



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGEMBANGAN REAKTOR FOTOELEKTROKATALISIS
ROTATING DRUM DENGAN Ti/TiO₂ HASIL OKSIDASI
TERMAL UNTUK MENDEGRADASI ZAT WARNA
CONGO RED DALAM AIR**

SKRIPSI

DEWI PERMATASARI

0806326600

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM KIMIA

DEPOK

JULI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGEMBANGAN REAKTOR FOTOELEKTROKATALISIS
ROTATING DRUM DENGAN Ti/TiO₂ HASIL OKSIDASI
TERMAL UNTUK MENDEGRADASI ZAT WARNA
CONGO RED DALAM AIR**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
gelar sarjana Sains**

DEWI PERMATASARI

0806326600

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM KIMIA

DEPOK

JULI 2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Dewi Permatasari

NPM : 0806326600

Tanda Tangan: 

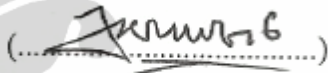
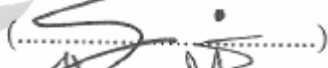

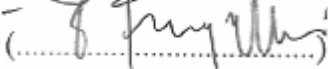
Tanggal : 3 Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Dewi Permatasari
NPM : 0806326600
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Pengembangan Reaktor Fotoelektrokatalisis *Rotating Drum* dengan Ti/TiO₂ Hasil Oksidasi Termal Untuk Mendegradasi Zat Warna *Congo Red* dalam Air

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi (.....)
Penguji : Drs. Sunardi, M.Si (.....)
Penguji : Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi (.....)
Penguji : Dr. Yoki Yulizar, M.Sc (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 3 Juli 2012

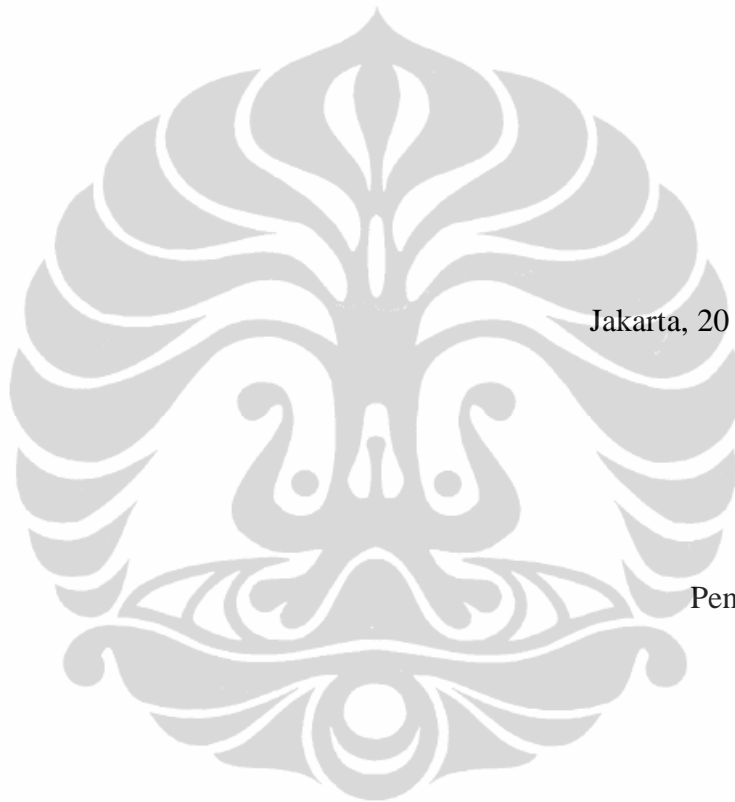
KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini sesuai waktu yang telah ditentukan. Shalawat serta salam semoga senantiasa terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW.

Penulis secara khusus mengucapkan terima kasih kepada Dr. Jarnuzi Gunlazuardi yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam membimbing penyelesaian skripsi ini. Tidak lupa penulis mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang telah memotivasi terselesaikannya skripsi ini ;

1. kepada kedua orang tuaku dan kakakku yang telah banyak berkorban serta selalu memberikan dukungan, semangat, dan doa.
2. kepada Pak Cholid Syahroni dan Pak Hedi Surrahman, guru terbaik di lab. penelitian, atas segala kesabaran, ilmu pengetahuan, dan pengalaman yang telah dibagikan secara cuma-cuma, terima kasih.
3. kepada seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah begitu banyak memberikan ilmu yang bermanfaat.
4. kepada para sahabatku yang memberikan dorongan semangat dan doa yang sangat bermanfaat.
5. kepada seluruh teman-teman seperjuangan Kimia 2008 yang senantiasa membuat hari-hari selama proses penelitian menjadi lebih berwarna, menjadikan waktu-waktu yang berat menjadi menyenangkan dan ceria.
6. kepada kakak-kakak angkatan 2007 dan 2006 yang memberikan dukungan, motivasi, saran dan harapan.
7. kepada Pak Soleh atas bantuan tenaga selama proses penelitian.
8. kepada semua pihak yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu, yang telah membantu dan memberikan dukungan serta semangat.

Akhirnya penulis berharap agar skripsi ini dapat bermanfaat bagi para pembaca dan khususnya dunia pendidikan. Untuk kesempurnaan skripsi ini penulis mengharapkan saran dan kritik dari pembaca, karena penulis menyadari adanya kekurangan dalam skripsi ini.



Jakarta, 20 Juni 2012

Penulis

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI

TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Dewi Permatasari

NPM : 0806326600

Program Studi : Kimia

Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis karya : Skripsi

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

Pengembangan Reaktor Fotoelektrokatalisis *Rotating Drum* dengan Ti/TiO₂ Hasil Oksidasi Termal Untuk Mendegradasi Zat Warna *Congo Red* dalam Air

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, 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 : Jakarta

Pada tanggal : 3 Juli 2012

Yang menyatakan



(Dewi Permatasari)

vi

ABSTRAK

Nama : Dewi Permatasari

Program Studi : Kimia

Judul : Pengembangan Reaktor Fotoelektrokatalisis *Rotating Drum*

Menggunakan Ti/TiO₂ Hasil Oksidasi Termal Untuk

Mendegradasi Zat Warna *Congo Red* dalam Air

Telah dilakukan preparasi lapisan tipis TiO₂ di atas plat Ti dengan metode oksidasi termal pada suhu yang kondusif untuk pembentukan fasa anatase, yaitu 300° C dan 400° C. Uji aktifitas fotoelektrokatalisis menggunakan metode *Linier Sweep Voltammetry* (LSV) menunjukkan bahwa lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi pada suhu 400° C selama 48 jam memiliki respon arus cahaya tertinggi. Lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi pada suhu 400° C selama 48 jam kemudian dibandingkan aktifitas fotoelektrokatalisisnya dalam mendegradasi zat warna *congo red* menggunakan reaktor fotoelektrokatalisis sistem *batch*, dengan lapisan tipis TiO₂ rutil yang dipreparasi pada suhu 650° C selama 2 jam. Pengaruh beberapa parameter seperti bias potensial, konsentrasi awal, dan pH dipelajari untuk menentukan kondisi optimum. Kondisi optimum dicapai dengan menggunakan bias potensial +1 V vs Ag/AgCl, konsentrasi awal *congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M, dan pada pH alami yaitu 5,3. Pada kondisi optimum, lapisan tipis TiO₂ rutil yang dipreparasi pada suhu 650° C selama 2 jam menunjukkan aktifitas fotoelektrokatalisis yang lebih tinggi dalam mendegradasi *congo red* selama 60 menit, yaitu mencapai 80,957% dibandingkan lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi pada suhu 400° C selama 48 jam, yang hanya mencapai 78,487 % . Lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi pada suhu 650° C selama 2 jam selanjutnya diaplikasikan pada reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum*. Pengaruh kecepatan putar *rotating drum* dipelajari. Hasil menunjukkan bahwa pada kecepatan putar 39 rpm, lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi pada suhu 650° C selama 2 jam menghasilkan aktifitas fotoelektrokatalisis tertingginya dalam mendegradasi *congo red* selama 60 menit, yaitu mencapai 63,618 %.

Kata Kunci : *congo red* , degradasi, fotoelektrokatalisis, TiO₂, *rotating drum*

xix + 82 hlm. : 27 gambar; 2 tabel; 8 lampiran

Daftar Pustaka: 26 (1992-2011)

ABSTRACT

Name : Dewi Permatasari

Program Study: Chemistry

Title : Development of Rotating Drum Photoelectrocatalytic Reactor
Employing Ti/TiO₂ Prepared by Thermal Oxidation to Degrade the
Congo Red in Aqueous Solution.

Preparation a thin film of TiO₂ on Ti plate with thermal oxidation method at temperatures that is conducive to the formation of anatase phase, 300°C and 400° C, has been done. Photoelectrocatalytic activity test using Linear Sweep Voltammetry (LSV) shows that a thin film of TiO₂, prepared at 400° C for 48 hours has the highest photocurrent response. Photoelectrocatalytic activity to degrade congo red using a batch reactor system, of thin film of TiO₂, prepared at 400° C for 48 hours compared with a thin film of TiO₂ rutile, prepared at 650° C for 2 hours. The influence of several parameters such as applied potential, initial concentration, and pH has been studied to determine the optimum conditions. The optimum condition is achieved by using applied potential + 1 V vs Ag/AgCl, initial concentration of 10 ppm Congo Red in NaNO₃ 0,1 M, and at natural pH 5,3. At optimum conditions, a thin film of TiO₂ rutile that prepared at 650° C for 2 hours shows a higher photoelectrocatalytic activity to degrade Congo Red for 60 minutes, reaching 80,957 %, compared with thin film of TiO₂, prepared at 400° C for 48 hours, only reaching 78,487 %. Thin film of TiO₂ that is prepared at 650° C for 2 hours then is applied to the rotating drum photoelectrocatalytic reactor. The effect of rotating speed has been studied. The results show that at 39 rpm rotating speed, a thin film of TiO₂ that is prepared at 650°C for 2 hours produces the highest photoelectrocatalytic activity to degrade Congo Red for 60 minutes, reaching 63,618 %.

Key Words : Congo Red, degrade, photoelectrocatalytic, TiO₂, rotating drum

xix + 82 page. : 27 picture; 2 table; 8 attachment.

