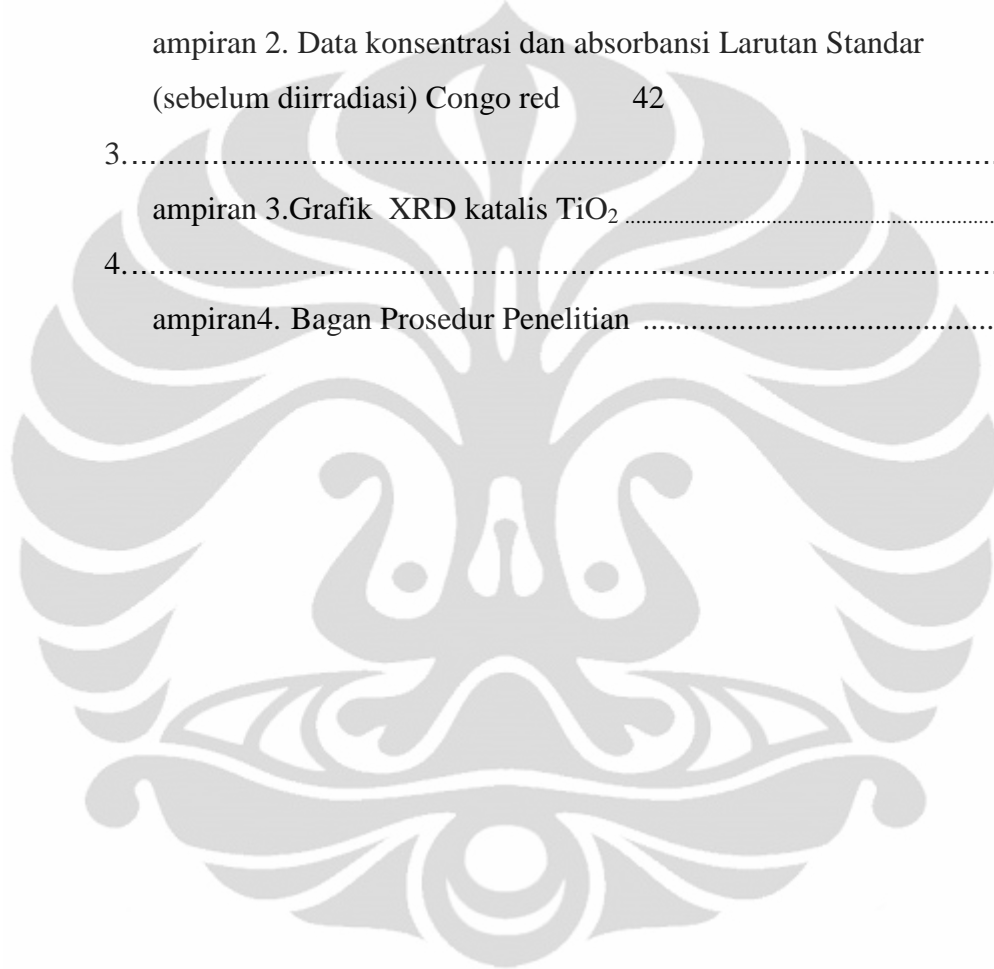
| | | |
|------------|---|----|
| Gambar 2.1 | Sruktur Molekul Senyawa Congo red | 10 |
| Gambar 2.2 | Harga Energi Celah Berbagai Katalis | 13 |
| Gambar 2.3 | Tiga Bentuk Kristal TiO ₂ 15 | |
| Gambar 2.4 | Tahapan Mekanisme Fotokatalitik | 16 |
| Gambar 2.5 | Daerah Spektrum U V dan Visible (tampak) | 19 |
| Gambar 4.1 | Grafik Perubahan Intesitas Larutan Congred | 28 |
| Gambar 4.2 | Grafik Persentase Perubahan Larutan Congo red | 28 |
| Gambar 4.3 | Grafik Waktu Optimum 30 | |
| Gambar 4.4 | Grafik Persentase Intesitas Warna Congo red Permenit | 30 |
| Gambar 4.5 | Grafik Perubahan nilai COD Permenit | 31 |
| Gambar 4.6 | Grafik Persentase Perubahan nilai COD Permenit | 31 |
| Gambar 4.7 | Grafik Perubahan Intensitas Warna Pada Variasi Konsentrasi Congored 33 | |
| Gambar 4.8 | Grafik Persentase Perubahan Intensitas Warna Pada Variasi Konsentrasi Congo red 33 | |
| Gambar 4.9 | Grafik Perubahan nilai COD Pada Variasi Konsentrasi Congo red .. | 34 |
| Gambar 5.0 | Grafik Persentase Perubahan nilai COD Pada Variasi Konsentrasi Congo red 35 | |

DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 2.1 Warna Dalam Spektrum Sinar Tampak | 5 |
| Tabel 2.2 Jenis-jenis Gugus Kromofor | 6 |
| Tabel 2.3 Perbandingan Sifat Fisik Anatase dan Rutile..... | 14 |
| Tabel 4.1 Serapan Warna Hasil Radiasi UV- 36 watt Selama 4 jam Pada Variasi konsentrasi TiO ₂ | 27 |
| Tabel 4.2 Hasil Radiasi TiO ₂ optimum Dengan Variasi Waktu pada Lampu UV-36 watt | 29 |
| Tabel 4.3 Hasil Radiasi TiO ₂ Optimum dan Waktu Optimum Pada Variasi Konsentrasi Congo red | 32 |
| Tabel 4.4 Nilai d(A ⁰) dari Hasil Pengukuran dan Kartu Interpretasi data TiO ₂ | 35 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|---|----|
| 1..... | L |
| ampiran 1. Kotak Reaktor Fotokatalitik..... | 41 |
| 2..... | L |
| ampiran 2. Data konsentrasi dan absorbansi Larutan Standar (sebelum diirradiasi) Congo red | 42 |
| 3..... | L |
| ampiran 3. Grafik XRD katalis TiO ₂ | 43 |
| 4..... | L |
| ampiran 4. Bagan Prosedur Penelitian | 44 |



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri dewasa ini merupakan tuntutan yang menjadi parameter kemajuan suatu bangsa. Seiring dengan tuntutan manusia akan kebutuhan sandang yang terus meningkat menyebabkan industri tekstil berkembang dengan pesat. Namun di sisilain perkembangan pesat dari industri tersebut juga di iringi oleh pencemaran yang semakin meningkat.

Salah satu penyebab pencemaran industri tekstil berasal dari zat warna yang digunakan. Karena manusia menginginkan penampilan yang terbaik dalam keseharian nyadi antaranya adalah warna busana yang di kenakannya. Industri tekstil pun berkembang dengan pesatnya, tetapi dampak yang di timbulkan pun cukup serius yaitu limbah zat warna dari proses pencelupan tekstil. Pada saat ini di perkirakan 15% zat warna dari total produksi di buang sebagai limbah.

Selain merupakan sumber kehidupan bagi manusia, air juga sangat dibutuhkan dalam dunia industri, terutama industri tekstil. Pada industri tekstil air digunakan khususnya pada proses pencelupan, dimana zat warna akan terdispersi kedalamnya.

Pada proses pencelupan diperlukan sekitar 100 liter air untuk setiap rata rata 1 ton pakaian dan air yang digunakan pada akhirnya akan dibuang dan menjadi limbah cair bagi lingkungan air. Pembuangan limbah cair yang mengandung zat warna (senyawa organik) tidak hanya merusak estetika badan air tetapi sekaligus akan merusak biota air dalam badan air. Hal ini disebabkan adanya warna akan menghalangi tembusnya sinar matahari pada badan air sehingga berpengaruh pada intensitas cahaya matahari yang masuk ke dalam air dan pada akhirnya akan berpengaruh pada proses fotosintesis yang mempunyai kontribusi besar pada kehidupan biota dalam air. Untuk itu mutlak diperlukan suatu penanganan limbah yang tepat.

Zat warna yang digunakan dalam industri ada beberapa macam. Pada penelitian ini digunakan zat warna *congo red*. Pada saat ini studi tentang zat warna *congo*

reddan senyawa intermedietnya sangat sedikit walaupun dari struktur kimianya berpotensi menjadi limbah yang berbahaya.

Proses pengolahan limbah industri tekstil yang ada telah banyak dilakukan baik secara biologi, fisika, maupun kimia serta meliputi koagulasi, flokulasi, maupun adsorpsi dengan karbon aktif, namun proses tersebut dirasakan masih kurang efektif.

Pengolahan limbah dengan menggunakan proses iradiasi dengan sinar gamma telah diteliti pada tahun 1998. Metode ini menunjukkan hasil yang lebih baik tetapi membutuhkan sarana, peralatan dan biaya yang sangat mahal.

Proses ini berdasarkan terjadinya dekomposisi oleh radikal hidroksil yang terbentuk jika air mengalami iradiasi. Dekomposisi yang terjadi adalah terbentuknya asam-asam organik dari degradasi molekul zat warna tersebut. Berdasarkan pertimbangan di atas maka diperlukan metode alternatif dalam menghilangkan polutan organik yang tidak diinginkan termasuk limbah dari proses tekstil.

Penelitian yang intensif dalam bidang fotoelektrokimia, penemuan ini mendorong di kembangkan lebih lanjut pada degradasi senyawa – senyawa organik, seperti 4-klorofenol (Stafford et al. 1997), alkohol dan organoklorida (Chen et al. 1999) dan fenol (Suleiman, 2001).

Katalis yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan TiO_2 dimana jumlahnya banyak, relatif murah, tidak toksik, dan mempunyai stabilitas yang tinggi. TiO_2 merupakan semikonduktor yang dapat diaktifkan untuk mengkatalis berbagai reaksi kimia dengan dibantu energi dari sinar UV.

Dengan bantuan sinar UV dapat menghasilkan radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) yang sangat reaktif terhadap zat organik. Radikal inilah yang digunakan untuk mendegradasi sempurna polutan organik gas CO_2 dan H_2O . Proses degradasi dilakukan dengan cara memutuskan ikatan-ikatan antar atom dalam molekul zat warna sehingga menjadi molekul-molekul yang lebih kecil, tidak berwarna dan aman.

1.2. Perumusan Masalah

Mahalnya biaya pengolahan limbah menggunakan proses irradiasi sinar gamma membuat para peneliti mencari metode alternatif untuk pengolahan limbah, termasuk limbah tekstil. Metode fotokatalitik menjadi salah satu metode pilihan, dimana menggunakan TiO_2 sebagai katalis yang relative murah, tidak toksik dan mempunyai stabilitas tinggi. Dalam penelitian ini dilakukan degradasi fotokatalitik zat warna congo red sebagai limbah tekstil dengan melakukan beberapa variasi.

1.3. Tujuan Penelitian

- b. Mempelajari pengaruh variasi kondisi proses degradasi zat warna dengan katalis TiO_2 secara suspensi.
- c. Mempelajari kinetika reaksi fotodegradasi.
- d. Mempelajari proses degradasi zat warna *congo red* dengan suspensi TiO_2 .

1.4. Hipotesa

- a. Jumlah TiO_2 waktu irradiasi, variasi pH dan konsentrasi larutan zat warna *congo red* akan mempengaruhi efisiensi proses degradasi.
- b. Penempatan (deposisi) senyawa zat warna *congo red* pada lapisan TiO_2 akan meningkatkan efektifitas dan efisiensi kinerja fotokatalitik.

1.5. Batasan Masalah

Pada penelitian ini, penulis membatasi permasalahan ke dalam ruang lingkup :

1. Bahan baku yang digunakan adalah zat warna *congo red* untuk pewarna bahan pakaian (tekstil).
2. Penelitian difokuskan untuk mengetahui pengaruh irradiasi lampu UV -36 watt terhadap zat warna *congo red*.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Warna

Dahulu kala zat-zat warna bersumber dari zat warna alami yang di ekstrak daritumbuhan dan produk hewani. Zat warna alam digunakan hingga pertengahan abad ke-19. Karena variasi warna dari zat alam makin sedikit, maka dibuat berbagai zat warna sintetis yang hingga saat ini sering digunakan. Suatu senyawa dapat dikatakan sebagai zat warna bila senyawa tidak luntur atau dapat terikat kuat pada suatu materi yang berwarna, misalnya kain.

Proses timbulnya warna adalah akibat adanya adsorpsi radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu pada spektrum sinar tampak oleh suatu zat. Warna disebabkan oleh kemampuan mata manusia untuk dapat mendeteksi sebagian dari radiasi elektromagnetik yang pada panjang gelombang 400 – 700 nm, karenanya rentang panjang ini disebut daerah panjang gelombang sinar tampak.