Bibliography : 26 (1992-2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xvii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xviii
BAB 1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Fotokatalisis.....	5
2.2 Semikonduktor.....	5
2.3 Semikonduktor TiO ₂	6
2.4 Mekanisme Fotokatalisis pada Semikonduktor TiO ₂	7

2.5	Fotoelektrokatalisis.....	8
2.6	Preparasi Lapisan Tipis TiO ₂	9
2.7	<i>Congo Red</i>	10
2.8	Penentuan Nilai Tetapan Laju Degradasi <i>Congo Red</i>	10

BAB 3. METODE PENELITIAN.....13

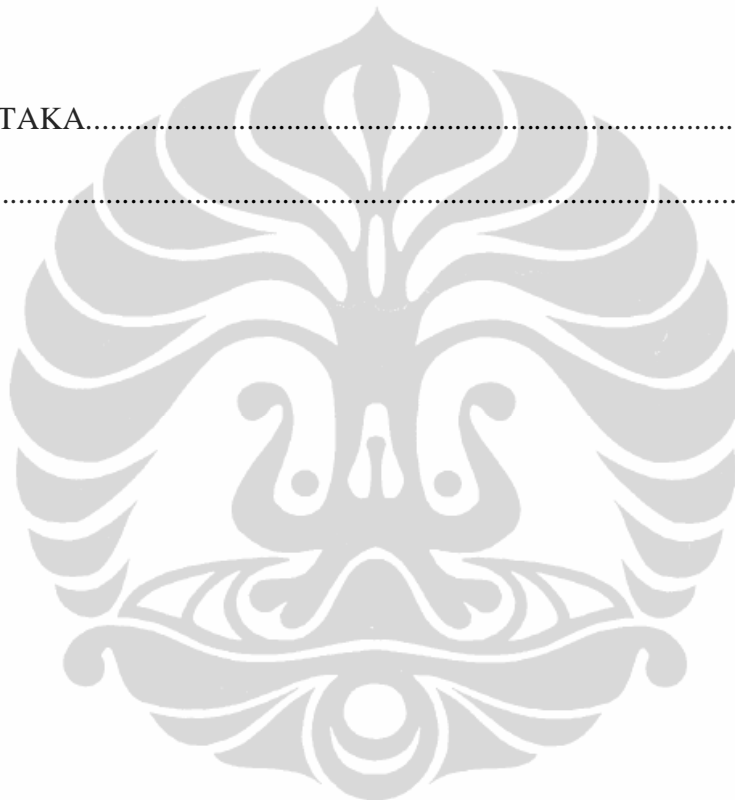
3.1	Alat dan Bahan Penelitian.....	13
3.1.1	Alat.....	13
3.1.2	Bahan.....	13
3.2	Prosedur Kerja.....	13
3.2.1	Persiapan Plat Titanium.....	13
3.2.2	Preparasi Ti/TiO ₂	14
3.2.3	Karakterisasi Lapisan TiO ₂	14
3.2.4	Perbandingan Uji Fotoelektrokatalisis TiO ₂ dalam Mendegradasi CongoRed Menggunakan Reaktor Sistem <i>Batch</i> dengan berbagai variasi Perlakuan.....	14
3.2.4.1	Pembuatan Larutan Standar <i>Congo Red</i>	14
3.2.4.2	Pengujian Aktifitas Fotoelektrokatalisis.....	15
3.2.5	Aplikasi Elektroda Ti/TiO ₂ Optimum Hasil Preparasi dalam Reaktor Fotoelektrokatalisis <i>Rotating Drum</i>	16

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....17

4.1	Karakterisasi Lapisan Tipis TiO ₂	17
-----	----------------------------------------------------	----

4.1.1	Hasil Karakterisasi Secara Visual.....	17
4.1.2	Karakterisasi dengan Spektrofotometer DR UV-Vis.....	18
4.1.3	Uji Aktifitas Fotoelektrokatalisis Elektroda Ti/TiO ₂ Hasil Preparasi dengan Metode LSV.....	23
4.1.4	Hasil Karakterisasi dengan XRD.....	26
4.1.5	Hasil Karakterisasi dengan SEM-EDX.....	27
4.2	Perbandingan Uji Fotoelektrokatalisis Ti/TiO ₂ dalam Mendegradasi Zat Warna <i>Congo Red</i> Menggunakan Reaktor Fotoelektrokatalisis Sistem <i>Batch</i> dengan Berbagai Variasi Perlakuan.....	29
4.2.1	Variasi Bias Potensial.....	30
4.2.2	Variasi Konsentrasi Awal.....	31
4.2.3	Variasi pH.....	33
4.2.4	Penentuan Nilai Tetapan Laju Degradasi Congo Red dengan Metode Langmuir-Hinshelwood.....	34
4.2.5	Evaluasi Proses Fotolisis, Fotokatalisis, Elektrolisis, dan Fotoelektrokatalisis.....	35
4.2.6	Perbandingan Aktifitas Fotoelektrokatalisis pada Ti/TiO ₂ Hasil Preparasi.....	37
4.3	Aplikasi Elektroda Ti/TiO ₂ dalam Reaktor Fotoelektrokatalisis <i>Rotating Drum</i>	37
4.3.1	Pengaruh Kecepatan Putar Rotating Drum terhadap Degradasi Zat Warna <i>Congo Red</i>	38
4.3.2	Evaluasi Proses Fotolisis, Fotokatalisis, dan Fotoelektrokatalisis	

dalam Mendegradasi Zat Warna <i>Congo Red</i> pada Reaktor Fotoelektrokatalisis <i>Rotating Drum</i>	40
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	43
5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA.....	45
LAMPIRAN.....	48



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Diagram celah energi dari isolator, semikonduktor, dan konduktor.....	5
Gambar 2.2.	Struktur kristal TiO ₂	6
Gambar 2.3.	Diagram celah energi (pembentukan <i>hole</i> (h ⁺) dan elektron (e ⁻) ketika iradiasi UV pada permukaan semikonduktor.....	7
Gambar 2.4.	Gambaran proses fotoelektrokatalisis.....	8
Gambar 2.5.	Struktur molekul <i>Congo Red</i>	10
Gambar 3.1.	Rangkaian reaktor fotoelektrokatalisis sistem <i>batch</i>	15
Gambar 3.2.	Reaktor fotoelektrokatalisis <i>rotating drum</i>	16
Gambar 4.1.	(a) Keadaan awal permukaan plat Ti.....	18
	Lapisan tipis TiO ₂ yang dibuat dengan metode oksidasi termal pada suhu :	
	(b) 300° C.....	18
	(c) 400° C.....	18
	(d) 650° C.....	18
Gambar 4.2.	Spektra DRS UV-Vis film tipis Ti/TiO ₂ pada suhu oksidasi termal 300° C.....	19
Gambar 4.3.	Spektra DRS UV-Vis film tipis Ti/TiO ₂ pada suhu oksidasi termal 400° C.....	20
Gambar 4.4.	Spektra DRS UV-Vis film tipis Ti/TiO ₂ pada suhu oksidasi termal 650° C.....	21

Gambar 4.5.	Voltamogram Ti/TiO ₂ tanpa dan dengan iradiasi sinar tampak.....	22
Gambar 4.6.	Rangkaian sel yang digunakan pada uji fotoelektrokatalisis sistem <i>batch</i>	23
Gambar 4.7.	Voltamogram Ti/TiO ₂ tanpa dan dengan iradiasi sinar UV.....	24
Gambar 4.8.	Voltamogram Ti/TiO ₂ dalam :	
	(a) Larutan NaNO ₃ 0,1 M.....	26
	(b) <i>Congo Red</i> 10 ppm dalam NaNO ₃ 0,1 M.....	26
Gambar 4.9.	Difraktogram Ti/TiO ₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam.....	27
Gambar 4.10.	(a) Foto SEM permukaan plat Ti.....	28
	(b) Foto SEM permukaan plat Ti yang dipanaskan pada suhu 400° C selama 48 jam (Ti/TiO ₂).....	28
	(c) Spektra EDX permukaan plat Ti.....	28
	(d) Spektra EDX permukaan plat Ti yang dipanaskan pada suhu 400°C selama 48 jam (Ti/TiO ₂).....	28
Gambar 4.11.	Voltamogram Ti/TiO ₂ pada saat iradiasi sinar UV :	
	(a) dalam larutan NaNO ₃ 0,1 M.....	29
	(b) dalam <i>Congo Red</i> 10 ppm dalam NaNO ₃ 0,1 M.....	29
Gambar 4.12.	Presentase degradasi dan perubahan warna <i>congo red</i> secara fotoelektrokatalisis dengan variasi bias potensial pada :	
	(a) Ti/TiO ₂ (400° C/48 jam).....	31
	(b) Ti/TiO ₂ (650° C/2 jam).....	31

Gambar 4.13. Presentase degradasi *congo red* secara fotoelektrokatalisis dengan variasi konsentrasi awal pada :

(a) Ti/TiO ₂ (400° C/48 jam).....	31
(b) Ti/TiO ₂ (650° C/2 jam).....	31

dan perubahan warna yang terjadi pada penggunaan konsentrasi awal sebesar :

(c) 5 ppm.....	32
(d) 10 ppm.....	32
(e) 15 ppm.....	32

Gambar 4.14. Presentase degradasi *congo red* secara fotoelektrokatalisis dengan variasi pH pada :

(a) Ti/TiO ₂ (400° C/48 jam).....	34
(b) Ti/TiO ₂ (650° C/2 jam).....	34

dan perubahan warna yang terjadi pada penggunaan pH sebesar :

(c) 3,9	34
(d) 5,3.....	34
(e) 7,3.....	34

Gambar 4.15. Presentase degradasi *congo red* dengan variasi kondisi perlakuan pada :

(a) Ti/TiO ₂ (400° C/48 jam).....	36
(b) Ti/TiO ₂ (650° C/2 jam).....	36

dan perubahan warna yang terjadi pada proses

(c) Awal.....	36
---------------	----

(d) Fotolisis.....	36
(e) Fotokatalisis dengan Ti/TiO ₂ (400° C/48 jam).....	36
(f) Fotokatalisis dengan Ti/TiO ₂ (650° C/2 jam).....	36
(g) Elektrolisis.....	36
(h) Fotoelektrokatalisis dengan Ti/TiO ₂ (400° C/48 jam).....	36
(i) Fotoelektrokatalisis dengan Ti/TiO ₂ (650° C/2 jam).....	36
Gambar 4.16. (a) Plat Ti.....	37
(b) PlatTi yang sudah ditumbuhkan TiO ₂ diatasnya dengan metode oksidasi termal pada suhu 650° C/2 jam.....	37
Gambar 4.17. Gambaran fisik reaktor fotoelektrokatalisis <i>rotating drum</i>	38
Gambar 4.18. Presentase degradasi <i>congo red</i> dengan variasi kecepatan putar <i>rotating drum</i>	39
Gambar 4.19. Presentase degradasi <i>congo red</i> dengan variasi kondisi perlakuan....	40
Gambar 4.20. Spektrum absorpsi degradasi <i>congo red</i> 10 ppm dalam NaNO ₃ 0,1 M secara :	
(a) fotolisis.....	41
(b) fotokatalisis.....	41
(c) fotoelektrokatalisis.....	41

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1.	Kadar unsur-unsur.....	28
Tabel 4.2.	Nilai tetapan laju degradasi <i>congo red</i> untuk setiap variasi perlakuan menggunakan metode Langmuir-Hinshelwood.....	35



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran I	Diagram Alir Penelitian.....	48
Lampiran II	Perhitungan Nilai Energi Celah TiO ₂ Hasil Preparasi.....	49
	Ekstrapolasi Daerah Linier.....	50
Lampiran III	Data XRD Untuk TiO ₂ Hasil Preparasi dengan Metode Oksidasi Termal pada suhu 400° C selama 48 jam.....	54
Lampiran IV	Data SEM-EDX.....	57
Lampiran V	Data Konsentrasi dan Absorbansi Larutan Standar <i>Congo Red</i> dalam NaNO ₃ 0,1 M.....	65
	Kurva Larutan Standar <i>Congo Red</i> dalam NaNO ₃ 0,1 M.....	65
Lampiran VI	Data Konsentrasi dan Absorbansi Congo Red saat Uji Aktifitas Fotoelektrokatalisis pada Sistem <i>Batch</i> dengan Berbagai Variasi Perlakuan.....	66
	Variasi Bias Potensial.....	66
	Variasi Konsentrasi Awal.....	68
	Variasi pH.....	70
	Data Konsentrasi dan Absorbansi Larutan Standar <i>Congo Red</i> dalam NaNO ₃ 0,1 M (pH = 3,9).....	70
	Kurva Larutan Standar <i>Congo Red</i> dalam NaNO ₃ 0,1 M pada pH = 3,9.....	70
	Data Konsentrasi dan Absorbansi Larutan Standar <i>Congo Red</i> dalam	