Sedangkan gelombang elektromagnetik di luar panjang gelombang sinar tampak kecil, seperti: ultraviolet dan infra merah tidak dapat merespon oleh mata. Warna yang terpancar dan terlihat oleh mata bukan warna yang diserap tetapi warna komplemen yang dipantulkan. Warna komplemen atau warna substraksi merupakan hasil pengurangan beberapa panjang gelombang dari dalam spektrum sinar tampak keseluruhan. Energi yang dibutuhkan untuk proses eksitasi ini akan menghasilkan spektrum pada daerah UV dan daerah sinar tampak. Spektrum sinar tampak dengan panjang gelombang, warna yang diserap dan warna komplemennya dapat dilihat dalam tabel dibawah ini.

Tabel 2.1 Data warna pada spektrum sinar tampak.

| Panjang Gelombang (nm) | Warna | Warna Komplemen |
|------------------------|--------|-----------------|
| 350 - 424 | Ungu | Hijau – Kuning |
| 424 - 491 | Biru | Kuning |
| 491 - 570 | Hijau | Merah |
| 570 - 585 | Kuning | Biru |
| 585 - 647 | Jingga | Hijau – Biru |
| 647 - 700 | Merah | Hijau |

2.2 Zat Warna

Zat warna pada umumnya adalah senyawa organik berwarna yang dapat memberikan warna kepada objek lain, sedangkan zat warna merupakan senyawa aromatik yang terdiri dari cincin aryl yang mengandung sistem elektron terdelokalisasi.

Senyawa organik dengan sistem ikatan rangkap terkonjugasi dapat menyerap warna pada panjang gelombang tertentu karena adanya transisi elektron. Makin panjang konjugasi rantai karbon maka makin kecil energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasikan elektron, dan panjang gelombang penyerapan cahaya makin besar (penggeseran batokromik). Penggeseran batokromik juga terjadi apabila senyawa organik mengandung gugus ausokrom yang terikat pada suatu gugus kromofor yang akan mempertinggi intensitas penyerapan.

Pada tahun 1876 Witt menyatakan bahwa molekul zat warna merupakan Gabungan senyawa organik yang tidak jenuh, kromofor sebagai pembawa warna dan ausokrom sebagai pengikat antara warna dan serat.

Ciri umum gugus kromofor adalah memiliki ikatan tidak jenuh yang dapat mengalami transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$

Beberapa contoh gugus yang termasuk dalam gugus kromofor dapat dilihat dari tabel dibawah ini.

Tabel 2.2 Jenis-jenis Gugus Kromofor

| No. | Macam Gugus Kromofor | Jenis Ikatan |
|-----|----------------------|------------------|
| 1 | Gugus azo | -N = N- |
| 2 | Gugus nitroso | -NO |
| 3 | Gugus nitro | -NO ₂ |
| 4 | Gugus karbonil | -C=O |
| 5 | Gugus etilena | >C=C< |

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 reaktif yang paling mudah dalam pencelupan untuk serat selulosa seperti kapas. Zat warna reaktif terikat pada serat dengan ikatan kovalen yang sifatnya lebih kuat dari pada ikatan ikatan lainnya sehingga sukar dilunturkan.

Gugus kromofor merupakan gugus yang tidak berwarna dan dapat menjadi berwarna apabila terikat pada sistem ikatan rangkap terkonjugasi.

Molekul yang mengandung gugus kromofor dan sistem ikatan rangkap terkonjugasi disebut kromogen. Kromogen bukanlah merupakan suatu zat warna dan untuk mengubahnya menjadi zat warna harus ditambahkan gugus lain, yang disebut ausokrom. Gugus ausokrom ini berfungsi mengaktifkan kerja kromofor dan memberikan daya ikat terhadap serat yang diwarnainya.

Gugus ausokrom dapat digolongkan menjadi 2 :

1. Golongan kation : -NHCH₃; -N(CH₃)₂; -NH₂
2. Golongan Anion : -SO₃H ; -COOH ; -OH

Berdasarkan sifat kelarutannya zat warna digolongkan sebagai berikut:

- Zat warna larut air

Ciri khas dari zat warna ini adalah terciptanya satu lebih gugus pembentuk garam.

Zat warna ini terdiri dari :

- a. Zat warna anionik, dengan gugus pembentuk garamnya umumnya berupa gugus asam sulfonat, yang termasuk dalam golongan ini adalah : zat warna direc dan zat warna reaktif.

b. Zat warna kationik, dengan gugus pembentuk garamnya adalah basa ammonium. Didalam colour index, zat warna ini disebut juga disebut zat warna basa.

- Zat warna yang tidak larut dalam air seperti: zat warna dispersi (celup), zat warna Mordan, zat warna sulfur, zat warna cat dan pigmen.

Penggolongan zat warna yang lebih umum adalah berdasarkan struktur molekul zat warna dan aplikasinya pada bahan.

Penggolongan menurut struktur molekul zat warna.

Dilakukan menurut colour index, yaitu berdasarkan pada perbedaan sistem kromofor, seperti: zat warna azo, zat warna nitroso, zat warna antrakinon dan sebagainya.

- ❖ Penggolongan berdasarkan atas aplikasinya pada bahan, dilakukan menurut colour index terdiri dari:

1) Zat warna basa atau kationik

Zat warna ini merupakan suatu garam organik basa yang berwarna. Bagian ini bertanggung jawab untuk menghasilkan warna bermuatan positif dan membentuk ikatan ionik dengan serat seperti: protein, akrilat, nilon dan serat poliester.

2) Zat warna asam atau anionik

Zat warna ini merupakan suatu garam organik asam yang berwarna. Bagian yang bertanggung jawab untuk menghasilkan warna bermuatan negatif dan membentuk ikatan ionik dengan dengan gugus basa nitrogen dari serat nilon dan protein.

3) Zat warna mordan

Zat warna ini terdiri dari beberapa zat warna alam dan zat warna sintetis yang tidak memiliki afinitas untuk berikatan langsung dengan serat tetapi dapat berikatan sebagai garam logam. Zat warna mordan dapat digunakan dengan cara mengolah serat sehingga serat mengandung garam logam dan mereaksikan serat tersebut dengan zat warna ini sehingga membentuk ikatan kompleks.

4) Zat warna reaktif

Zat warna reaktif berbeda dengan zat warna lainnya karena zat warna ini membentuk ikatan kovalen dengan serat. Kebanyakan zat warna ini digunakan untuk serat selulosa, tetapi dapat juga digunakan serat yang berasal dari nilon atau protein.

5) Zat warna langsung (direct dye)

Zat warna anionik ini digunakan dalam larutan yang mengandung elektrolit untuk serat dan selulosa, dan kadang-kadang untuk serat protein atau nilon. Zat warna langsung berikatan dengan serat selulosa melalui ikatan hidrogen dan gaya-gaya van der Waals.

6) Zat warna lain

Seiring dengan perkembangan serat-serat buatan, maka terjadi juga perkembangan zat warna agar dapat digunakan untuk serat buatan. Kebanyakan zat warna yang dikembangkan merupakan modifikasi dari jenis zat yang telah ada.

2.3 Karakteristik limbah zat warna industri tekstil.

Proses pembuatan tekstil pada suatu industri umumnya terdiri dari tiga tahapan penting yaitu tahap pemintalan, tahap penenunan dan tahap pencelupan. Limbah zat warna akan dihasilkan dari tahapan pencelupan ini. Adapun urutan proses pada tahapan ini meliputi:

1. Singing, yaitu proses pembakaran bulu untuk menghindari terjadinya migrasi *stuff* yang tidak merata karena adanya bulu-bulu pada benang.
2. Scouring, yaitu proses penghilangan kanji dan kotoran yang melekat pada Benang. Sifat limbah cair yang dihasilkan dari proses ini adalah COD, BOD dan kekeruhan yang tinggi karena melarutnya kanji yang melekat pada kain.
3. Bleaching, yaitu proses pengelantangan benang. Sifat limbah cair yang dihasilkan sama seperti pada proses scouring.
4. Souping, proses penghilangan sisa –sisa reaksi bahan kimia.
5. Mercerizing, yaitu proses penggunaan NaOH untuk mengubah kemampuan penyerapan zat warna. Sifat limbah cair yang dihasilkan pada

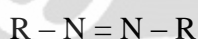
proses ini adalah pH yang tinggi akibat penggunaan NaOH untuk menstabilkan serat dan mengubah kemampuan penyerapan zat warna.

6. Heat setting, yaitu proses pemanasan untuk mencegah terjadinya kusut selama proses pencelupan sehingga kualitas kain yang dihasilkan dengan baik.
7. Dyeing, yaitu proses pencelupan kain ke dalam bak pencelupan untuk memberi warna tertentu pada kain. Proses ini menghasilkan limbah cair yang berwarna pekat dan bau yang tergantung pada jenis bahan yang digunakan. Setelah proses pembilasan dilakukan maka juga akan menghasilkan limbah dengan suhu tinggi ($>40^{\circ}\text{C}$).

Jika sifat limbah cair dari masing-masing proses di atas digabungkan maka akan menghasilkan limbah dengan karakteristik sebagai berikut: berwarna pekat, alkalis (basa), bersuhu tinggi dan kandungan COD, BOD dan padatan tersuspensi yang tinggi.

2.4 Congo-red

Zat Warna Azo umumnya mempunyai gugus aoksokrom hidroksiamin dan gugus amino tersubstitusi. Zat warna azo adalah zat warna yang mempunyai gugus Azo ($-\text{N}=\text{N}-$) dengan struktur umum :



Berdasarkan jumlah gugus Azo yang terikat, maka struktur zat warna Azo dapat dikelompokkan menjadi empat bagian, yaitu :

Monoazo dengan satu gugus Azo, ($\text{R} - \text{N} = \text{N} - \text{R}'$)

Diazo dengan dua gugus Azo, ($\text{R} - \text{N} = \text{N} - \text{R}' - \text{N} = \text{N} - \text{R}''$)

Triazo dengan tiga gugus Azo, ($\text{R} - \text{N} = \text{N} - \text{R}' - \text{N} = \text{N} - \text{R}'' - \text{N} = \text{N} - \text{R}'''$)

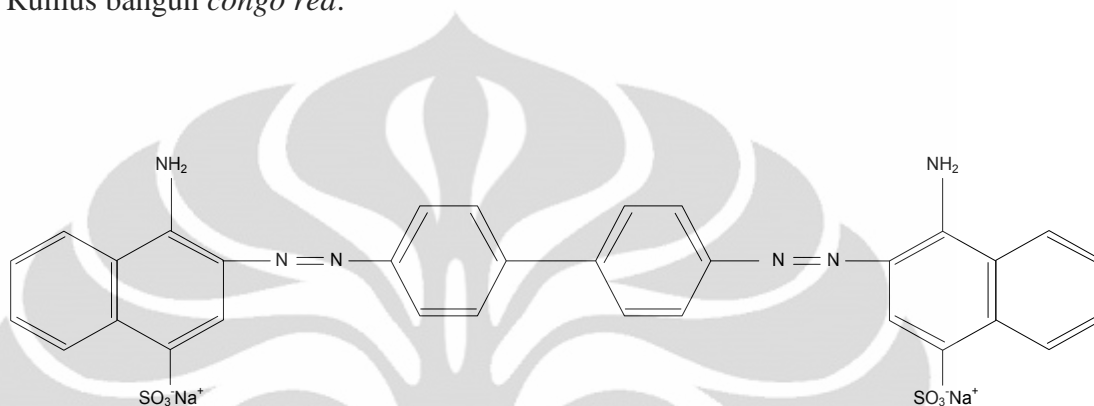
Poliazo dengan empat atau lebih gugus Azo.

Senyawa *Congo red* merupakan garam yang larut dalam air dan disebut dengan nama asam benmidin diazo - bis - 1 - naftilamin - 4 - sulfat. *Congo red* berwarna merah dan sensitif terhadap asam. *Congo red* digunakan sebagai indikator pada pH : 3,0 - 6,2 dengan warna biru - ungu - merah. Senyawa ini akan menjadi biru dengan penambahan asam dan menjadi merah dengan penambahan basa.

Congo red merupakan zat warna langsung (direct dye) sintesis pertama yang sukses secara komersial karena kemampuannya dalam mewarnai katun (selulosa) dengan cara pencelupan yang sederhana.

Congo red disebut juga sebagai direct dye 28 yang merupakan turunan senyawa diazo yang disintesis pada 1884 oleh Boettiger.