NaNO ₃ 0,1 M (pH = 7,3).....	71
Kurva Larutan Standar <i>Congo Red</i> dalam NaNO ₃ 0,1 M pada pH = 7,3.....	72
Katalisis.....	73
Fotolisis.....	74
Fotokatalisis.....	74
Elektrolisis.....	75
Fotoelektrokatalisis.....	76
Lampiran VII Data Konsentrasi dan Absorbansi <i>Congo Red</i> saat Uji Aktifitas Fotoelektrokatalisis Menggunakan Reaktor Fotoelektrokatalisis <i>Rotating Drum</i> dengan Variasi Kecepatan Putar.....	77
Perubahan Warna yang Terjadi Selama Proses Degradasi.....	78
Fotolisis.....	80
Fotokatalisis.....	80
Fotoelektrokatalisis.....	81
Perubahan Warna yang Terjadi Selama Proses Degradasi Secara Fotolisis, Fotokatalisis, dan Fotoelektrokatalisis.....	81
Lampiran VIII Gambaran fisik Reaktor Fotoelektrokatalisis <i>Rotating Drum</i>	82

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Keberadaan limbah air berwarna yang dihasilkan oleh industri tekstil merupakan ancaman bagi ekosistem perairan. Hal ini dikarenakan limbah tersebut memiliki kandungan kimiawi spesi aromatik yang bersifat toksik dan karsinogenik¹. Salah satu zat warna tekstil yang berbahaya adalah *congo red*. Di lingkungan, senyawa *congo red* sebenarnya dapat mengalami fotodegradasi secara alami oleh adanya cahaya matahari, namun reaksi ini berlangsung lambat karena intensitas cahaya UV yang sampai ke permukaan bumi relatif lebih rendah sehingga akumulasi *congo red* ke dasar perairan atau tanah lebih cepat dari proses fotodegradasinya. Untuk meminimalisir dampak pencemaran *congo red* terhadap lingkungan, proses fotokatalisis heterogen digunakan sebagai salah satu upaya untuk mengatasi permasalahan ini. Dalam prosesnya, semikonduktor yang diaktifasi oleh sinar ultraviolet digunakan sebagai katalis untuk mendegradasi senyawa organik. TiO₂ merupakan salah satu semikonduktor yang telah digunakan secara luas dalam proses fotokatalisis. Hal ini dikarenakan TiO₂ bersifat inert secara kimia dan biologi, non toksik, stabil terhadap fotokorosi dan fotokimia, memiliki celah energi (E_g) 3,0 ~ 3,2 eV sehingga dapat diaktifkan dengan sinar UV, mempunyai daya oksidasi tinggi (2,8 V vs NHE, pada pH=1) sehingga mampu menguraikan secara total senyawa-senyawa organik dalam air maupun udara tercemar, dan tidak mahal.

Proses fotokatalisis mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan dengan proses biologi atau oksidasi kimia lainnya. Pertama reaksi fotokatalisis tidak spesifik, sehingga mampu digunakan untuk mendestruksi senyawa-senyawa organik dalam lingkup yang luas seperti alkana, alkena, alkohol, fenol, asam karboksilat, alkana dan alkena terhalogenasi, senyawa-senyawa aromatik, zat warna, surfaktan hingga *polychlorinated benzenes* (PCB's) dan pestisida. Kedua, daya oksidasi proses ini sangat kuat sehingga seringkali mampu mendegradasi senyawa organik hingga

tingkat mineralisasi. Ketiga, proses ini mampu mendegradasi senyawa toksik yang tidak dapat didegradasi dengan proses biologi. Keempat, proses ini biasa digunakan baik untuk fase cair, untuk pengolahan air limbah atau untuk pemurnian air maupun fase gas, misalnya untuk emisi *volatile organic compound* (VOC). Kelima, proses ini dapat memanfaatkan sinar matahari sebagai sumber sinar ultraviolet sehingga dapat mengurangi biaya operasional^{2,3}.

Pada proses fotokatalisis, ketika semikonduktor TiO₂ mengabsorpsi sinar UV ($\lambda \leq 380$ nm) yang berenergi sama atau lebih besar dari energi celah pita, maka akan terjadi pemisahan muatan atau fotoeksitasi dalam molekul TiO₂. Elektron (e⁻) akan tereksitasi ke pita konduksi meninggalkan lubang (*hole*) positif (h⁺) pada pita valensi. Elektron-elektron dan *hole* ini dapat menginisiasi reaksi redoks pada permukaan katalis semikonduktor atau dapat mengalami rekombinasi. Sebanyak 90% dari elektron yang tereksitasi ke pita konduksi akan segera berekombinasi dengan *hole* dalam waktu nanosekon. Rekombinasi adalah proses kembalinya elektron ke keadaan awal, bergabung kembali dengan *hole* dan melepaskan energi foton terabsorpsi sebagai panas. Hal ini menyebabkan *hole* dan elektron yang terbentuk tidak saling bereaksi dengan spesi lain⁴.

Rekombinasi dapat menyebabkan penurunan efisiensi dalam aktivitas fotokatalisis. Untuk menghindari proses rekombinasi dilakukan proses pemisahan antara elektron dan *hole* yang terbentuk dengan cara mengalirkan elektron yang terbentuk ke sirkuit luar. Cara ini merupakan kombinasi dari dua proses yaitu fotokatalisis dan elektrokimia, yang kemudian dikenal dengan sebutan fotoelektrokatalisis.

Ada beberapa jenis reaktor yang dapat digunakan dalam mempelajari fotokatalisis. Pemilihan reaktor tergantung dari kondisi percobaan dan aplikasinya. Secara singkat, reaktor diklasifikasikan menjadi dua jenis berdasarkan bentuk katalisnya, yaitu reaktor yang menggunakan katalis dalam bentuk suspensi dan reaktor yang menggunakan katalis dalam bentuk lapisan tipis⁴. Penggunaan TiO₂ dalam bentuk suspensi, dengan partikel yang sangat halus, menghasilkan proses katalisis yang tidak dibatasi oleh transfer massa karena jarak difusi maksimum

molekul organik dengan permukaan katalis sangat kecil. Namun, penggunaan TiO_2 dalam bentuk suspensi dalam aplikasi reaktor untuk skala besar memiliki kelemahan-kelemahan, yaitu proses pemisahan partikel TiO_2 dari larutan setelah dipakai memerlukan waktu yang lama dan biaya yang sangat mahal, dan daya tembus UV yang terbatas karena absorpsi yang kuat oleh TiO_2 dan senyawa organik terlarut. Penggunaan TiO_2 dalam bentuk lapisan tipis dapat mengatasi kelemahan dalam bentuk suspensi, yaitu dalam hal pemisahan partikel katalis yang lebih mudah sehingga dapat digunakan dalam sistem kontinu, dan intensitas sinar UV yang sampai ke permukaan katalis akan lebih besar dibanding jika sinar tersebut harus melewati larutan bulk. Namun, penggunaan TiO_2 dalam bentuk lapisan tipis juga memiliki kelemahan, yaitu keterbatasan proses transfer massa⁵.

Dalam penelitian ini, lapisan tipis TiO_2 dibuat dengan metode oksidasi termal, yang selanjutnya akan digunakan sebagai elektroda (anoda) dalam proses fotoelektrokatalisis. Pengembangan sistem reaktor fotoelektrokatalisis berbentuk *rotating drum* diharapkan dapat meningkatkan efisiensi proses fotokatalisis yang terjadi dan mengatasi permasalahan keterbatasan proses transfer massa yang terjadi pada TiO_2 lapis tipis.

1.2 Perumusan Masalah

1. Apakah aktifitas fotoelektrokatalisis lapisan tipis TiO_2 optimum hasil preparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu rendah (anatase) lebih tinggi dibandingkan lapisan tipis TiO_2 hasil preparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu tinggi (rutile), dalam mendegradasi zat warna *congo red* pada berbagai variasi perlakuan ?
2. Bagaimana pengaruh parameter kecepatan putar pada reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum* dalam mendegradasi zat warna *congo red* ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini:

1. Membuat lapisan tipis TiO_2 di atas logam Ti dengan metode oksidasi termal, pada suhu yang kondusif untuk pembentukan fasa anatase.
2. Membandingkan aktifitas fotoelektrokatalisis lapisan tipis TiO_2 hasil preparasi pada suhu rendah (anatase) dengan TiO_2 hasil preparasi pada suhu tinggi (rutile), dengan berbagai variasi perlakuan : bias potensial, konsentrasi awal, dan pH menggunakan reaktor fotoelektrokatalisis sistem *batch*.
3. Mengaplikasikan lapisan tipis TiO_2 hasil preparasi (aktifitas fotoelektrokatalisis tertinggi pada sistem *batch*) dalam reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum*.
4. Mempelajari pengaruh kecepatan putar pada reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum* menggunakan zat warna *congo red* sebagai senyawa organik yang akan didegradasi.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotokatalisis

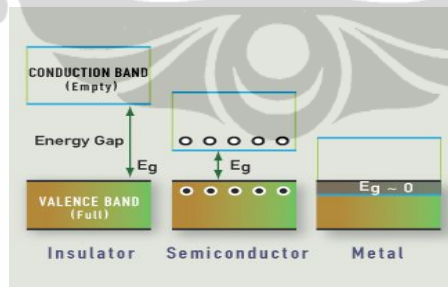
Fotokatalisis adalah reaksi katalisis yang melibatkan absorpsi cahaya oleh katalis atau substrat tertentu. Secara umum, proses fotokatalisis terbagi menjadi dua : fotokatalisis homogen dan fotokatalisis heterogen.

Pada fotokatalisis homogen, medium reaktan dan katalis berada dalam fasa yang sama, dan umumnya berupa oksidator seperti H_2O_2 dan O_3 . Interaksi antara foton dengan spesi pengabsorpsi, substrat (kontaminan) dan cahaya akan menyebabkan terjadinya modifikasi (perubahan substrat).

Pada fotokatalisis heterogen, medium reaktan dan katalis tidak dalam fasa yang sama, umumnya dilakukan dengan bantuan semikonduktor sebagai katalis, seperti TiO_2 , ZnO , dan CdS . Iradiasi padatan semikonduktor yang stabil untuk menstimulasi reaksi antarfasa permukaan padat atau larutan.

2.2 Semikonduktor

Ikatan dan distribusi elektron pada material padatan sering dideskripsikan melalui teori pita.