Rumus bangun *congo red*:



Gambar 2.1. Struktur *congo red*

Senyawa *congo red* merupakan garam yang larut dalam air dingin dan etanol. Dapat larut dalam air hingga 1 g/30 mL. *Congo red* banyak digunakan sebagai pewarna tekstil dan digunakan sebagai indikator dengan trayek pH: 3,0 – 6,2 (Biru-Merah).

| | |
|--------------------|--|
| Nama IUPAC | : Natrium difenildiazo-bis- α -naftilamin sulfonate |
| Nama lain | : Direct dye 28 |
| Rumus molekul | : $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ |
| Berat Molekul (BM) | : 696,68 g/mol |
| Berat jenis | : $\approx 1,0 \text{ g/cm}^3$ |
| Warna bubuk | : Coklat kemerahan (bubuk) dan merah gelap (larutan) |
| Kelarutan | : mudah larut dalam air |

2.5. Fotokatalitik

Reaksi katalitik adalah reaksi yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan katalis secara bersama-sama. Katalis ini mempercepat fotoreaksi melalui

interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan tereksitasinya, atau fotoproduk utamanya, yang bergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut.

Secara umum, fotokatalitik terbagi menjadi dua jenis, yaitu fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah reaksi fotokatalitik dengan bantuan oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan teknologi yang didasarkan pada irradiasi sinar UV pada semikonduktor seperti titanium oksida (TiO_2), seng oksida (ZnO), atau kadmium sulfida (CdS). Fotokatalitik merupakan suatu proses yang mempercepat dengan penambahan suatu substansi/katalitis. Reaksi fotokatalitik adalah reaksi yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan dikatalisis secara bersama-sama. Katalis ini dapat mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan tereksitasinya, atau dengan fotoproduk utamanya, bergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut. Jenis dari proses fotokatalik ada 2 macam:

Fotokatalitik homogen yang merupakan proses fotokatalitik dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida.

Fotokatalitik heterogen merupakan proses fotokatalitik dengan bantuan semikonduktor.

2.5.1 Semikonduktor

Semikonduktor merupakan suatu zat yang mempunyai sifat di antara isolator dan konduktor. Perbedaan ini dapat dilihat dari ukuran konduktivitas listrik (σ), struktur valensi dan pita valensi.

Perbedaan tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut:

- a) Konduktor, merupakan suatu bahan yang dapat dengan mudah menghantar dan arus listrik, dengan nilai konduktivitas listrik (σ), sebesar $10^4 - 10^6 \text{ ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$ mempunyai struktur dengan pita valensi berisi elektron dan pita konduksi kosong serta energi celah yang berhimpit.
- b) 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).

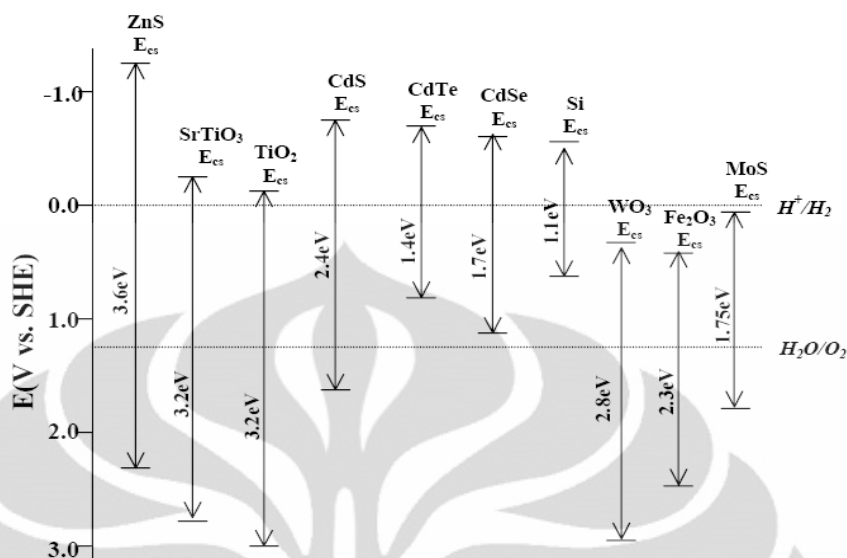
Semikonduktor, merupakan suatu bahan dengan konduktivitas listrik di antara konduktor dan isolator. Mempunyai nilai konduktivitas listrik (σ) sebesar 10^5 - $10^3 \text{ ohm}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ mempunyai pita valensi yang terisi penuh dan pita konduksi yang kosong serta energi celah yang tidak terlalu besar ini memungkinkan beberapa elektron yang mempunyai cukup energi panas (bila diberi energi berupa iradiasi sinar UV atau pemanasan untuk ke pita konduksi).

Terdapat dua jenis semikonduktor, yaitu

1. Semikonduktor intristik, 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 ekstristik, merupakan semikonduktor tidak murni lagi karena telah disisipi atom lain untuk menambah konduktivitasnya. Jika atom disisipi memiliki elektron valensi cukup banyak (donor elektron) disebut semikonduktor tipe n. Dan jika atom yang disisipkan adalah atom yang elektron valensinya lebih kecil, maka disebut semikonduktor tipe p.

2.5.2 Semikonduktor Okisida logam

Proses fotokatalitik dengan menggunakan semikonduktor, merupakan teknologi yang diharapkan dapat digunakan untuk mendegradasi zat berbahaya yang mencemari lingkungan. Beberapa semikonduktor logam oksida dan sulfida memiliki energi celah yang cukup untuk mengkatalis reaksi kimia dalam aplikasinya untuk lingkungan, diantaranya adalah TiO_2 ($E_g = 3,2 \text{ eV}$), ZnO ($E_g = 3,2 \text{ eV}$), ZnS ($E_g = 3,6 \text{ eV}$), CdS ($E_g = 2,5 \text{ eV}$), SrTiO_2 ($E_g = 2 \text{ eV}$) dan lain-lain. Besarnya energi celah, posisi pita valensi, pita konduksi, dan perbandingan dengan besarnya potensial redoks relatif terhadap elektroda hidrogen (potensial hidrogen Nerst) dari beberapa semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.2



Gambar 2.2. Harga energi celah berbagai katalis

Semikonduktor dapat menyerap cahaya yang memiliki energi lebih besar dari *band gap*-nya (E_g), dan akan menghasilkan fotoelektron dan *photohole*. Keduanya dapat dikelola untuk menjalankan reaksi redoks. Secara termodinamika, tingkat energi pada sisi pita konduksi merupakan ukuran kekuatan reduksi dari elektron, sedangkan energi pada sisi pita valensi menunjukkan kekuatan *hole* untuk melakukan oksidasi. Makin negatif nilai potensial sisi valensi makin besar daya oksidasi *hole*.

2.5.3 Titanium Dioksida

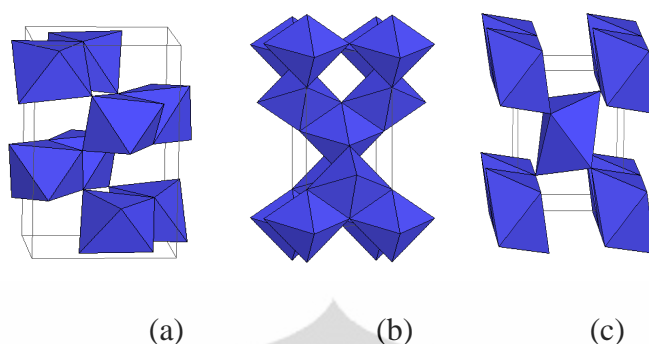
Titanium adalah logam transisi yang berwarna perak keabu-abuan, dengan nomor atom 22, $A_r = 47,9$ dan densitas sebesar $4,507 \text{ g/cm}^3$. Logam ini merupakan unsur ke-9 terbanyak di kerak bumi. Titanium lebih ringan dari logam lain yang sifat-sifat mekanik termalnya serupa, karena itu sering digunakan sebagai alloy (campuran logam) yang kuat dan tahan korosi, juga digunakan pada mesin turbin, industri pesawat terbang dan peralatan kelautan. TiO₂ adalah senyawa titanium yang paling penting, merupakan bubuk yang berwarna putih, yang sering digunakan sebagai pewarna putih pada cat, kosmetik, zat warna pada makanan.

TiO₂ mempunyai tiga macam struktur kristal, yaitu rutil, anatase dan broktil. Anatase dan rutil mempunyai struktur ortorombik. Pada aplikasi fotokatalisis senyawa TiO₂ yang sering digunakan adalah struktur anatase dan rutil. Perbandingan sifat fisik dari titanium dioksida jenis rutil dan anatase dapat dilihat pada tabel 2.3

Tabel 2.3 Perbandingan sifat fisik anatase dan rutil

| Sifat | Anatase | Rutil |
|------------------|--|---------------------|
| Bentuk Kristal | Sistem Tetragonal | Sistem Tetragonal |
| Konstanta Kisi a | 3,78 Å | 4,58 Å |
| Konstanta Kisi c | 9,49 Å | 2,95 Å |
| Berat Jenis | 3,9 | 4,2 |
| Indeks Bias | 3,52 | 2,71 |
| Kekerasan | 5,5 – 5,6 | 6,0 – 7,0 |
| Titik Leleh | Berubah menjadi rutil pada suhu tinggi | 1858 ⁰ C |

Sistem TiO₂ ini mempunyai potensial redoks sebesar +2,8 V (vs NHE). Dengan potensial sebesar ini hampir kebanyakan senyawa organik dapat dioksidasi. Keadaan ini dapat dieksploitasi untuk mengoksidasi polutan organik menjadi produk yang tidak beracun. Terbentuknya spesies oksidator kuat pada permukaan TiO₂ juga menjadi dasar bagi aplikasi sistem ini untuk mematikan mikroorganisme (disinfeksi). Akibat dari fenomena tersebut, permukaan TiO₂ mempunyai sifat yang unik (amphifilik : superhidrosifilitas) yaitu dimana pada awalnya tanpa kena cahaya UV bersifat hidrofob. Sementara permukaannya akan berubah menjadi bersifat hidrofil jika terkena sinar UV, dan sifat ini bertahan beberapa saat meskipun sinar UV dimatikan sebelum akhirnya kembali bersifat hidrofob.



Gambar 2.3 Tiga bentuk kristal TiO_2 : (a) Brookite, (b) Anatase, (c) Rutile.

TiO_2 mempunyai tiga macam struktur kristal, yaitu anatase, rutile dan brookite. TiO_2 jenis anatase lebih fotoaktif daripada jenis rutile karena luas permukaan anatase lebih besar dari rutile sehingga sisi aktif per unit anatase lebih besar ketimbang yang dimiliki rutile. Struktur brookite paling tidak stabil dan paling sulit dipreparasi sehingga jarang digunakan dalam proses fotokatalitik. Struktur anatase memiliki *band gap* sebesar 3,2 eV yang setara dengan energi gelombang cahaya UV dengan panjang gelombang 388 nm. Untuk struktur rutile, *band gap*-nya adalah 3,0 eV setara dengan energi cahaya dengan panjang gelombang 413 nm.

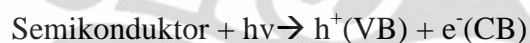
Sistem TiO_2 ini mempunyai potensial redoks sebesar +2,8 V (vs NHE). Dengan potensial sebesar ini hampir kebanyakan senyawa organik dapat dioksidasi. Keadaan ini dapat dieksploitasi untuk mengoksidasi polutan organik menjadi produk yang tidak beracun. Terbentuknya spesies oksidator kuat pada permukaan TiO_2 juga menjadi dasar bagi aplikasi sistem ini untuk mematikan mikroorganisme (disinfeksi). Akibat dari fenomena tersebut, permukaan TiO_2 mempunyai sifat yang unik (amphifilik : superhidrosifilitas) yaitu dimana pada awalnya tanpa kena cahaya UV bersifat hidrofob. Sementara permukaannya akan berubah menjadi bersifat hidrofil jika terkena sinar UV, dan sifat ini bertahan beberapa saat meskipun sinar UV dimatikan sebelum akhirnya kembali bersifat hidrofob.