Gambar 2.1. Diagram celah energi dari isolator, semikonduktor, dan konduktor.⁶

Semikonduktor merupakan suatu bahan yang mempunyai sifat diantara isolator dan konduktor. Semikonduktor mempunyai pita valensi yang terisi penuh dan pita konduksi yang kosong, serta energi celah (E_g) antara 0,5 eV – 5 eV. Pada suhu mutlak 0 Kelvin, tidak ada elektron valensi yang keluar ke pita konduksi sehingga pada suhu ini bahan semikonduktor merupakan isolator yang baik. Jika

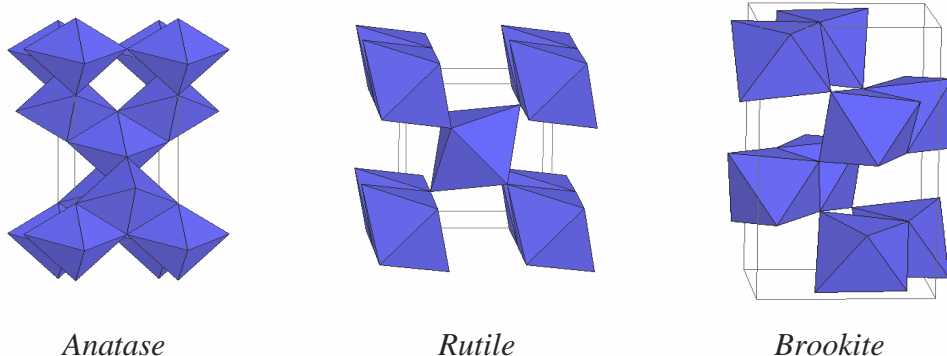
bahan tersebut menerima energi foton dengan energi yang sesuai ($\geq E_g$), maka elektron pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi. Elektron yang telah berada pada pita konduksi dapat bergerak bebas, sehingga bahan tersebut dapat menghantar arus listrik.

Eksitasi elektron pada bahan semikonduktor menyebabkan timbulnya lubang elektron (*hole*) yang bermuatan positif. Elektron-elektron dan *hole* ini dapat menginisiasi reaksi redoks pada permukaan katalis semikonduktor atau dapat mengalami rekombinasi.

2.3 Semikonduktor TiO₂

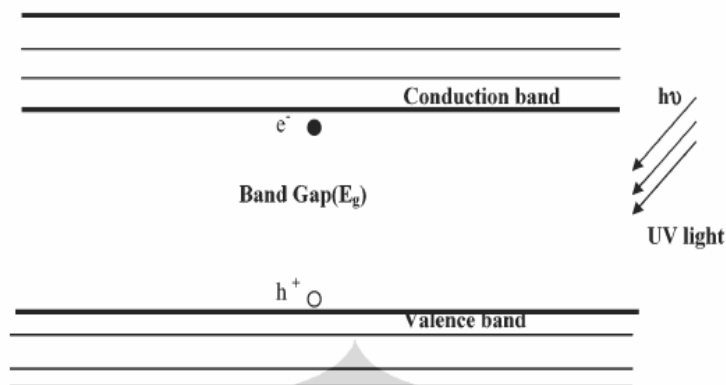
TiO₂ merupakan semikonduktor yang bersifat inert secara kimia dan biologi, non toksik, stabil terhadap fotokorosi dan fotokimia, memiliki celah energi (E_g) 3,0 ~ 3,2 eV sehingga dapat diaktifkan dengan sinar UV, mempunyai daya oksidasi tinggi (2,8 V vs NHE, pada pH=1) sehingga mampu menguraikan secara total senyawa-senyawa organik dalam air maupun udara tercemar, dan tidak mahal.

TiO₂ merupakan padatan ionik yang tersusun atas ion Ti⁴⁺ dan O²⁻ dalam konfigurasi oktahedron. TiO₂ memiliki tiga jenis struktur kristal, yaitu *anatase*, *rutile*, dan *brookite*. Dari ketiga jenis struktur kristal tersebut, struktur kristal TiO₂ *anatase* paling sering digunakan dalam reaksi fotokatalisis. Hal ini disebabkan karena luas permukaannya lebih besar dibandingkan *rutile*, sedangkan *brookite* merupakan kristal yang tidak stabil dan sulit dipreparasi.



Gambar 2.2. Struktur kristal TiO₂.⁷

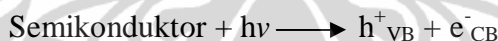
2.4 Mekanisme Fotokatalisis pada Semikonduktor TiO₂



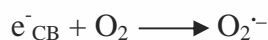
Gambar 2.3. Diagram celah energi (pembentukan *hole* (h^+) dan elektron (e^-) ketika iradiasi UV pada permukaan semikonduktor).⁸

TiO₂ merupakan suatu fotokatalis yang mampu menyerap foton pada daerah UV. Mekanisme fotokatalisis yang terjadi pada semikonduktor TiO₂ :

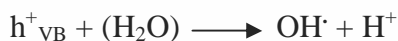
- Semikonduktor menyerap energi yang setara atau lebih besar dari celah energinya ($\geq E_g$).
- Akan terjadi eksitasi elektron pada pita valensi ke pita konduksi, dan akan menyebabkan timbulnya lubang elektron (*hole*) yang bermuatan positif.



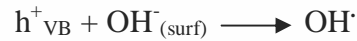
- Elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi dapat mengalami beberapa reaksi:
 - Berkompetisi dan berdifusi ke permukaan semikonduktor
 - Jika terdapat akseptor elektron seperti oksigen pada permukaan semikonduktor, maka elektron pada pita konduksi akan mereduksinya membentuk spesi oksigen yang reaktif.



- Jika terdapat donor elektron seperti ion hidroksil dan molekul air (OH^- atau H_2O) pada permukaan semikonduktor, maka *hole* (h^+) pada pita valensi akan mengoksidasinya membentuk radikal hidroksil.

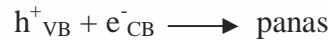


Universitas Indonesia



- Rekombinasi

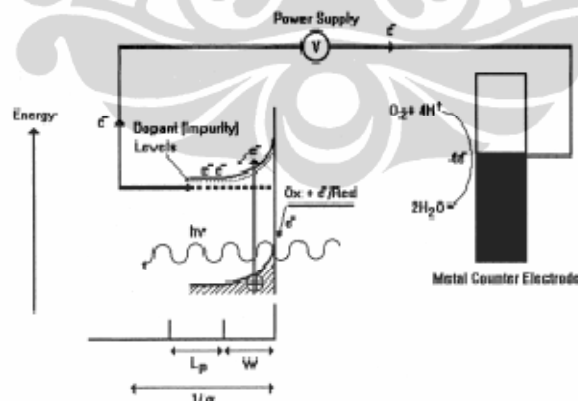
Elektron dan *hole* yang terbentuk tidak saling bereaksi dengan spesi lain tetapi bergabung kembali ke keadaan awal dan melepaskan energi foton terabsorpsi sebagai panas..



Reaksi degradasi fotokatalisis senyawa organik dapat terjadi langsung oleh *hole* maupun secara tidak langsung oleh radikal hidroksil. Radikal hidroksil (OH^\cdot) merupakan oksidator yang cukup kuat dan mendegradasi senyawa-senyawa organik menjadi CO_2 , H_2O , NH_3 , dan ion-ion halida bagi senyawa dengan kandungan atom-atom halida.

2.5 Fotoelektrokatalisis

Fotoelektrokatalisis adalah proses reaksi katalisis dengan bantuan foton dan tegangan elektron. Mekanisme fotoelektrokatalisis mirip dengan mekanisme fotokatalisis biasa, namun terdapat penambahan variabel elektrik (tegangan) sehingga dapat digunakan untuk mengamati hubungan reaksi fotokatalitik dengan arus cahaya yang timbul.



Gambar 2.4. Gambaran proses fotoelektrokatalisis. Proses yang terjadi pada iradiasi semikonduktor tipe-n yang dicelupkan ke dalam air dan dibawah pengaruh tegangan positif.⁹

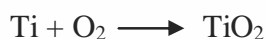
Adanya tegangan bias potensial positif yang diberikan ketika semikonduktor tipe-n dicelupkan pada larutan, menyebabkan tingkat energi ferminya berkurang dan

menghasilkan pembentukan medan listrik pada *interface* antara semikonduktor dan larutan elektrolit pada daerah yang disebut lapisan deplesi, dengan ketebalan W . Pasangan elektron-*hole* yang dihasilkan pada daerah lapisan deplesi akan terpisah dan tidak mengalami rekombinasi. Elektron fotogenerasi akan bergerak ke bulk semikonduktor, dimana elektron ini dapat dialihkan atau dialirkan ke *counter electrode* melalui rangkaian eksternal. Selanjutnya elektron-elektron yang melewati rangkaian sel dapat ditentukan rapat arusnya dengan amperometer. Arus yang dihasilkan oleh proses ini disebut *photocurrent*. Sementara itu, *hole* fotogenerasi (h^+) yang dihasilkan oleh cahaya disekitar lapisan deplesi akan dipercepat bergerak ke permukaan. Setiap h^+ yang dihasilkan di dalam daerah dengan jarak (L_p+W) dari permukaan, dimana L_p adalah jarak rata-rata dimana h^+ akan bergerak bebas sebelum berekombinasi di dalam semikonduktor, akan berdifusi ke ujung lapisan deplesi dan dipindahkan dengan cepat ke permukaan. Oleh karena itu, jelas bahwa medan listrik secara signifikan meningkatkan pemisahan muatan, dan meningkatkan efisiensi pembentukan radikal hidroksil, suatu fenomena yang dinamakan *Electric Field Enhancement Effect* (efek peningkatan akibat medan listrik)⁹.

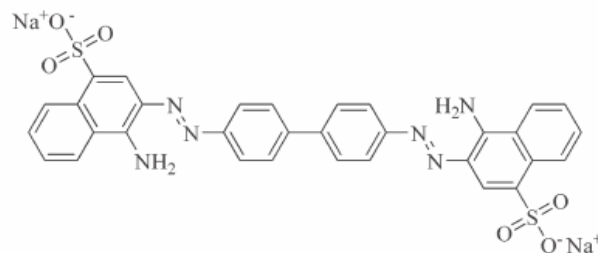
2.6 Preparasi Lapisan Tipis TiO₂

Pembuatan lapisan tipis TiO₂ dilakukan dengan metode oksidasi termal. Lapisan tipis TiO₂ ditumbuhkan di atas logam Ti dengan mengoksidasinya secara langsung. Melalui metode ini, akan dihasilkan film yang memiliki daya rekat yang kuat terhadap penyangga¹⁰.

Ketika logam titanium terkena udara pada suhu kamar, secara termodinamika, sebuah film oksida pasif dapat terbentuk di permukaannya. Oksidasi pada suhu tinggi mendorong perkembangan film oksida kristalin. Meningkatnya suhu menginduksi pembentukan lapisan oksida yang lebih tebal, yang disertai proses difusi oksigen di bawahnya.