Diagram energi pita konduksi dan pita valensi menunjukkan energi minimum yang dibutuhkan agar terjadi konduktivitas listrik di mana elektron terlempar ke pita konduksi dan menyisakan *hole* pada pita valensi. Energi pita valensi untuk anatase dan rutile hampir mirip, yaitu sangat rendah dalam diagram

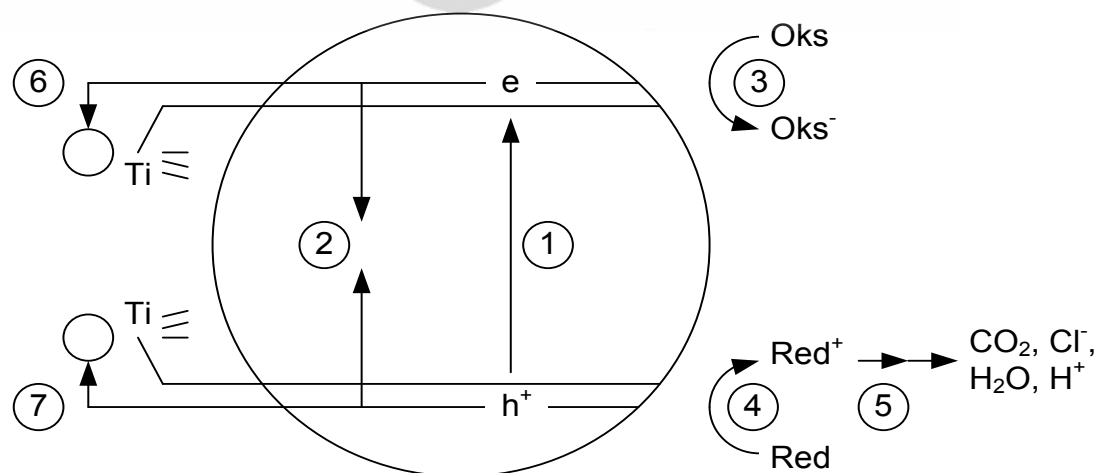
energi. Hal ini menandakan kedua struktur tersebut dapat menghasilkan *hole* dengan daya oksidasi yang besar. Adanya *hole* dapat menyebabkan terjadinya reaksi oksidasi apabila *hole* ini mencapai permukaan karena *hole* merupakan oksidator yang kuat. *Hole* yang bereaksi dengan air atau gugus hidroksil dapat menghasilkan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$), radikal hidroksil juga berperan sebagai oksidator kuat. Adanya *hole* ini dapat mengoksidasi sebagian besar zat organik. Energi pita konduksi untuk rutile nilainya mendekati potensial yang diperlukan untuk mereduksi air menjadi gas hidrogen secara elektrolisis, tetapi anatase memiliki tingkat energi konduksi yang lebih tinggi, sehingga elektron pada pita konduksinya mampu mereduksi molekul oksigen (O_2) menjadi superoksida ($\bullet\text{O}_2$) secara elektrolisis. Superoksida memiliki sifat yang mirip dengan radikal hidroksil dalam mendegradasi material organik.

2.5.4 Mekanisme fotokatalitik semi konduktor TiO_2

Mekanisme fotokatalitik semi konduktor TiO_2 yaitu jika suatu semi konduktor menyerap energi sebesar atau lebih besar dari energi celahnya maka elektron (e^-) pada pita valensi (VB) akan ter-eksitasi ke pita konduksi (CB) dengan meninggalkan lubang positif (h^+). Hal ini merupakan awal dari proses fotokatalitik.



Tahapan yang terjadi selama proses fotokatalitik dijelaskan seperti gambar di bawah ini:



Gambar 2.4. Tahapan Mekanisme Fotokatalitik

Tahapan fotokatalitik pada Gambar 2.4 di atas, dapat dijelaskan sebagai berikut:

Pembentukan pembawa muatan (e^-_{CB} , h^+_{VB})



Rekombinasi pembawa muatan, dengan membebaskan energi dalam bentuk panas.



Dengan oksidasi oleh hole pada pita valensi

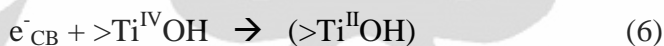


Reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi



Reaksi fotokatalitis atau reaksi termal lebih lanjut menghasilkan produk air mineral.

Elektron pada pita konduksi terjebak dalam permukaan metastabil menghasilkan Ti(III)



Hole pada pita valensi terjebak dalam gugus titanol



Keterangan:

$>\text{TiOH}$: permukaan TiO_2 dalam keadaan terhidrat

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

h^+_{VB} : lubang positif (hole) pada pita valensi

e^-_{CB} : elektron pada pita konduksi yang terjebak

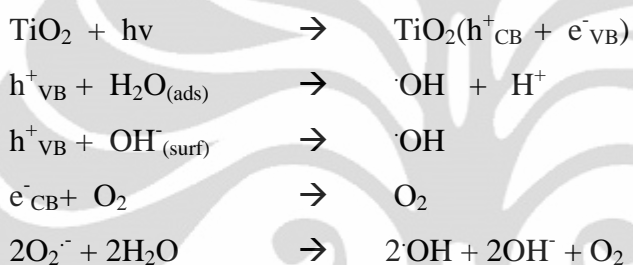
$(>\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH})^+$: lubang positif (hole) pita valensi yang terjebak di permukaan

$(>\text{Ti}^{\text{III}}\text{OH})$: elektron pita konduksi yang terjebak di permukaan

Red^+ : reduktor, donor elektron

Oks^- : oksidator, akseptor elektron

Lubang positif (*hole*) pada pita valensi mempunyai sifat mengoksidasi yang sangat kuat (+1.0 - +3.5 V relatif terhadap elektroda hidrogen standar Nernst), sedangkan elektron pada pita konduksi mempunyai sifat pereduksi yang juga sangat kuat (+0,5 – 1,5 V relatif terhadap elektroda hidrogen standar Nerst). Reaksi degradasi fotokatalitik sebagian besar senyawa organik dapat terjadi oleh *hole*. Reaksi degradasi secara tidak langsung terjadi melalui radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) yang dihasilkan akibat interaksi hole dengan air (H_2O) atau dengan ion hidroksil (OH^-). Radikal hidroksil juga dapat terbentuk melalui reaksi produksi molekul oksigen oleh elektron pada pita konduksi. Reaksi pembentukan radikal hidroksil dapat dituliskan sebagai berikut:



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

2.6 Spektroskopi UV dan Visible.

Para kimiawan telah lama menggunakan warna sebagai bantuan dalam mengenali zat-zat kimia. Spektrofotometri dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual, dengan studi lebih mendalam dari adsorpsi energi radiasi oleh macam-macam zat kimia.

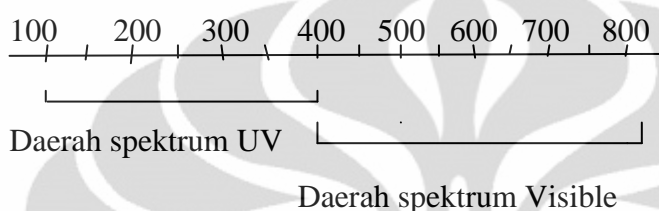
Radiasi UV atau sinar tampak (visible) bila diadsorpsi oleh suatu senyawa senyawa menghasilkan transisi elektron dari keadaan dasar keadaan energi yang lebih tinggi (tereksitasi). Transisi elektronik ini dapat dikorelasikan dengan panjangnya ikatan π dari suatu senyawa.

Secara umum penggunaan spektrofotometri ultraviolet dan tampak pada

senyawa –senyawa organik berdasarkan pada transisi elektron.

$n \rightarrow \pi^*$ atau $\pi \rightarrow \pi^*$. Gugus-gugus tak jenuh yang mengabsorpsi pada daerah UV – tampak disebut kromofor, sedang gugus fungsi dengan ikatan jenuh yang terikat pada kromofor disebut auxokrom. Panjang gelombang dari sinar UV berkisar antara 100 nm sampai 400 nm sedangkan pada sinar tampak berkisar antara 400 nm sampai 800 nm.

Spektrum dapat di gambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.5 Daerah Spektrum UV dan Visible (tampak)

Spektrum UV dan sinar tampak berasal dari diagram antara panjang gelombang dengan absorpsi. Kemudian dilakukan perhitungan dengan logaritma perbandingan dengan intensitas radiasi sinar yang masuk ke sampel (I_0) dengan radiasi sinar yang keluar dari sampel (I). Variabel tersebut dirumuskan sebagai berikut:

$$\text{Absorbansi} = \frac{\log I_0}{\log I}$$

Spektroskopi UV dan visible tidak begitu berguna untuk penentuan struktur suatu senyawa. Penggunaan spektroskopi ini yang utama adalah untuk analisa kuantitatif.

Sinar UV (Ultraviolet) pada panjang gelombang yang lebih pendek dari 300 nm dapat berperan sebagai pemicu terjadinya reaksi kimia. Sinar UV (Ultraviolet) dikelompokkan berdasarkan *anecdotal effect* menjadi tiga macam yaitu:

- a) Sinar UV – A (panjang gelombang: 315-400 nm)

Kelompok sinar UV yang paling rendah tingkat bahayanya dan sinar UV ini sering disebut *black light*.

- b) Sinar UV – B (panjang gelombang: 280-315 nm)

Kelompok sinar UV dengan panjang gelombang lebih pendek yang cukup merusak jaringan biologis, namun terabsorpsi baik oleh atmosfer bumi. Sinar UV ini dapat menyebabkan kanker kulit jika terekspos ke kulit.

- c) Sinar UV – C (panjang gelombang: 100-280 nm)

Kelompok sinar UV yang paling berbahaya dan intensif menimbulkan kerusakan pada mikroorganisme. Sinar matahari pada spektrum ini hampir seluruhnya diabsorpsi oleh atmosfer. Tumbukan antara oksigen dengan sinar UV – C akan menghasilkan ozon. Lampu UV yang mempunyai spektrum energi UV- C sering disebut sebagai *Germicidal Lamp* karena kemampuannya mematikan bakteri.

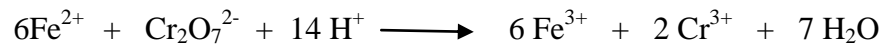
2.7 COD.

Parameter COD menggambarkan jumlah oksigen yang diperlukan untuk mengoksidasi zat organik yang ada dalam contoh air, dimana proses oksidasi tersebut dilakukan berdasarkan reaksi kimia. COD dilakukan untuk meramalkan beban pencemaran organik yang ada didalam contoh air.

Penentuan COD didasarkan pada reaksi, dimana zat organik dalam contoh air dioksidasi dengan larutan $K_2Cr_2O_7$ dengan bantuan katalis dalam suasana asam yang mendidih. Katalis yang digunakan Ag_2SO_4 , tanpa adanya katalis ini senyawa organik lain seperti asam asetat, selulosa, dan lain-lain tidak cepat teroksidasi. Hg_2SO_4 ditambahkan untuk menghilangkan gangguan klorida yang umumnya ada pada air buangan. Reaksi yang terjadi:



Proses organik berlangsung selama kurang lebih 2 jam, direfluks dengan kondensor agar zat organik volatile tidak menguap keluar, tetapi untuk memastikan semua zat telah organik teroksidasi semua, maka $K_2Cr_2O_7$ yang ditambahkan harus berlebih. Sisa dari $K_2Cr_2O_7$ kemudian digunakan untuk menentukan berapa oksigen yang terpakai. $K_2Cr_2O_7$ yang tersisa ditentukan melalui titrasi dengan $Fe(NH_4)_2SO_4$ (Ferro Ammonium Sulfat) dengan reaksi sebagai berikut:



Untuk menentukan titik akhir titrasi digunakan indikator ferroin dimana akan terjadi perubahan warna dari hijau menjadi coklat merah. Pada penentuan COD ini juga dilakukan dengan penetapan blanko.



BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Variabel Penelitian

- Variasi tetap atau kondisi operasi yang tidak berubah dalam penelitian ini ialah:
- Variabel bebas atau kondisi operasi yang dirubah pada penelitian ini adalah jumlah katalis, waktu reaksi, konsentrasi, dan pH.
- Variabel terikat atau parameter yang akan diamati sebagai hasil dari penelitian dalam penelitian ini adalah konsentrasi zat warna congo red yang terdegradasi oleh fotokatalitik.

3.2.1 Alat dan Bahan

1. Peralatan gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium
2. Spektrofotometer sinar tampak (UV-Vis)
3. pH meter
4. Stirer magnetic
5. Lampu UV-C 30 watt
6. Kotak reaktor
7. Labu refluks
8. Kondensator
9. Neraca analitik

3.2.2 Bahan

1. Titanium dioksida (TiO_2)
2. Zat warna Congo- red
3. Aquadest
4. Kalium bikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 0,1N
5. Perak sulfat (Ag_2SO_4)
6. Asam Sulfat (H_2SO_4)/p
7. Ferro ammonium sulfat ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})$)
8. Merkuri Sulfat (HgSO_4)
9. Indikator ferroin

3.3. Prosedur

3.3.1 Preparasi Sampel

1. Ditimbang zat warna *congo red* sebanyak 0,5 gram dilarutkan dalam 1000 mL aquades. Konsentrasi zat warna *congo red* yang didapat 500 ppm. Kemudian dilakukan pengenceran dengan mengambil 40 mL larutan *congo red* 500 ppm dan dilarutkan dalam labu ukur sampai volume 1000 mL, sehingga didapat larutan *congo red* dengan konsentrasi 20 ppm.