2.7 Congo Red



Gambar 2.5. Struktur molekul *Congo Red*¹¹

Senyawa *Congo Red* merupakan garam yang larut dalam air dan disebut dengan nama asam benzidin diazo-bis-1-naftilamin-4-sulfat. *Congo Red* digunakan sebagai indikator pada daerah pH : 3,0 – 5,0 dengan warna biru – merah. Senyawa ini akan menjadi biru dengan penambahan asam dan menjadi merah dengan penambahan basa.¹²

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 Red 28* yang merupakan turunan senyawa diazo yang disintesis pada 1884 oleh Boetitiger.¹³

Beberapa sifat karakteristik zat warna *Congo Red*¹⁴ :

1. Rumus molekul : $C_{32}H_{22}N_6Na_2C_6S_2$
2. Berat Molekul (BM) : 696,86 g/mol
3. Berat jenis : $\approx 1,0$ g/cm³
4. Warna bubuk : Coklat Kemerahan (bubuk) dan merah gelap (larutan)
5. Kelarutan : mudah larut dalam air

2.8 Penentuan Nilai Tetapan Laju Degradasi *Congo red*¹⁴

Penentuan nilai tetapan laju degradasi *congo red* dilakukan melalui metode Langmuir-Hinshelwood. Model Langmuir-Hinshelwood pada degradasi *congo red* dapat dituliskan sebagai berikut¹⁴ :

$$-\frac{d[\text{Red}]}{dt} = k_d \times \frac{K\gamma C_{\text{oks}}}{1 + K\gamma C_{\text{oks}}} \times \frac{K\gamma C_{\text{red}}}{1 + K\gamma C_{\text{red}}}$$

Dimana, Red = spesi reduktor

Oks = spesi oksidator

γ = aktifitas

K = Koefisien Langmuir

k_d = konstanta laju reaksi

Persamaan diatas dapat disederhanakan dengan asumsi bahwa konsentrasi spesi oksidator (C_{oks}), dalam hal ini O_2 , dianggap konstan, menyebabkan suku kedua sisi sebelah kanan persamaan menjadi konstan dan dapat dimasukkan ke dalam suku pertama, k' , dan persamaan berubah menjadi :

$$-\frac{d[\text{Red}]}{dt} = k' \times \frac{K\gamma C_{\text{red}}}{1 + K\gamma C_{\text{red}}}$$

Dengan memasukkan nilai γ ke dalam koefisien Langmuir, persamaan menjadi,

$$-\frac{d[\text{Red}]}{dt} = \frac{k' K' C_{\text{red}}}{1 + K' C_{\text{red}}}$$

kemudian dapat disusun ulang menjadi :

$$\frac{1 + K' C_{\text{red}}}{K' C_{\text{red}}} d[\text{Red}] = -k' dt$$

Integrasi persamaan tersebut menghasilkan,

$$\frac{1}{K'} \ln C_t - \frac{1}{K'} \ln C_o + (C_t - C_o) = -k't$$

Persamaan ini disederhanakan menjadi,

$$\left(\frac{1}{K'} \ln C_t + C_t \right) = -k't + \left(\frac{1}{K'} \ln C_o + C_o \right)$$

Dengan asumsi bahwa adsorpsi isoterm Langmuir berlaku untuk reaksi di permukaan dan k' adalah konstanta reaksi orde satu, jika konsentrasi yang digunakan rendah, maka bentuk akhir dari persamaan tersebut dapat ditulis menjadi,

$$\ln\left(\frac{C_t}{C_0}\right) = -k't$$

yang merupakan suatu persamaan garis lurus dan menunjukkan kinetika reaksi orde pertama.



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan Penelitian

3.1.1 Alat

Pada penelitian ini alat-alat yang digunakan adalah kertas abrasif, krusibel, tanur (Nabertherm), spektrofotometer DR UV-Vis Shimadzu 2540, spektrofotometer UV-Vis Genesys-20, difraktometer sinar X (XRD) maxima 7000, *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive Xray* (SEM-EDX) JEOL JSM-6390, *stopwatch*, peralatan gelas, unit reaktor fotoelektrokatalisis sistem *batch* yang terdiri dari 2 buah lampu UV (masing-masing 11 watt), *magnetic stirrer*, elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi sebagai anoda, elektroda Pt sebagai katoda, dan elektroda pembanding Ag/AgCl; unit reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum* yang terdiri dari : kotak kayu, reaktor berbentuk *rotating drum*, 3 lampu *black light* (masing-masing 4 watt), motor penggerak 12 V, elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi sebagai anoda, elektroda Pt sebagai katoda, dan elektroda pembanding Ag/AgCl.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah HF, HNO₃, aquabides, NaNO₃, *congo red*. Material yang digunakan untuk membuat elektroda Ti/TiO₂ adalah plat Ti (*Commercial pure Titanium Grade 1*).

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Persiapan Plat Titanium

Plat titanium diampelas menggunakan kertas abrasif 1000 cc serta dicuci menggunakan detergen dan air. Untuk mendapatkan permukaan yang segar, plat direndam dalam campuran HF, HNO₃, dan H₂O (1:3:6 vol) selama 2 menit. Kemudian plat dibilas dengan aquabides, lalu dikeringkan. Ukuran plat titanium yang digunakan adalah 4 x 2 cm² (untuk sistem *batch*) dan 16 x 10 cm² (untuk sistem reaktor).

3.2.2 Preparasi Ti/TiO₂

Plat titanium yang telah dipersiapkan diambil dan dimasukkan ke dalam krusibel untuk kemudian dipanaskan dalam tanur selama 6, 12, 24, 48, dan 60 jam (pemanasan dilakukan setiap 6 jam) pada suhu 300°C dan 400°C untuk membuat TiO₂ pada suhu rendah (anatase). Pembuatan TiO₂ pada suhu tinggi (rutile) dilakukan dengan memanaskan plat Ti dalam tanur selama 2 jam pada suhu 650°C¹⁰.

3.2.3 Karakterisasi Lapisan TiO₂

Lapisan TiO₂ yang sudah terbentuk pada permukaan pelat titanium dikarakterisasi dengan menggunakan :

1. Difuse Reflectance UV-Vis Spektrofotometri, untuk mengetahui panjang gelombang serapan serta *bandgap* dari katalis.
2. Uji aktifitas fotoelektrokatalisis menggunakan metode LSV (Linier Sweep Voltammetry), dengan range potensial -1 sampai +2 V dan *scan rate* 50mV/s. Larutan yang digunakan adalah larutan elektrolit NaNO₃ 0,1 M dan larutan *congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M. Luas permukaan Ti/TiO₂ yang tercelup adalah 2x2 cm².
3. XRD, untuk menentukan struktur kristal dan ukuran partikel.
4. SEM EDX, untuk mengetahui komposisi lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi.

3.2.4 Perbandingan Aktifitas Fotoelektrokatalisis TiO₂ dalam Mendegradasi *Congo Red* Menggunakan Reaktor Sistem *Batch* dengan Berbagai Variasi Perlakuan

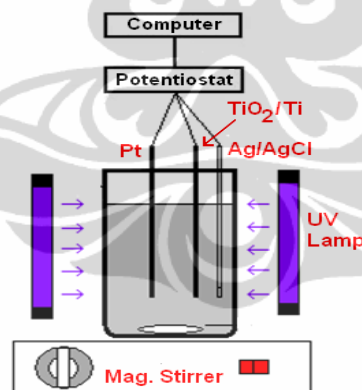
3.2.4.1 Pembuatan Larutan Standar *Congo Red*

Sebelum dilakukan pengujian aktifitas fotoelektrokatalisis dengan zat warna *Congo Red*, terlebih dahulu dibuat larutan standar zat warna *Congo Red* dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, dan 16 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M.

Dengan menimbang 8,5 gram NaNO_3 ($M_r \text{NaNO}_3 = 85 \text{ gr/mol}$) dan melarutkannya dalam 1000 mL aquabides, sehingga didapatkan larutan NaNO_3 0,1 M. Kemudian menimbang 1000 mg serbuk *Congo Red* dan melarutkannya ke dalam 1000 mL larutan NaNO_3 0,1 M hingga didapatkan larutan *Congo Red* dalam NaNO_3 0,1 M dengan konsentrasi 1000 ppm. Kemudian diencerkan dengan larutan NaNO_3 0,1 M hingga diperoleh larutan *Congo Red* dengan konsentrasi 100 ppm, kemudian diencerkan lagi menjadi 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, dan 16 ppm dalam NaNO_3 0,1 M.

3.2.4.2 Pengujian Aktifitas Fotoelektrokatalisis

Elektroda Ti/TiO_2 optimum hasil preparasi pada suhu rendah yang telah dikarakterisasi uji aktifitas fotoelektrokatalisisnya dengan metode LSV, kemudian digunakan untuk mendegradasi zat warna *congo red* dengan menggunakan metode *multi pulse amperometry*, dan dibandingkan aktifitasnya dengan elektroda Ti/TiO_2 rutil yang dipreparasi pada suhu 650°C selama 2 jam. Percobaan dilakukan menggunakan reaktor fotoelektrokatalisis sistem *batch* :



Gambar 3.1. Rangkaian reaktor fotoelektrokatalisis sistem *batch*¹⁰.

Larutan yang digunakan adalah *congo red* 10 ppm dalam NaNO_3 0,1 M dengan volume 14 mL. Percobaan dilakukan selama 1 jam dengan berbagai variasi perlakuan :

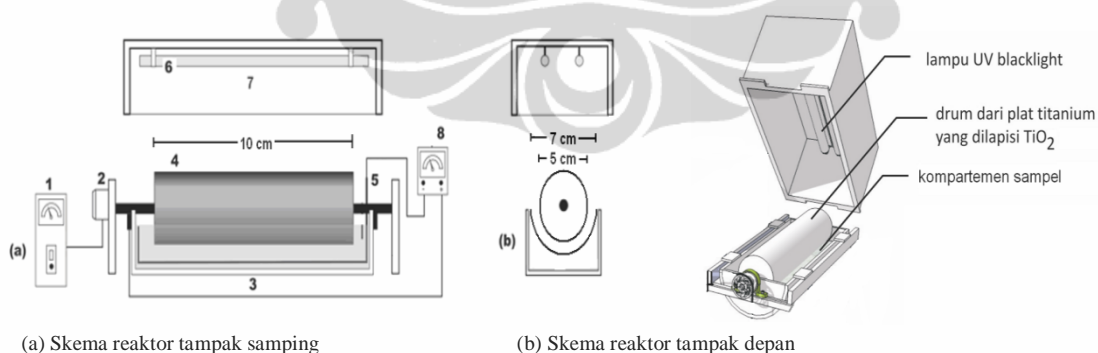
- bias potensial : 0 V; 0,5 V; dan 1 V
- konsentrasi awal larutan *congo red* : 5 ppm, 10 ppm, dan 15 ppm

- pH larutan : 3,9; 5,3; dan 7,3 (pH dari larutan zat warna disesuaikan dengan menambahkan HNO₃ atau NaOH dengan jumlah yang sesuai)

Untuk memonitor kinerja reaktor dilakukan pengambilan larutan sampel sebanyak 5 mL setiap 10 menit selama 1 jam dan dilakukan analisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Konsentrasi congo red dihitung melalui metode kurva kalibrasi. Elektroda yang memiliki aktifitas tertinggi selanjutnya digunakan dalam reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum*.

3.2.5 Aplikasi Elektroda Ti/TiO₂ Optimum Hasil Preparasi dalam Reaktor Fotoelektrokatalisis *Rotating Drum*

Larutan uji yang digunakan adalah larutan 125 mL congo red 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M dengan kondisi optimum hasil dari uji fotoelektrokatalisis pada reaktor sistem *batch*. Untuk memonitor kinerja reaktor dilakukan pengambilan larutan sampel sebanyak 5 mL setiap 10 menit selama 1 jam dan dilakukan analisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Konsentrasi congo red dihitung melalui metode kurva kalibrasi. Variasi perlakuan yang dilakukan dalam reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum* berupa variasi kecepatan putar : 30, 39, 50, dan 86 rpm, dengan intensitas sinar 12 watt.