3.3.2 Penentuan Kontrol

Kontrol dilakukan dengan penambahan 8 mg TiO_2 kedalam 100 mL larutan *congo red* 20 ppm, lalu diaduk selama 4 jam dalam ruang gelap (tanpa UV). Kemudian diukur absorbansinya.

3.3.3 Penentuan jumlah katalis TiO_2 Optimum

Ditimbang 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7mg TiO_2 , lalu dimasukkan masing-masing kedalam 100 mL sampel zat warna *congo red* 20 ppm. Masing-masing dari sampel *congo red* dengan TiO_2 tersebut dilakukan penyinaran dengan sinar UV-36 watt dan diaduk selama 4 jam. Kemudian dicentrifuge dan diukur pH nya. Kemudian masing-masing sampel diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-vis pada panjang gelombang maksimum maksimum 499 nm.

3.3.4. Penentuan Waktu Optimum

Di buat 6 buah sampel dengan konsentrasi TiO_2 optimum yang telah didapat. Keenam sampel dengan TiO_2 optimum kemudian diiradiasi dengan sinar UV-vis 36 watt dan diaduk selama 180 menit dalam kotak reactor dan setiap 30 menit diambil satu sampel tersebut untuk di centrifuge, diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis dan COD nya.

3.3.5 Meradiasikan TiO₂ Optimum dan Waktu Optimum pada variasi konsentrasi

Ditimbang 20, 30, 40, 50 dan 60 mg zat *congo red*, kemudian masing-masing dilarutkan kedalam aquades sampai tepat 100 mL. Didapat konsentrasi sampel 20, 30, 40, 50 dan 60 ppm. Masing-masing diukur absorbansinya dengan spektrofotometer dan ditentukan CODnya dengan metode titrimetri.

TiO₂ optimum ditambahkan kedalam 100 mL sampel dengan berbagai variasi konsentrasi 20, 30, 40, 50, 60 ppm. Masing-masing sampel *congo red* dengan TiO₂ optimum tersebut, diiradiasi dalam kotak reaktor dengan sinar UV 36 watt dan diaduk selama waktu optimum.

Hasil degradasi masing-masing diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis dan ditentukan CODnya.

3.3.6 Penentuan COD

Dipipet 5 mL contoh (sampel) kedalam labu refluks. Ditambahkan 4 mL K₂Cr₂O₇ 0,1N dan 0,1 gram Hg₂SO₄ serta batu didih. Kemudian ditambahkan 7,5 mL campuran H₂SO₄ dan sedikit Ag₂SO₄ dalam keadaan dingin. Kemudian di refluks selama 2 jam, dibilas kondensator kemudian didinginkan. Sampel tersebut kemudian dititrasi dengan FAS dengan 2-3 tetesi indikator ferroin. Titrasi dihentikan pada saat warna biru hijau menjadi coklat.

Blanko dilakukan mulai dari proses refluks .

Perhitungan Kadar COD :

$$\text{ppm(mg/L) COD} = \frac{(a-b)N \times 8000}{\text{mL sampel}}$$

a= mL FAS untuk blanko FAS= Ferro ammonium sulfat
(Fe(NH₄)₂SO₄·6H₂O)

b= mL FAS untuk contoh (sampel) N= normalitas FAS.

3.3.7 Pembuatan Pereaksi pada Penetapan COD.

1. Kalium dikromat , $K_2Cr_2O_7$ 0,1N.

Ditimbang 4,9047 gr $K_2Cr_2O_7$ (BM =294,281 sebelum digunakan $K_2Cr_2O_7$ dipanaskan pada $103^{\circ}C$ selama 2 jam).Kemudian dilarutkan dalam 1 liter aquades .

2.Pereaksi Ag_2SO_4 dalam H_2SO_4

Dilarutkan Ag_2SO_4 dalam 1 liter H_2SO_4 , kemudian didiamkan selama 1- 2 hari.Sampai larutan sempurna.

3.Ferro Ammonium Sulfat 0,1 N

Ditimbang 39,214 gr $Fe(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ (BM = 392,14) dalam aquades, ditambahkan 20 mL asam sulfat pekat dan didinginkan, lalu diencerkan sampai tepat 1 liter.

4.Indikator ferroin

a. Ditimbang 1,485 gr Phenantrolin monohidrat dan 695 mg $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

Kemudian dilarutkan dengan aquades sampai 100 mL.

b. Standarisasi Ferro Ammonium Sulfat 0,1 N

Dipipet 5 mL larutan standar kalium dikromat, ditambahkan 5 mL asam sulfat pekat dalam keadaan dingin.Dititrasi dengan ferro ammonium sulfat (FAS)dengan indikator ferroin.

Perhitungan:

$$\text{Normalitas FAS} = \frac{\text{mL } K_2Cr_2O_7 \times N \text{ } K_2Cr_2O_7}{\text{mL FAS}}$$

BAB4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menggunakan zat warna congo red yang merupakan suatu senyawa organologam. Pemilihan congo red sebagai bahan dalam penelitian ini karena dilihat dari struktur kimianya zat warna ini mempunyai potensial yang membahayakan.

Proses pengurangan warna pada percobaan ini didasarkan pada putusnya sistem ikatan rangkap terkonjunggasi dari zat warna, yang selanjutnya diikuti oleh reaksi penataan ulang sehingga menjadi molekul-molekul yang lebih sederhana seperti CO_2 dan H_2O . Sistem ikatan rangkap terkonjunggasi ini dirusak oleh spesies radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) yang bersifat sebagai oksidator kuat. Radikal ini terbentuk melalui iluminasi katalis. Katalis TiO_2 dengan sinar UV, sistem TiO_2 ini mempunyai potensial redoks sebesar $+2,8 \text{ V (vs NHE)}$. Dengan potensial sebesar ini hampir kebanyakan senyawa organik dapat dioksidasi.

Pengaruh daya lampu sebagai sumber UV pada proses fotokatalisis sudah diteliti. Penelitian sebelumnya, (Henry, 2004) mengamati pengaruh daya lampu 10, 30, dan 36 watt. Hasil penelitian terlihat daya lampu 30 watt dan 36 watt tidak memberi pengaruh yang berbeda. Pada penelitian ini daya lampu yang digunakan sebagai sumber UV adalah 36 watt.

Beberapa studi mengemukakan bahwa salah satu tahapan degradasi secara fotokatalitik adalah melalui adsorpsi senyawa organik ke permukaan katalis. Semakin banyak katalis yang digunakan maka jumlah senyawa yang teradsorpsi juga semakin banyak. Hal ini menyebabkan senyawa yang terdegradasi juga semakin banyak. Pada penelitian ini dicari penambahan katalis yang optimum dan diharapkan jumlah katalis yang digunakan seminimal mungkin agar nantinya secara ekonomis metode ini dapat diaplikasikan.

Konsentrasi zat *congo red* yang dipakai pada percobaan ini adalah 20 ppm dan panjang gelombang serapan maksimumnya adalah 499 nm. Absorbansi *congo red* pada panjang gelombang tersebut 0,783 dan pH 7,30. Sebagai kontrol untuk melihat seberapa besar pengaruh TiO_2 tanpa UV dibuat suatu proses katalitik dengan penambahan 8 mg TiO_2 ke dalam 100 ml sampel *congo red* (20 ppm)

kemudian diaduk dalam ruang gelap (tanpa UV) selama 4 jam. Pada kontrol didapat absorbansi 0,761 dengan panjang gelombang maksimum 499 nm dan pH 7,6.

Perbedaan yang didapat antara sampel dengan kontrol sangat kecil. Hal ini menunjukkan tidak adanya pengaruh TiO_2 tanpa radiasi UV. Perbedaan dari nilai absorbansi itu diduga dari deviasi spektrofotometer.

Spadro mengusulkan terbentuknya asam oksalat sebagai hasil degradasi zat warna oleh radikal hidroksi, selain senyawa organik lain seperti benzene, nitrobenzene. Dan sebagainya (tergantung struktur molekul zat warna).

4.1 Penentuan Jumlah Katalis TiO_2 Optimum

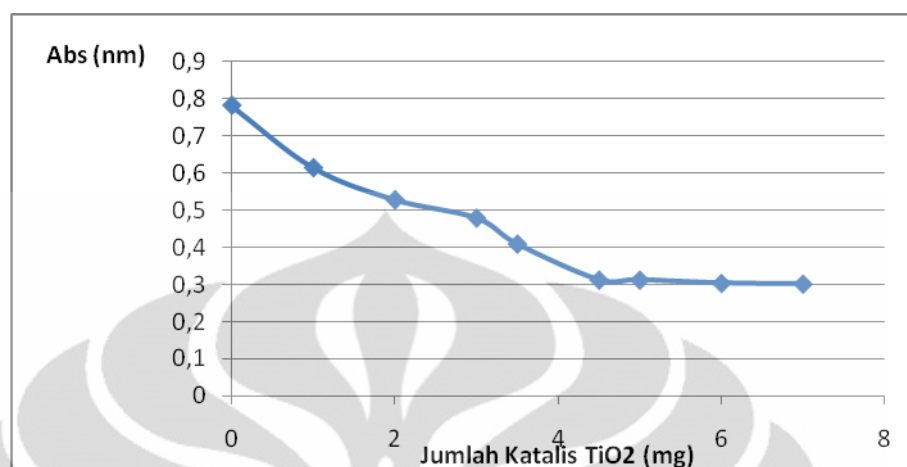
Penentuan jumlah katalis TiO_2 optimum, saya melanjutkan penelitian Kemas Rama Kifli (2005), dengan cara memvariasikan jumlah katalis TiO_2 pada sampel. Waktu yang digunakan untuk diaduk selama 4 jam. Untuk melihat pengaruh UV pada sampel dilakukan radiasi dengan penambahan TiO_2 . Hasil radiasi sampel dengan variasi jumlah katalis TiO_2 tertera pada table berikut ini:

Tabel 4.1 Serapan warna hasil radiasi UV 36 watt selama 4 jam pada variasi Jumlah katalis TiO_2

| TiO_2 (mg) | 0 | 1 | 2 | 3 | 3,5 | 4,5 | 5 | 6 | 7 |
|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Abs ($\lambda=499$ nm) | 0,783 | 0,615 | 0,528 | 0,479 | 0,409 | 0,312 | 0,312 | 0,303 | 0,201 |
| pH | 7,31 | 7,18 | 7,48 | 7,56 | 7,28 | 7,32 | 7,59 | 7,29 | 7,32 |

Ket: Abs= absorbansi

Dari data tersebut kemudian dibuat grafik perubahan absorbansi pada jumlah katalis TiO_2 disajikan pada Gambar 4.1



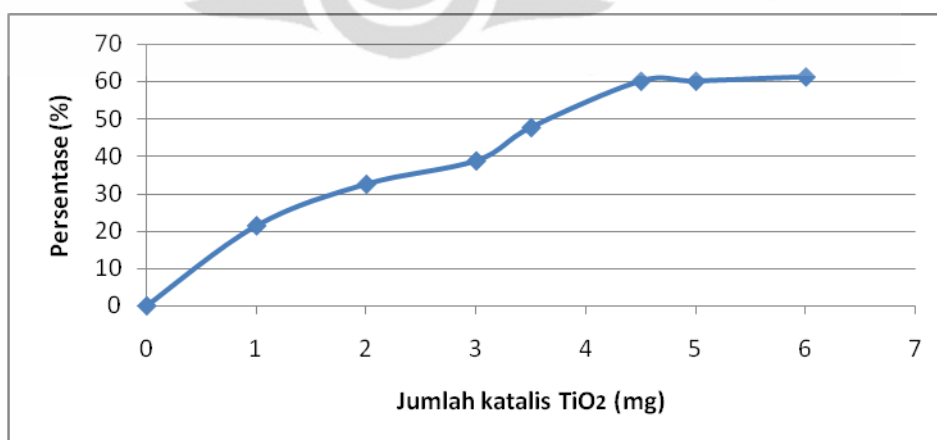
Kondisi: Radiasi dengan lampu UV-36 watt selama 4 jam dengan Jumlah katalis TiO_2

Gambar 4.1 Grafik perubahan absorbansi intensitas larutan *congo red* terhadap jumlah katalis TiO_2

Untuk melihat persentase perubahan dari absorbansi maka di buat juga grafik perubahan. Persentase penurunan didapat dengan perhitungan:

$$\% \text{ Penurunan} = \frac{\text{Abs}_1 - \text{Abs}_2 \times 100 \%}{\text{Abs}_1}$$

$\text{Abs}_1 =$ Absorbansi awal
 $\text{Abs}_2 =$ Absorbansi akhir



Gambar 4.2 Grafik Persentase Perubahan absorbansi jumlah katalis TiO_2 .