- | | |
|---------------------------------------------------|--------------------|
| 1. Pengatur kecepatan putar | 5. Katoda Pt |
| 2. Motor | 6. Lampu UV |
| 3. Sel fotoelektrokatalisis | 7. Tutup reaktor |
| 4. Anoda <i>rotating drum</i> Ti/TiO ₂ | 8. DC Power Supply |

Gambar 3.2. Reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum*¹⁵.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Lapisan Tipis TiO₂

4.1.1 Hasil Karakterisasi Secara Visual

Pembuatan lapisan tipis TiO₂ pada permukaan plat titanium dengan metode oksidasi termal pada suhu yang tidak terlalu tinggi dalam lingkungan udara biasa dilakukan pada suhu 300° C dan 400° C dalam waktu 6, 12, 24, 48, dan 60 jam. Suhu oksidasi termal ditentukan pada 300° C dan 400° C dengan tujuan untuk menumbuhkan lapisan tipis TiO₂ anatase. Sebagai perbandingan, dilakukan juga pembuatan lapisan tipis TiO₂ rutile pada suhu 650° C selama 2 jam¹⁰.

Pemilihan suhu pemanasan pada 300° C dan 400° C, didasarkan pertimbangan studi pustaka yang mempelajari kinetika oksidasi dari titanium murni. Gemelli dan Camargo¹⁶ menyatakan bahwa transisi antara film pasif menjadi film kristal anatase mungkin terjadi di sekitar 275° C. Pada sekitar 444° C, rutile mulai tumbuh dan kemudian film oksida tersusun dari *sublayer* anatase dan rutile¹⁶.

Sebelumnya telah dilakukan penelitian mengenai pembuatan lapisan tipis TiO₂ pada permukaan plat titanium dengan metode oksidasi termal pada suhu tinggi dalam lingkungan udara biasa oleh Cholid Syahroni¹⁰. Berdasarkan penelitian tersebut, diketahui bahwa lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi pada suhu 650° C selama 2 jam menunjukkan aktifitas fotoelektrokatalisis tertinggi. Dari penelitian tersebut juga diketahui bahwa struktur kristal yang terbentuk adalah TiO₂ rutile, dan TiO₂ membentuk lapisan aglomerat kuboid yang berukuran 200 nm.

Sebelum dilakukan oksidasi termal, plat titanium terlebih dahulu diampelas dan dibersihkan. Pengampelasan dengan kertas abrasif bertujuan untuk membentuk permukaan yang halus dan datar. Pembersihan plat Ti dilakukan dengan merendam plat titanium dalam larutan asam (campuran HF : HNO₃ : H₂O) dengan tujuan untuk menghilangkan kerak oksida dan kontaminan sehingga akan didapatkan permukaan yang bersih dan seragam¹⁷.

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, terlihat bahwa terdapat perbedaan warna pada suhu 300° C, 400° C, dan 650° C. Bertambahnya suhu pemanasan menyebabkan peningkatan ketebalan lapisan tipis TiO₂ yang terbentuk yang disertai dengan perubahan warna, yaitu pada suhu 300° C memperlihatkan warna kekuningan, pada suhu 400° C memperlihatkan warna ungu kebiruan, dan pada suhu 650° C memperlihatkan warna abu-abu.



Gambar 4.1. (a) keadaaan awal plat Ti. Lapisan tipis TiO₂ pada permukaan plat Ti yang dibuat dengan metode oksidasi termal dalam lingkungan udara biasa pada suhu (b) 300° C, selama 6, 12, 24, 48, dan 60 jam (kiri-kanan) (c) 400° C, selama 6, 12, 24, 48, dan 60 jam (kiri-kanan) (d) 650° C selama 2 jam

4.1.2 Karakterisasi dengan Spektrofotometer DR UV- Vis

Pengukuran dengan spektrofotometer *Diffuse Reflectance* UV- Vis dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-900 nm. Karakterisasi ini dilakukan untuk menentukan nilai energi celah (*bandgap*) lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi. Energi cahaya (foton) dengan panjang gelombang tertentu yang diberikan kepada lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi akan berdifusi ke dalam lapisan TiO₂, sebagian sinar dengan energi yang sesuai akan diserap dan yang lainnya akan dipantulkan. Cahaya yang diserap akan mengeksitasi elektron dalam TiO₂ dari pita valensi ke pita konduksi.

Energi celah TiO₂ hasil preparasi dihitung menggunakan persamaan Kubelka-Munk¹⁸ :

Universitas Indonesia

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{(1 - R)^2}{2R}$$

$F(R)$ = Faktor Kubelka-Munk

K = Koefisien absorpsi

S = Koefisien *scattering*

R = nilai reflektan yang diukur

Koefisien absorpsi berhubungan dengan energi foton yang terjadi :

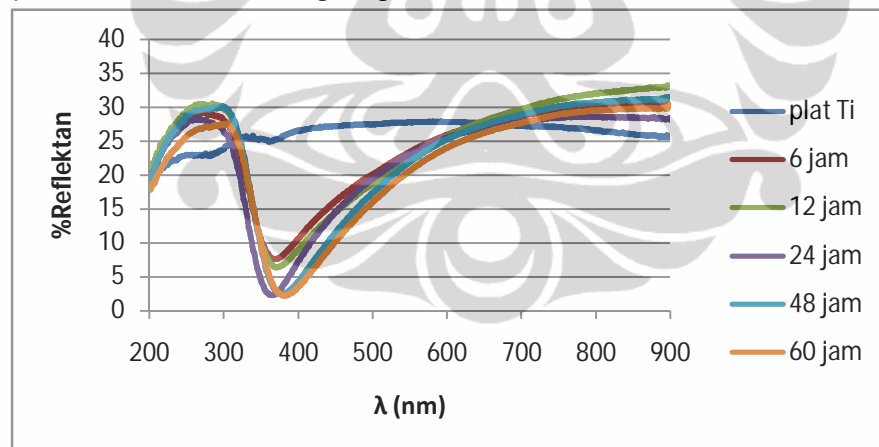
$$K = A (E - E_g)^\gamma$$

A = Konstanta yang tergantung dari sifat bahan

$E = hv$ = energi foton

E_g = bandgap

$\gamma = \frac{1}{2}$ untuk transisi langsung

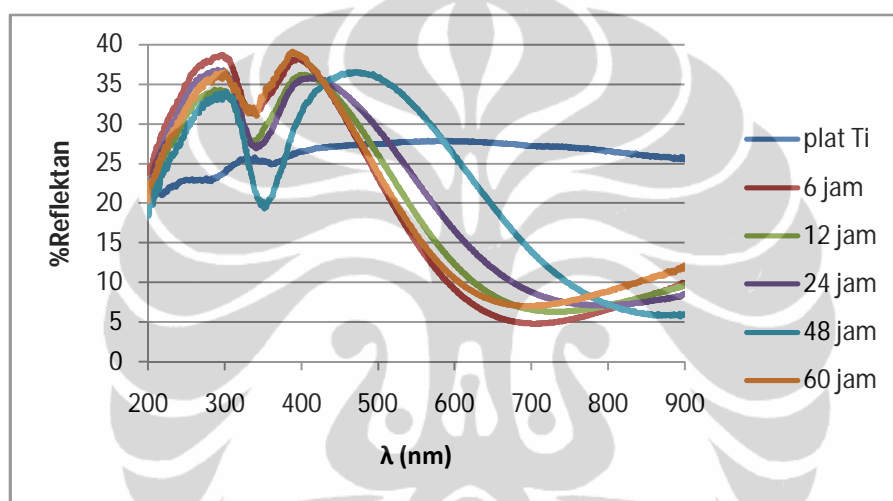


Gambar 4.2. Spektra DRS UV-Vis film tipis Ti/TiO₂ pada suhu oksidasi termal 300° C

Berdasarkan spektra reflektan yang dihasilkan untuk lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi pada suhu oksidasi termal 300° C, dapat diketahui bahwa absorpsi foton terjadi pada sekitar panjang gelombang 360-380 nm. Hal ini ditandai dengan penurunan nilai % reflektan yang dihasilkan. Reflektan merupakan rasio cahaya yang

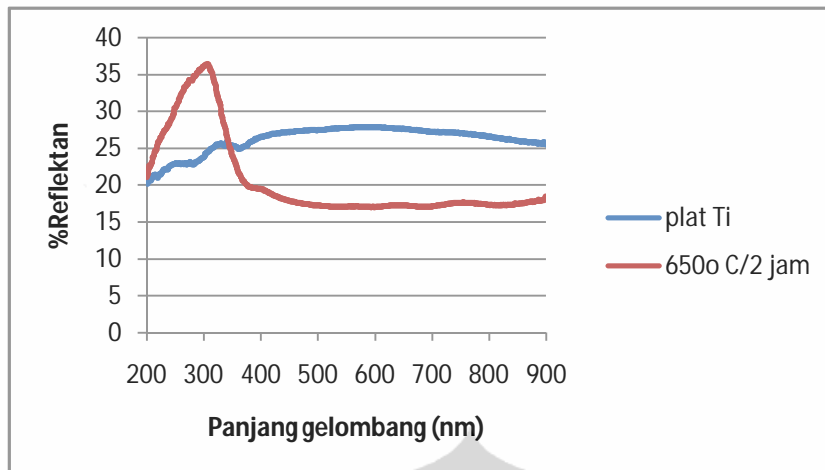
dipantulkan oleh suatu permukaan. Semakin kecil nilai reflektan yang dihasilkan, semakin besar absorpsi foton yang terjadi.

Dengan memplotkan nilai $F(R)^2$ vs E berdasarkan persamaan Kubelka-Munk dan mengekstrapolasi daerah liniernya, didapatkan nilai x pada saat $y = 0$, yang merupakan nilai energi celah. Berdasarkan hasil tersebut, diketahui bahwa nilai energi celah lapisan tipis TiO_2 yang dibuat dengan oksidasi termal pada suhu $300^\circ C$ adalah 2,9 - 3,2 eV, dimana nilai energi celah ini mendekati nilai energi celah TiO_2 anatase, yaitu 3,2 eV.



Gambar 4.3. Spektra DRS UV-Vis film tipis Ti/ TiO_2 pada suhu oksidasi termal $400^\circ C$

Berdasarkan spektra reflektan yang dihasilkan untuk lapisan tipis TiO_2 hasil preparasi pada suhu oksidasi termal $400^\circ C$, dapat diketahui bahwa penyerapan foton terjadi pada sekitar panjang gelombang 340 nm dan 700 nm. Dengan memplotkan nilai $F(R)^2$ vs E berdasarkan persamaan Kubelka-Munk dan mengekstrapolasi daerah liniernya, didapatkan nilai x pada saat $y = 0$, yang merupakan nilai energi celah. Berdasarkan hasil tersebut, diketahui bahwa nilai energi celah lapisan tipis TiO_2 yang dibuat dengan oksidasi termal pada suhu $400^\circ C$ selama 6, 12, 24, dan 60 jam adalah sekitar 1-1,3 eV, sedangkan untuk yang 48 jam adalah 3,09 eV.