Pada kontrol, yaitu larutan *congo red* yang diradiasi sinar UV dan tanpa penambahan TiO₂, terlihat dalam Gambar 4.2. Persentase perubahannya hanya sebesar 21,45%. Hal tersebut menunjukkan tanpa TiO₂ energi UV dapat mendegradasi *congo red* namun tidak sebesar dengan adanya TiO₂.

Pada grafik terjadi perubahan absorbansi zat warna *congo red* sebesar 60,15 % pada jumlah katalis 4,5 mg TiO₂, tetapi pada jumlah katalis 5, 6 dan 7 mg TiO₂ terlihat absorbansi semakin meningkat hanya saja perubahan tidak terlalu signifikan lagi untuk itu jumlah katalis TiO₂, 4,5 mg digunakan sebagai jumlah katalis optimum sebagai dasar penelitian selanjutnya.

Penentuan pH hasil degradasi dilakukan untuk melihat kecenderungan sifat dari intermediat zat warna tersebut, pH hasil degradasi tidak menunjukkan perubahan yang signifikan sehingga belum dapat diambil kesimpulan sifat intermediate dari *congo red*.

4.2 Penentuan Waktu Optimum

Penentuan waktu optimum dilakukan dengan cara memvariasikan waktu dengan penambahan jumlah katalis TiO₂ optimum yang didapat yaitu 4,5 mg. Penentuan waktu optimum ini bertujuan untuk melihat waktu terbaik pada perubahanan zat warna *congo red*.

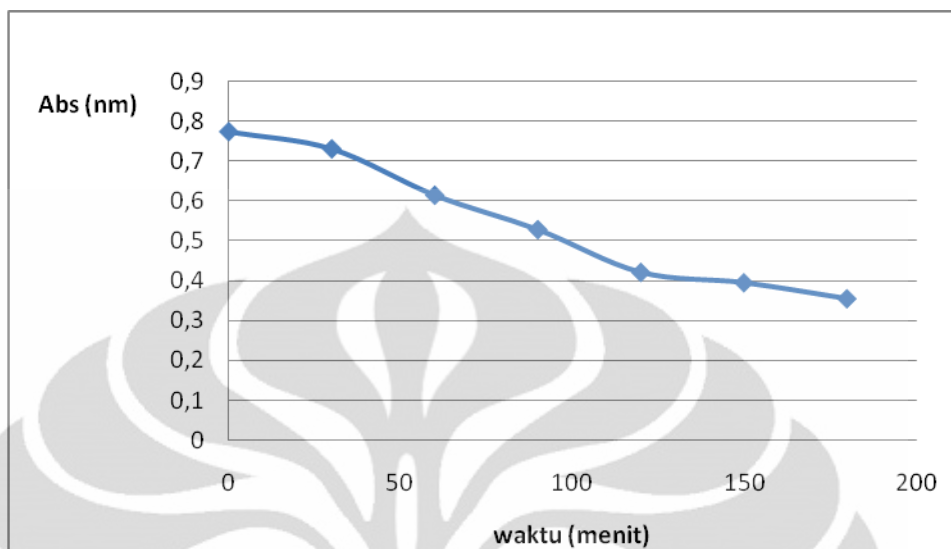
Penentuan waktu optimum ditentukan mulai dari 30 menit sampai mendapat perubahan absorbansi tertinggi. Absorbansi di tentukan untuk masing-masing variasi waktu dengan selang pengukuran sampel 30 menit. Hasil radiasi pada TiO₂ optimum dengan variasi waktu tertera pada Tabel 4.2 dibawah ini:

Tabel 4.2 Hasil radiasi TiO₂ optimum (4,5 mg) dengan variasi waktu pada lampu UV-36 watt

| Waktu (menit) | 0 | 30 | 60 | 90 | 120 | 150 | 180 |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Abs ($\lambda=499$) | 0,773 | 0,731 | 0,614 | 0,528 | 0,421 | 0,395 | 0,375 |
| C O D (ppm) | 176 | 131 | 111 | 87 | 67 | 47 | 28 |

Data tersebut kemudian dibuat grafik perubahan absorbansi dan COD.

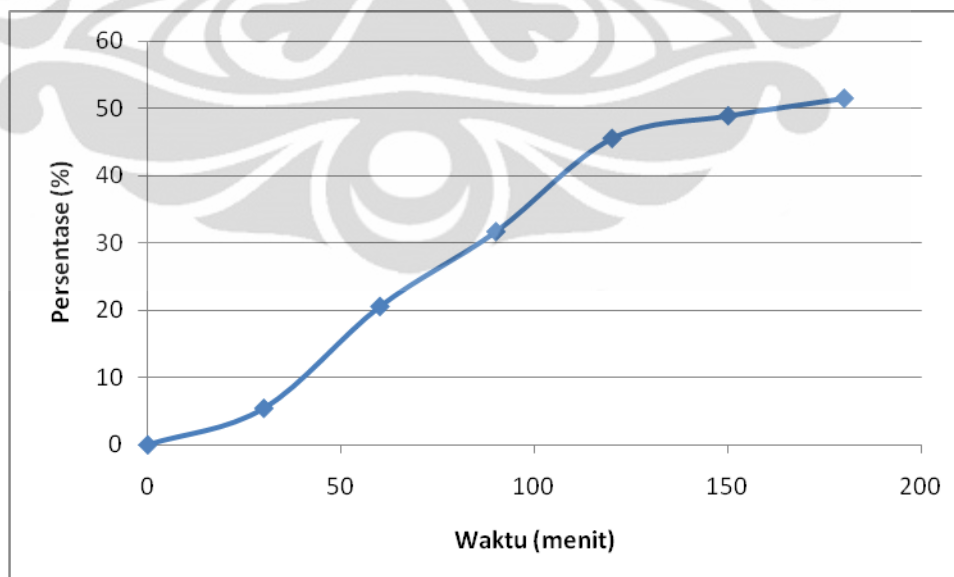
Grafik perubahan untuk absorbansi dapat dilihat pada Gambar 4.3



Kondisi: Konsentrasi 45 ppm, lampu UV-36 watt pada variasi waktu.

Gambar 4.3. Grafik perubahan absorbansi Permenit

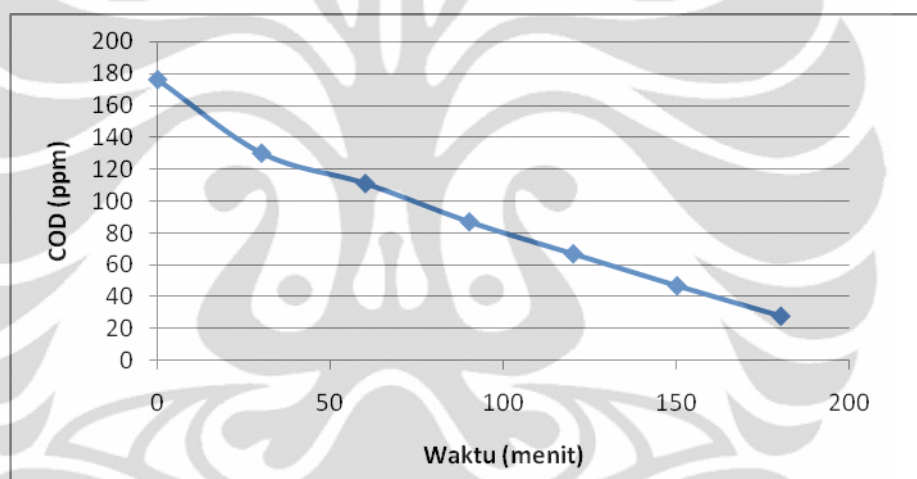
Dari grafik perubahan absorbansi diatas dapat dibuat grafik Persentase perubahan absorbansi yang disajikan pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Grafik Persentase perubahan intensitas warna *congo red*

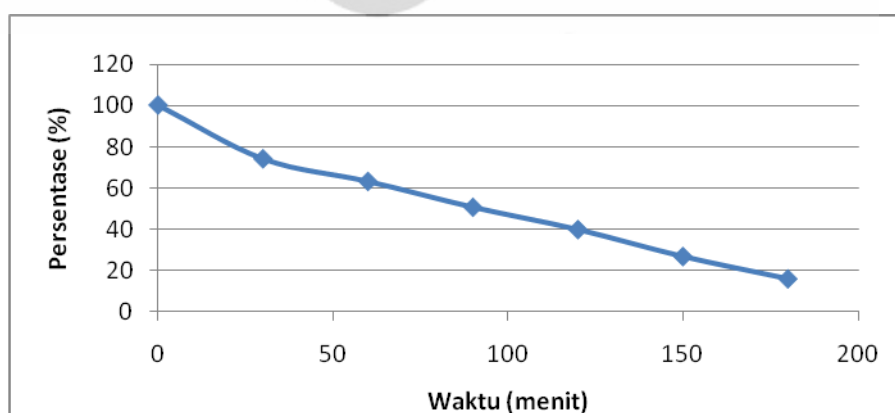
Dari gambar terlihat bahwa semakin bertambahnya waktu radiasi persentase perubahan warna juga semakin besar. Pencarian waktu optimum untuk perubahan absorbansi di hentikan setelah 150 menit, dimana zat warna mengalami peningkatan sebesar 48,90%. Radiasi 150 menit ditetapkan sebagai waktu optimum karena penambahan waktu radiasi tidak akan jauh berbeda dengan hasil yang diperoleh pada 150 menit.

Untuk melihat perubahan kandungan zat organik pada senyawa *congo red* dilakukan penentuan COD dengan metode titrasi, dengan asumsi besarnya besarnya COD yang terdapat pada sampel menunjukkan adanya kandungan zat organik dalam sampel tersebut. Perubahan nilai COD disajikan dalam Gambar 4.5 dan persentase perubahan nilai COD terdapat pada gambar 4.6.



Kondisi: Konsentrasi TiO_2 45 ppm radiasi dengan lampu UV-36 watt.

Gambar 4.5 Grafik Perubahan nilai COD permenit



Gambar 4.6 .Grafik Persentase Perubahan nilai COD permenit.

Dari grafik terlihat semakin lama waktu radiasi, perubahan nilai COD semakin besar, namun jika dibandingkan dengan persentase perubahan dari absorbansi zat warna terdapat perbedaan yang cukup signifikan. Pada persentase perubahan absorbansi zat warna terdapat perbedaan yang cukup signifikan. Pada persentase perubahan absorbansi TiO_2 optimum dan waktu optimum didapat peningkatan sebesar 48,90% sedangkan perubahan nilai COD didapat 84,1%. Hal ini menunjukkan walaupun warna berkurang sebesar 89,29%, *Congo red* atau zat organik yang tersisa sedikit (10,71%).

Sistem (gugus atom yang menyebabkan terjadinya absorbansi cahaya adalah kromofor atau gugus kromofor. Warna yang berkurang intensitasnya menandakan bahwa gugus kromofor pada zat warna tersebut menghilang. Sisa COD yang masih cukup besar menunjukkan, walaupun gugus kromofor hilang tapi zat organik yang terdapat masih cukup banyak.

4.3. Variasi Konsentrasi *Congo red*

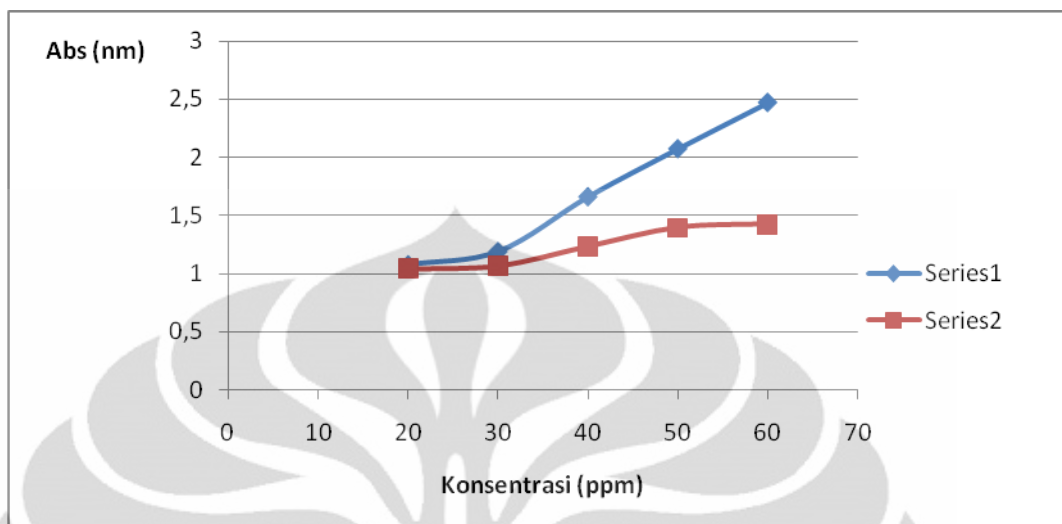
Untuk melihat keefektifan dari penambahan TiO_2 optimum dan waktu optimum maka variable tersebut digunakan pada proses pengurangan warna *congo red* dengan beberapa konsentrasi. Penurunan absorbansi dan COD pada penambahan TiO_2 optimum dalam waktu optimum disajikan dalam Tabel 4.3 berikut ini:

Tabel 4.3 Hasil radiasi TiO_2 optimum dan waktu optimum pada variasi konsentrasi *congo red*

| Sampel (ppm) | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 |
|------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Absawal ($\lambda=499$ nm) | 1,073 | 1,188 | 1,660 | 2,074 | 2,427 |
| Abs akhir ($\lambda = 499$ nm) | 1,042 | 1,069 | 1,235 | 1,395 | 1,425 |
| CODawal | 38 | 46 | 72 | 83 | 97 |
| COD akhir | 25 | 40 | 45 | 50 | 58 |

Grafik perubahan absorbansi *congo red* pada variasi konsentrasi dapat dilihat pada

Gambar 4.7

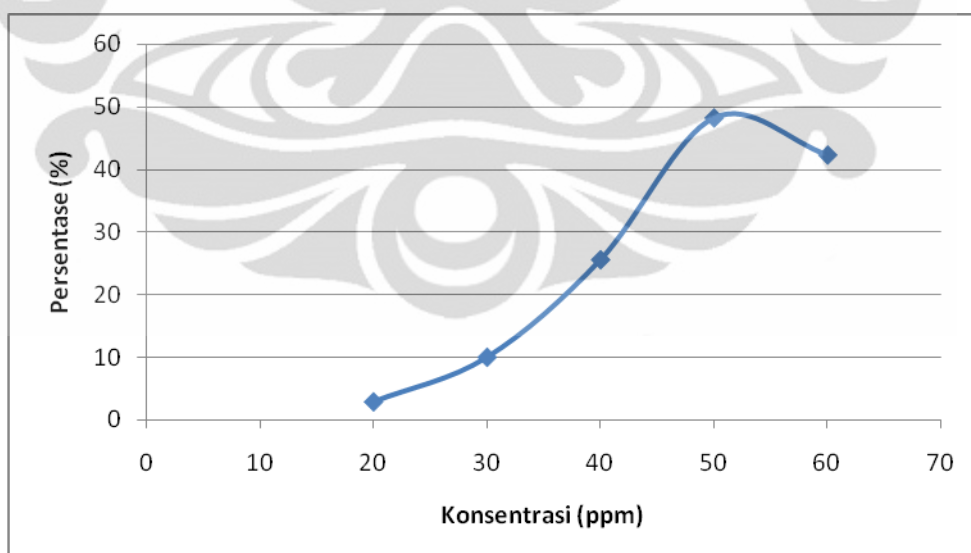


Ket: Series 1 : sebelum diberi katalis

Series 2 : sesudah diberi katalis

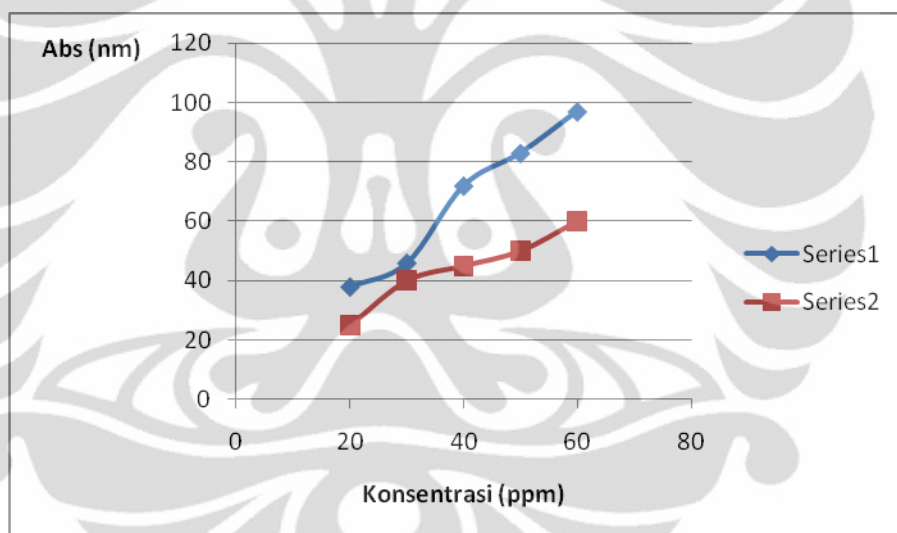
Kondisi: Konsentrasi TiO_2 45 ppm, radiasi dengan lampu UV-36 watt selama 150 menit.

Gambar 4.7 Grafik perubahan intensitas warna pada variasi konsentrasi *congo red*.



Gambar 4.8. Grafik persentase perubahan intensitas warna pada variasi Konsentrasi *congo red*.

Pada grafik tersebut terlihat pada peningkatan konsentrasi warna, persentase perubahan warna hasil radiasi semakin meningkat. Penambahan TiO_2 optimum dan waktu optimum masih cukup efektif hanya pada konsentrasi 50 ppm yaitu peningkatan sebesar 48,28%. Peningkatan ini dapat disimpulkan bahwa energi yang dibutuhkan untuk mendegradasi zat warna semakin besar seiring dengan semakin banyaknya molekul zat warna. Untuk melihat perubahan kandungan zat organik maka dibuat juga grafik perubahan COD yang disajikan dalam gambar 4.9

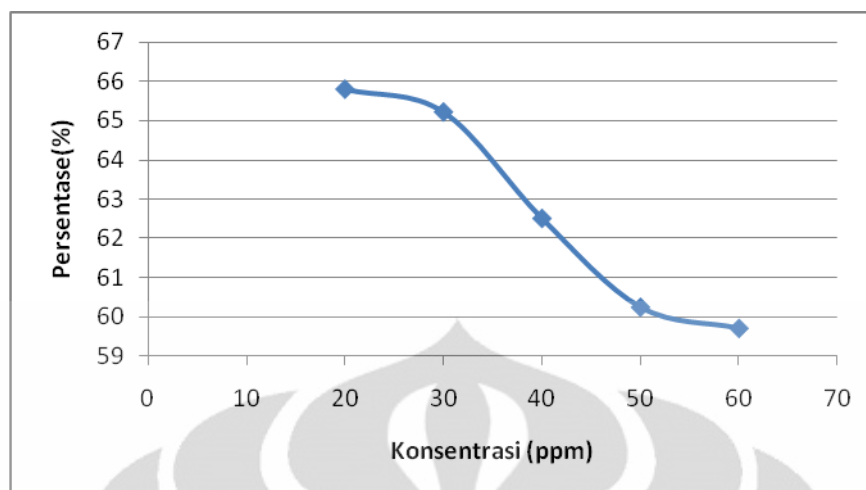


Series 1: sebelum diberi katalis
Series 2: sesudah diberi katalis

Kondisi: Konsentrasi TiO_2 45 ppm, radiasi dengan lampu 36 watt selama 150 menit

Gambar 4.9 Grafik perubahan nilai COD pada variasi konsentrasi zat warna *congo red*.

Konsentrasi zat warna yang semakin besar menyebabkan kecenderungan degradasi zat organik juga semakin menurun. Gambar 4.10 memperlihatkan persentase penurunan pada variasi konsentrasi *congo red*.



Gambar 4.10 Persentase perubahan nilai COD pada variasi konsentrasi *Congo red*.

Penurunan COD pada variasi konsentrasi *congo red* dengan TiO_2 optimum menunjukkan semakin besar konsentrasi *congo red* semakin sedikit kandungan organik yang terdegradasi.

4.4 Karakterisasi dengan Powder X-Ray Difraktometri (XRD)

Karakterisasi dengan XRD bertujuan untuk melihat apakah terdapat kerusakan pada katalis TiO_2 . Selain itu, dari data XRD juga dapat diketahui apakah TiO_2 telah termasuk anatase atau rutile.

Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis.

Alat yang digunakan disebut *X-Ray Diffractometer (XRD)*. Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi (d = jarak antar kisi) dalam struktur mineral, sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg, yaitu nilai sudut difraksi θ yang berbanding terbalik

dengan nilai d (jarak antar kisi dalam kristal), sesuai dengan persamaan Bragg:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

dimana :

n = orde difraksi

d = jarak antar kisi

θ = sudut difaksi

λ = panjang gelombang sinar-X

Tabel 4.4 Nilai d (Å) dari hasil pengukuran dan kartu interpretasi data TiO₂

| Kartu Interpretasi Data d (A°) | | Pengukuran TiO ₂ Sintesis d (Å) | Keterangan |
|----------------------------------|--------|--|------------|
| Anatase | Rutile | TiO ₂ | |
| 3,520 | 3,240 | 3,544 | Anatase |
| 2,378 | 2,487 | 1,902 | Anatase |
| 1,892 | 2,188 | 1,708 | Anatase |
| 1,699 | 2,054 | 1,499 | Anatase |
| 1,666 | 1,687 | 1,674 | Anatase |
| 1,481 | 1,623 | 1,499 | Anatase |
| 1,364 | 1,479 | 1,487 | Rutile |
| 1,338 | 1,359 | 1,369 | Rutile |
| 1,265 | 1,346 | 1,344 | Rutile |

Hasil XRD menunjukkan, bahwa kristal TiO₂ hasil sintesis memberikan 12 puncak difraksi dan intensitas relatif tertinggi terletak pada sudut $2\theta = 25,29^\circ$ dengan nilai $d = 3,52$ yang merupakan ciri khas sudut difraksi dari kristal anatase dan sudut difraksi $2\theta = 44,61^\circ$ dengan nilai $d = 2,03$ yang merupakan ciri khas sudut difraksi dari kristal rutile. Dengan membandingkan nilai 2θ atau d (Å) dari puncak-puncak yang signifikan hasil pengukuran, dengan kartu interpretasi data kristal TiO₂ standar, diperoleh hasil bahwa struktur kristal TiO₂ hasil sintesis adalah campuran fasa anatase dan rutile sebagaimana dapat dilihat pada tabel 4.4

BAB 5

5.1 KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. TiO_2 dapat mendegradasi senyawa congo red dengan metode fotokatalitik yang dibuktikan dengan hilangnya warna merah pada larutan tersebut.
2. Konsentrasi TiO_2 optimum untuk dapat mendegradasi zat warna *congo red* sebesar 4,5 mg dan waktu optimum yang 150 menit.
3. Kemampuan TiO_2 optimum dan waktu optimum pada congo red 20 ppm adalah sebesar 48,90%, sedangkan CODnya adalah sebesar 84,1%.