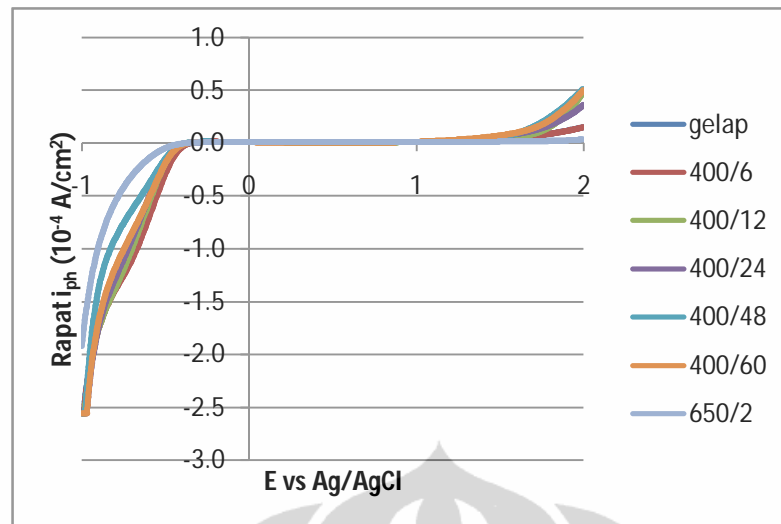


Gambar 4.4. Spektra DRS UV-Vis film tipis Ti/TiO₂ pada suhu oksidasi termal 650° C

Berdasarkan spektra reflektan yang dihasilkan untuk lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi pada suhu oksidasi termal 650° C, dapat diketahui bahwa penyerapan foton terjadi pada sekitar panjang gelombang 400 - 900 nm. Dengan memplotkan nilai $F(R)^2$ vs E berdasarkan persamaan Kubelka-Munk dan mengekstrapolasi daerah liniernya maka diketahui bahwa sulit dilakukan ekstrapolasi liniernya, sehingga nilai energi celah TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam tidak dapat diketahui secara pasti.

Nilai energi celah yang didapatkan untuk lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C dan 650° C mengindikasikan bahwa lapisan tipis TiO₂ tersebut mampu mengabsorpsi foton pada daerah sinar tampak, yaitu 400-800 nm. Untuk menindaklanjuti hal tersebut, maka dilakukan uji aktifitas fotoelektrokatalisis dengan menggunakan lampu wolfram 15 watt sebagai sumber sinar cahaya tampak.

Berdasarkan respon arus yang dihasilkan pada saat elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C dan 650° C diiradiasi sinar tampak dan tidak diiradiasi sinar tampak, terlihat bahwa respon arus cahaya anodik mendekati nol. Hal ini menunjukkan bahwa elektroda Ti/TiO₂ tersebut tidak mampu mengabsorpsi foton cahaya tampak.



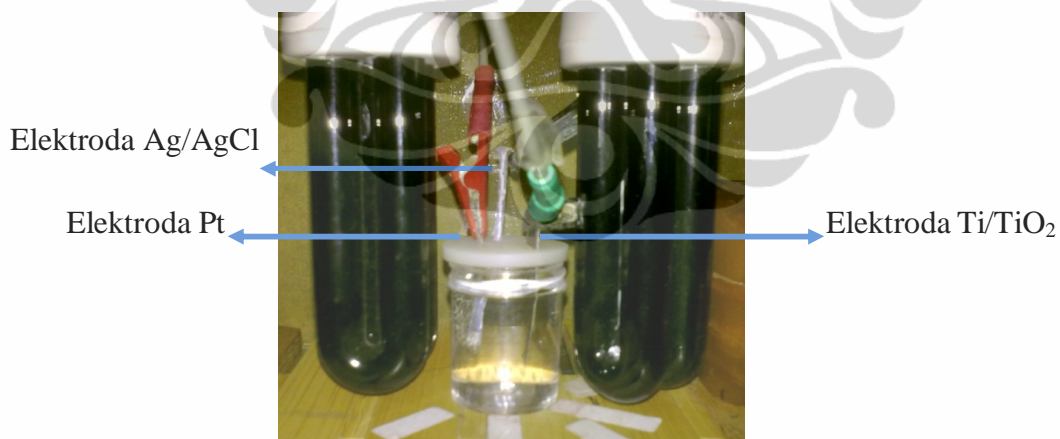
Gambar 4.5. Voltamogram Ti/TiO₂ tanpa dan dengan iradiasi sinar tampak

Dapat disimpulkan bahwa lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu 400° C dan 650° C tidak dapat menyerap foton pada daerah sinar tampak. Spektra reflektan yang dihasilkan pada saat pengukuran dengan spektrofotometer DR UV-Vis menunjukkan hasil seolah-olah lapisan tipis TiO₂ yang dipreparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu 400° C dan 650° C dapat menyerap pada daerah sinar tampak. Hal ini mungkin dikarenakan pembentukan agregasi kristal TiO₂ yang tidak homogen, sehingga permukaannya tidak rata dan menghasilkan sekumpulan gerigi (*grating like*). Keberadaan morfologi seperti itu menyebabkan sinar yang dikenakan ke lapisan tipis TiO₂ tersebut sebagian dipantulkan dengan sudut yang tidak sama, dan menghasilkan dispersi warna. Dalam pengukuran DRS UV-Vis sebagian sinar yang didispersikan tersebut tidak mencapai detektor, sehingga menimbulkan kesan adanya serapan (serapan semu). Hasil percobaan investigasi pengukuran arus cahaya pada daerah sinar tampak mengkonfirmasi dugaan tersebut, yakni tidak diamati adanya arus cahaya yang signifikan, mengindikasikan tidak terjadi eksitasi elektron ke pita konduksi. Film yang sama dapat menghasilkan arus cahaya saat dikenai sinar UV (lihat seksi berikutnya).

4.1.3 Uji Aktifitas Fotoelektrokatalisis Elektroda Ti/TiO₂ Hasil Preparasi dengan Metode LSV.

Uji aktifitas fotoelektrokatalisis dilakukan untuk mengetahui respon arus cahaya pada saat elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi diiradiasi sinar UV dan tidak diiradiasi, dan untuk menentukan elektroda Ti/TiO₂ optimum hasil preparasi pada suhu rendah berdasarkan respon arus cahaya tertinggi yang dihasilkan. Arus yang diamati disebut sebagai arus cahaya (*photocurrent*) karena arus ini muncul saat elektroda diiradiasi sinar UV. Arus cahaya merupakan ukuran laju transfer muatan pada antarmuka semikonduktor/elektrolit, sehingga dapat juga digunakan sebagai ukuran laju pembentukan radikal OH[•] pada permukaan katalis.

Linier Sweep Voltammetry (LSV) merupakan suatu teknik voltametri dimana potensial range tertentu diberikan kepada elektroda kerja dengan variasi waktu linier, sehingga perubahan arus yang dihasilkan akibat adanya transfer elektron dalam proses oksidasi dan reduksi analit dapat teramati. Alat yang digunakan dalam metode LSV ini adalah potensiostat. Potensiostat akan mengontrol beda potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding, serta memonitor arus yang dihasilkan.

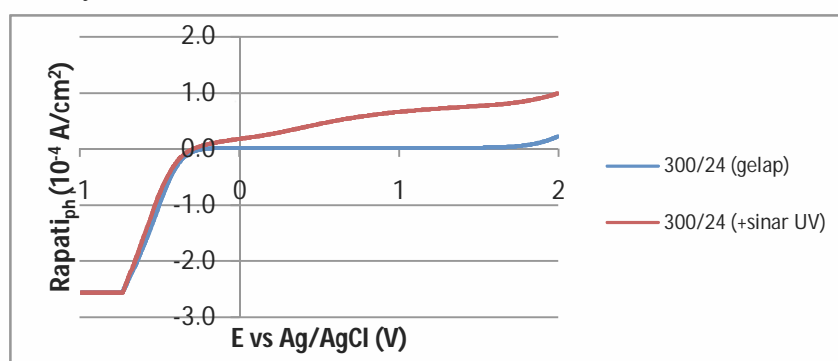


Gambar 4.6. Rangkaian sel yang digunakan pada uji fotoelektrokatalisis sistem *batch*

Elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi digunakan sebagai elektroda kerja, tempat reaksi reduksi-oksidasi analit berlangsung. Elektroda Ag/AgCl ($\Delta E = 0,197$ vs NHE)

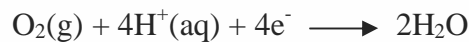
digunakan sebagai elektroda pembanding, yaitu elektroda yang memiliki potensial konstan sehingga dapat digunakan sebagai acuan perubahan yang terjadi pada elektroda kerja. Elektroda Pt digunakan sebagai elektroda pendukung, yakni elektroda yang berperan sebagai sumber atau tempat masuknya elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel. Larutan elektrolit yang digunakan adalah NaNO_3 0,1 M. Larutan elektrolit berperan sebagai medium penghantar dimana muatan ditransfer oleh gerakan ion.

Uji aktifitas fotoelektrokatalisis awal dilakukan dengan menggunakan larutan NaNO_3 0,1 M sebagai larutan uji. Daerah potensial yang diberikan adalah -1 V sampai dengan +2 V dengan kecepatan scan 50 mV/s. Ketika potensial elektroda dibuat negatif, energi elektron meningkat sehingga mencapai tingkat yang cukup tinggi untuk berpindah ke orbital kosong di elektrolit. Terjadi aliran elektron dari elektroda ke larutan, dan arus yang teramati disebut arus reduksi/arus katodik. Sebaliknya, ketika potensial elektroda di buat positif, energi elektron menurun sehingga transfer elektron terjadi dari elektrolit ke elektroda, dan arus yang teramati disebut arus oksidasi/arus anodik¹⁹. Pada sistem fotoelektrokimia, dengan fotoanoda TiO_2 , arus cahaya dapat terjadi secara spontan ketika cahaya yang sampai ke fotoelektroda sama atau lebih besar dari energi celahnya. Arus cahaya ini sebagai indikasi pemisahan elektron dan *hole*. Elektron pada pita konduksi akan dialirkan ke sirkuit luar dan diteruskan ke larutan elektrolit, sementara *hole* akan menerima elektron dari larutan, sehingga terjadi siklus aliran elektron yang dimanifestasikan sebagai arus cahaya.