5.2 SARAN

- Perlu dikembangkan lagi desain reaktor fotokatalitik yang memiliki efisiensi tinggi, mudah, murah sehingga dapat diaplikasikan baik pengolahan air limbah maupun pemurnian air.
- Perlu diidentifikasi senyawa-senyawa intermediet hasil degradasi untuk lebih mengetahui sifat ketoksikan dari *congo red*.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, [http://www. Titaniummart. com/Photocatalysis TiO₂html](http://www.Titaniummart.com/Photocatalysis%20TiO2.html).
6 Juni, 2011 pukul 09. 15
- Arnold. E,et al. 1992. Standar methods: For the examination of waste and wastew water.American public healt associatioan. Washington.
- Anoni. [http //www.chemicaland 21. Com/chloranil \(2,3,5,6-tetra Chloro-p-benzoquinone\)](http://www.chemicaland21.com/chloranil%20(2,3,5,6-tetra%20chloro-p-benzoquinone)). 3 Juni 2011, pukul 16. 05
- Chen, J, Ollis, D. F, Rlkens,W. H.1999. Photocatalyzed oxidation of Alcohols and organochlorides in presence of native TiO₂ and metallized TiO₂ suspension part (II); photocatalytic mechanism.Wat ers. 33, 669-676.
- Dwi Andi Wibowo. 2004. Studi degradasi zat warna azo acid orange (AO7) melalui metode fotokatalitik / sinar Uv-vis dengan suspensi TiO₂ . Skripsi sarjana kimia FMIPA UI.
- Fatimah, Eko Sugiharto, dan Kamalia. 2006. Titanium Oxide dispersed on natural zeolit (TiO₂/ zeolit) and its application for *congo red* photodegradation. FMIPA-Gajah mada, Indonesia.
- Fauzi Lutfi Manaf.2006. Studi degradasi zat warna (senyawa azo) dengan metode fotokatalitik UV dan katalis TiO₂ diimobilisi. FMIPA-UI
- Fatonah, Yuni Indriati. 2001. Studi degradasi pentaklorofenol secara fotokatalitik dengan TiO₂ yang diimobilisi. Skripsi sarjana kimia FMIPA-UI.
- German M, Michael R. 1993. Photocatalytic degradation of penta Klorofenol on TiO₂ particles: Indntification of intermediates and mechanism of reaction, Environ Sci.Technol, 27 1681-1689.
- [Http//www. Chem. Ui. Ac, id/profil/staff/Jnz. 2. htm](http://www.Chem.Ui.Ac.id/profil/staff/Jnz.2.htm)2. 30 Mei 2011. Pukul 10.05
- Hery Susanto.2004.Studi degradasi zat warna tekstil (Alizarin red) Menggunakan metode fotokatakitik dengan suspensi TiO₂ dan Sinar Uv-visibel matahari. Skripsi sarjana kimia, FMIPA UI.

- Hedi Surahman.2001. Studi pengembangan reaktor fotokatalitik dengan TiO_2 yang diimobilisi pada dinding bagian dalam kolom gelas: Optimum reaktor air dan uji kemampuannya terhadap degradasi 4-klorofenol. Tesis magister ilmu kimia, program pasca sarjana, FMIPA UI.
- Kemas Rama Kifli . 2005. Studi degradasi zat warna *congo red* dengan Metode fotokatalitik menggunakan suspensi TiO_2 . Skripsi kimia FMIPA UI
- Nurul Hidayat. 2009. Preparasi dan karakterisasi titanium dioksida: uji aktivitas terhadap *congo red* dan uji aplikasi sebagai pelapis dinding dalam ruang kaca untuk degradasi uap xilina. Skripsi kimia FMIPA UI
- Ralp J. Fessenden, Joan S. Fessenden. 1997. Dasar-dasar kimia organik. Binarupa aksara.
- R.A. Day, A.L.Underwood.1980.Analisa kimia kuantitatif.Edisi ke-4Airlangga.
- Stafford,U, Gray.K.A,kramat.P.V.1997.Photocatalytic degradation Of 4-klorofenol :The effects of varying TiO_2 concentration and light wavelength,J.Catal.167.25-32.
- Spadro, I.R.1994. Hidroxyl radical mediated degradation of azo dye Evidence for benzene generation. Environ. Sci. Technol, 28. 1389-1393
- S.L Murov,I.Carmichael, G.L Hug (Eds). 1993. Handbook of fotochemistry, Second ed, Marcel Dekker, New york, pp.299.
- Shen,Y.S, dan Ku, Y. 1995. The study and application of advance oksidation processes in volatile organic compounds. Industrial Pollut. Prevention control, 56, 278.
- Sulaiman, U. 2001. Degradasi fotokatalitik fenol dan senyawa intermediet pada reaktor pendestruksi limbah dengan menggunakan suspensi TiO_2 tesis kimia FMIPA-UI.
- Sudjadi, 1983. Penentuan struktur molekul senyawa organik. Fakultas Farmasi UGM.

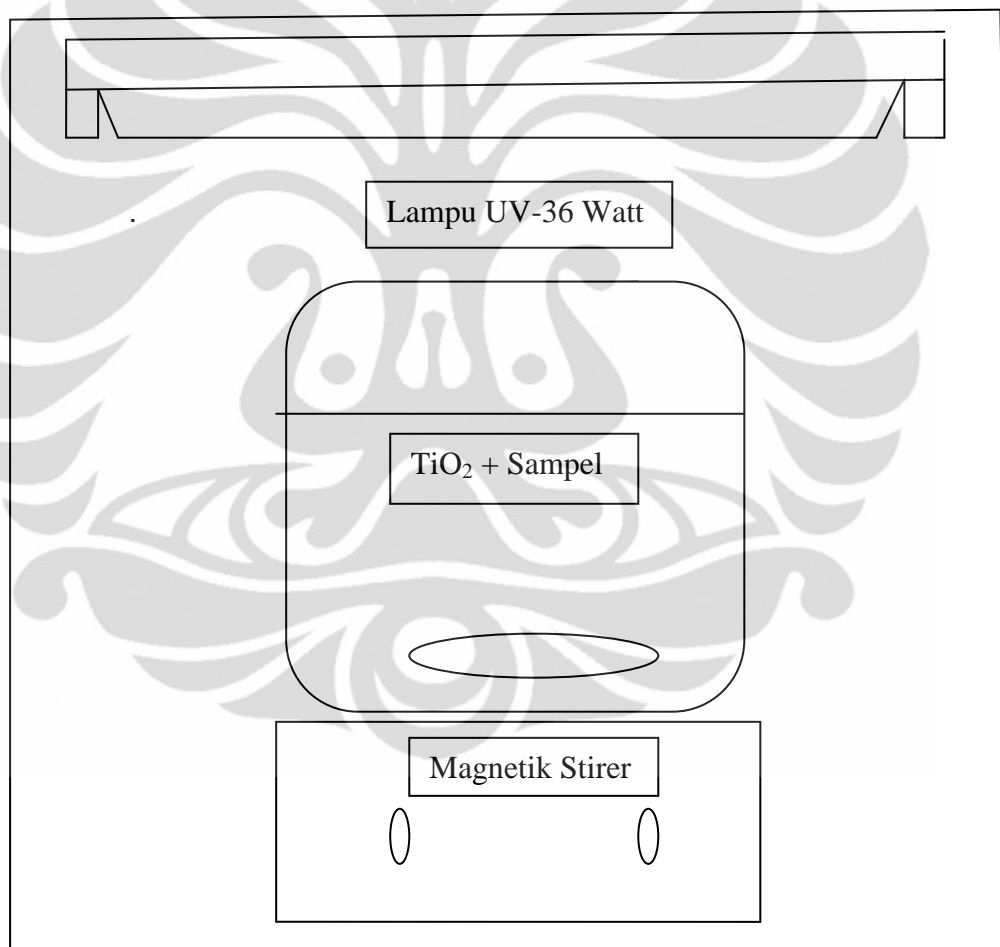
Uyi S, Dadan Hermawan. 2003. Degradasi fotokatalitik fenol dalam sampel air sungai donan Cilcap. *J. Kimia*, no.1 Th. II. 11-15.

Zollinger, Henrich. 1991. *Color chemistry: Syntetic, Properties and Application of organic dyes and pigments*, second Edtion. GermanyVCH.



Lampiran 1. Kotak Reaktor Fotokatalitik

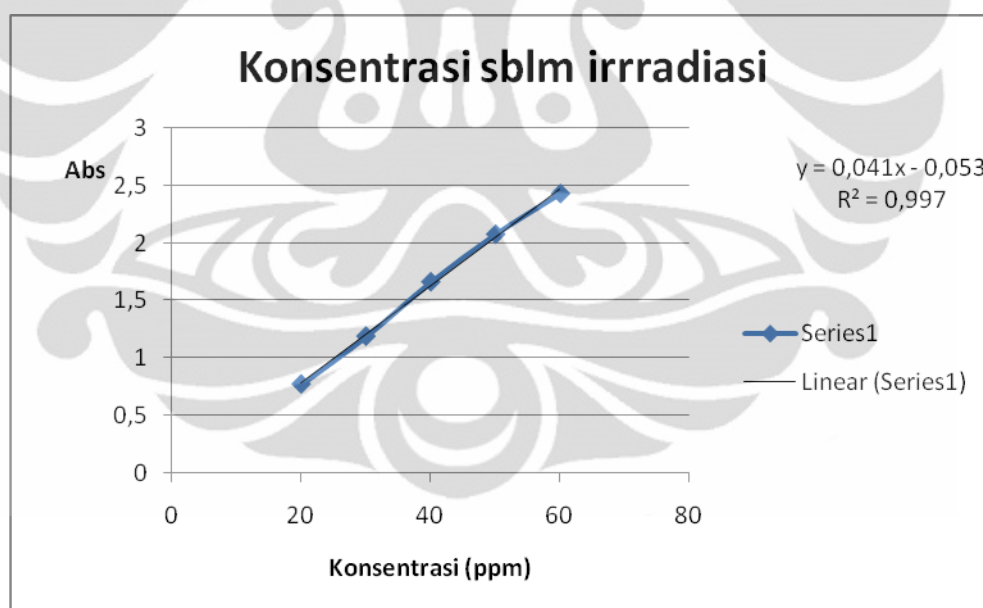
1. Reaktor fotokatalitik yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada suatu unit reaktor. Pada bagian dalam dinding reaktor dilapisi alumunium foil.
2. Beaker gelas 50 mL sebanyak 1 buah yang pada bagian dalam terdapat larutan zat warna *congo red* 20 ppm + TiO_2 .
3. *Magnetic stirrer*.
4. *Hot plate*.



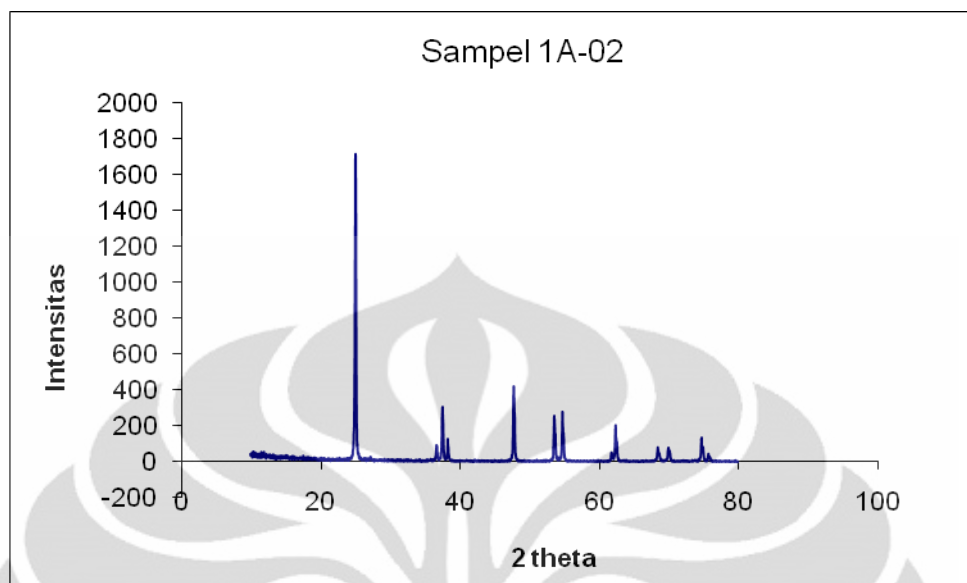
Lampiran 2.

Data konsentrasi dan absorbansi Larutan Standar (sebelum diirradiasi) Congo red

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |
|-------------------|------------|
| 20 | 1,733 |
| 30 | 1,188 |
| 40 | 1,660 |
| 50 | 2,074 |
| 60 | 2,427 |



Lampiran 3. Grafik XRD katalis TiO₂



Tabel 4.4 Nilai d (Å) dari hasil pengukuran dan kartu interpretasi data TiO₂

| Kartu Interpretasi Data d(A°) | | Pengukuran d(A) hasil Sintesis | Keterangan |
|-------------------------------|--------|--------------------------------|------------|
| Anatase | Rutile | TiO ₂ | |
| 3,520 | 3,240 | 3,544 | Anatase |
| 2,378 | 2,487 | 2,447 | Rutile |
| 1,892 | 2,188 | 2,394 | Rutile |
| 1,699 | 2,054 | 1,902 | Rutile |
| 1,666 | 1,687 | 1,674 | Anatase |
| 1,481 | 1,623 | 1,499 | Anatase |
| 1,364 | 1,479 | 1,487 | Rutile |
| 1,338 | 1,359 | 1,369 | Rutile |
| 1,265 | 1,346 | 1,344 | Rutile |

Lampiran 4. Bagan Prosedur Penelitian

BAGAN KERJA