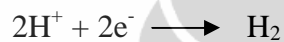


Gambar 4.7. Voltamogram Ti/TiO₂ tanpa dan dengan iradiasi sinar UV

Perbedaan respon arus cahaya pada saat gelap dan pada saat elektroda diiradiasi sinar UV terlihat jelas. Saat gelap, respon arus cahaya anodik yang teramati mendekati nol. Hal ini menunjukkan bahwa konduktivitas katalis TiO₂ tanpa iradiasi sinar UV sangat kecil. Pada saat gelap, teramati bahwa pada potensial diatas +1 V vs Ag/AgCl, aliran arus anodik semakin tinggi. *Onset* arus anodik ini diperkirakan hasil oksidasi H₂O menjadi O₂ secara elektrolisis, yang terjadi pada potensial mendekati E^o setengah reaksi,



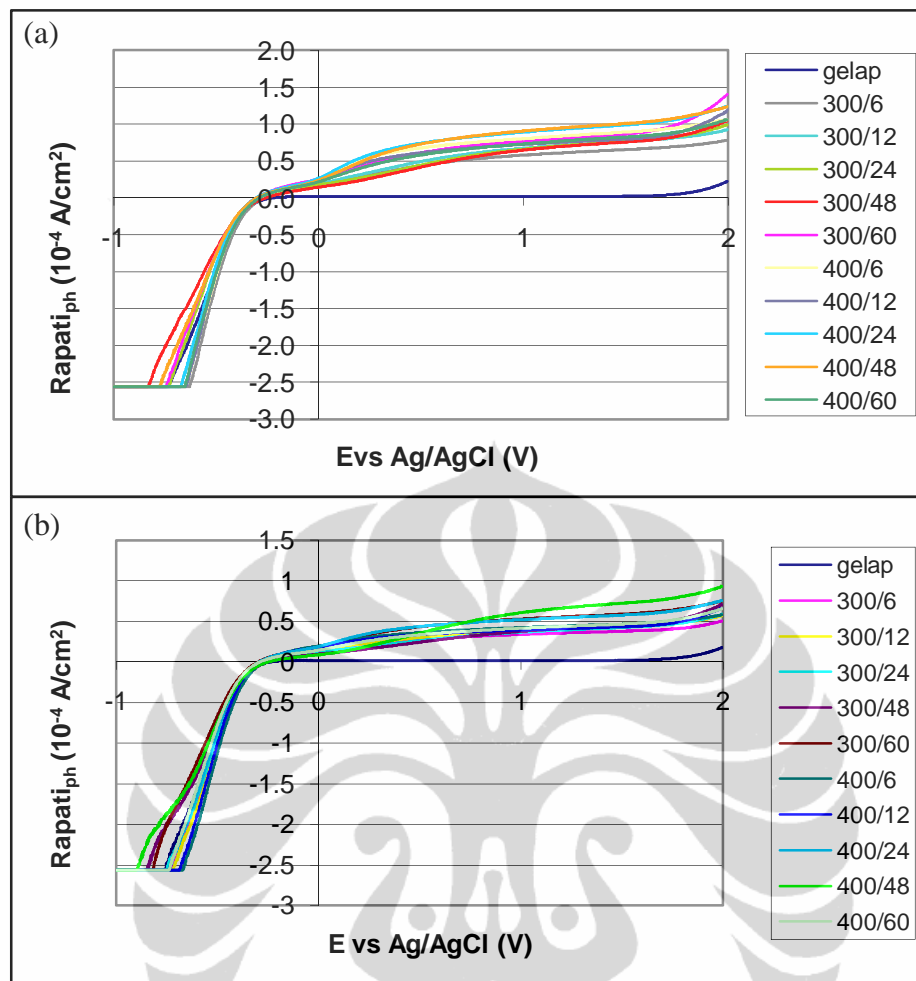
Terjadi pada +1,23 V vs NHE atau +1,033 V vs Ag/AgCl. Arus katodik yang teramati pada potensial dibawah 0 V vs Ag/AgCl diperkirakan hasil reduksi H⁺ menjadi H₂. *Onset* aliran arus ini terjadi pada potensial mendekati E^o setengah reaksi,



Terjadi pada 0 V vs NHE atau -0,197 vs Ag/AgCl.

Pada saat elektroda diiradiasi sinar UV, respon arus cahaya anodik semakin tinggi dengan kenaikan potensial yang diberikan. Hal ini menunjukkan bahwa katalis TiO₂ dengan iradiasi sinar UV menjadi bersifat konduktif. Ketika TiO₂ diiradiasi sinar UV, maka elektron di pita valensinya akan tereksitasi ke pita konduksi. Pemberian bias potensial positif menghasilkan pembentukan medan listrik yang menyebabkan elektron yang tereksitasi tersebut dialirkan ke elektroda pendukung yaitu Pt.

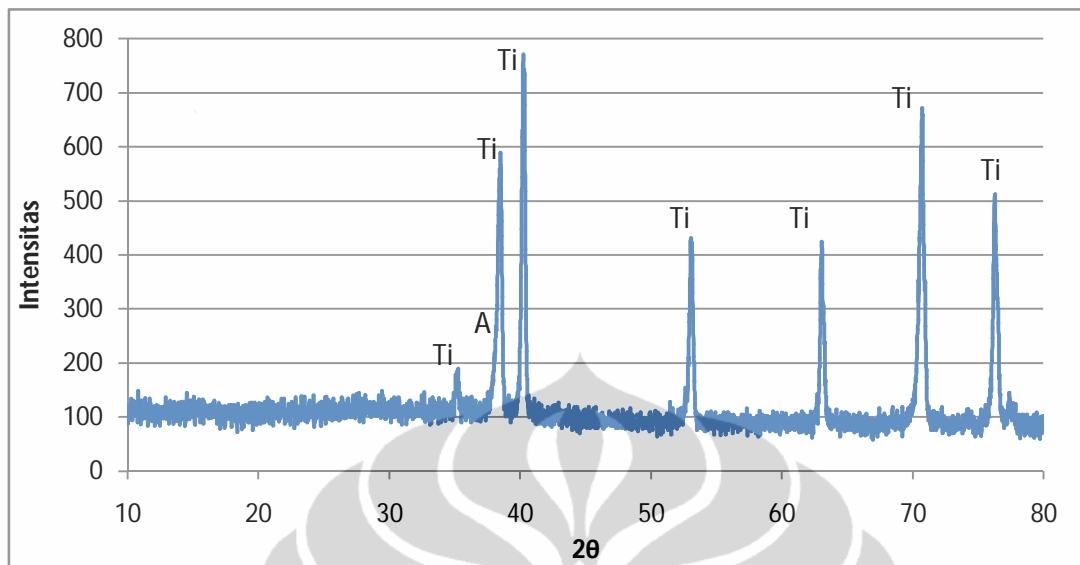
Berdasarkan uji aktifitas fotoelektrokatalisis yang dilakukan terhadap semua Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu rendah, diketahui bahwa respon arus cahaya tertinggi (sampai pada potensial +1V) dihasilkan oleh elektroda Ti/TiO₂ yang di preparasi pada suhu 400°C selama 48 jam. Hasil yang sama juga didapatkan ketika uji aktifitas fotoelektrokatalisis dilakukan dengan menggunakan larutan *congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M sebagai larutan uji.



Gambar 4.8. Voltamogram Ti/TiO₂ dalam (a) larutan NaNO₃ 0,1 M (b) *Congo Red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M

4.1.4 Hasil Karakterisasi dengan XRD

Hasil difraksi sinar-X pada gambar 4.9 hanya didominasi oleh keberadaan puncak difraksi dari logam titanium. Sementara karakter puncak difraksi untuk TiO₂ anatase hampir tidak terlihat. Berdasarkan data puncak difraksi yang dihasilkan pada pengukuran XRD (Lampiran III hal. 53), diketahui bahwa terdapat dua puncak difraksi pada 2θ 38°, yaitu 38,04° dan 38,4310°. Puncak pada 38,04° mengindikasikan keberadaan puncak TiO₂ anatase, dan puncak pada 38,4310° menunjukkan keberadaan puncak titanium. Intensitas puncak pada 38,04° lebih tinggi dibandingkan intensitas pada puncak lainnya, diluar puncak titanium (Lampiran III hal. 53).

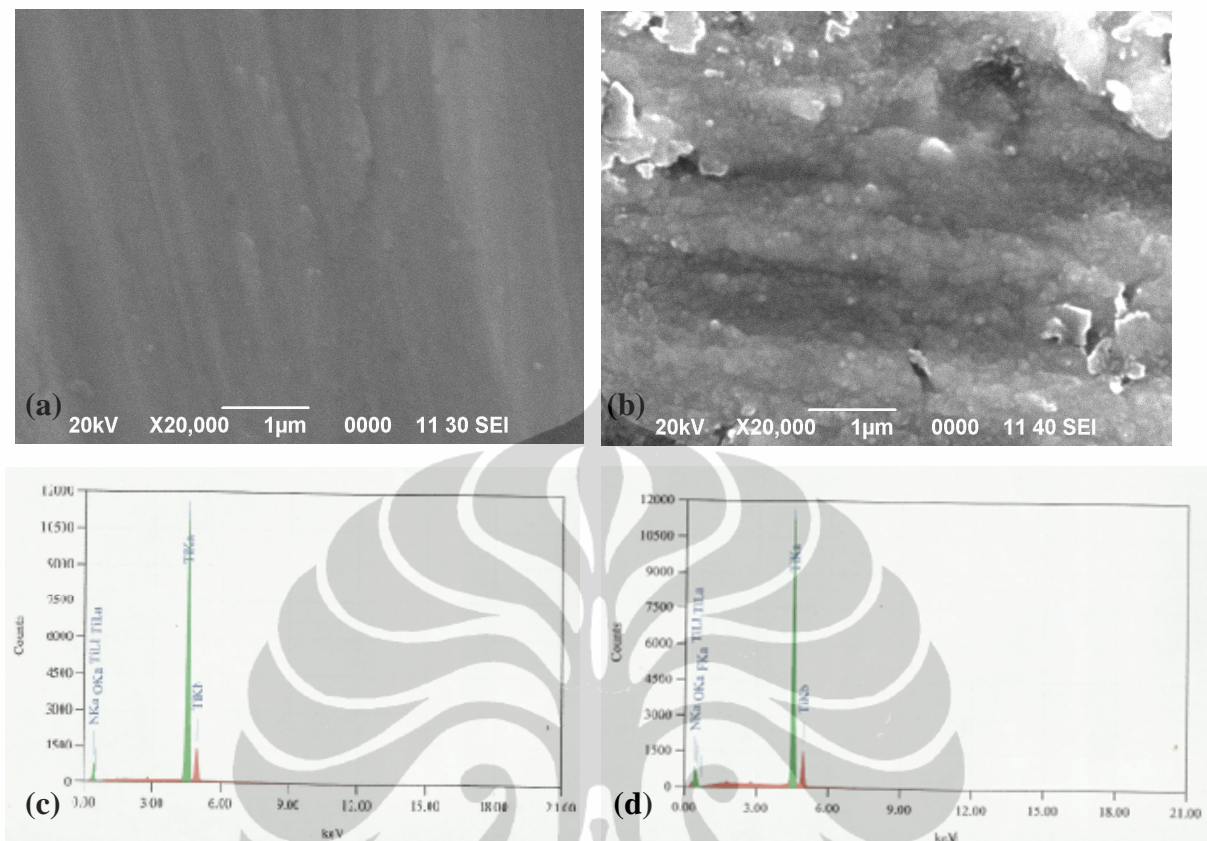


Gambar 4.9. Difraktogram Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam
(Ti = titanium, A = anatase)

Hal yang sama juga diperoleh ketika Gemelli dan Camargo melakukan pengukuran XRD pada permukaan titanium yang dioksidasi pada suhu 400° C selama 48 jam. Pola XRD yang dihasilkan juga menunjukkan adanya dua puncak difraksi yang berdekatan pada 2θ 38°, yaitu 38,1° dan 38,3°, dimana 38,1° menunjukkan puncak dari TiO₂ anatase dan 38,3° menunjukkan puncak dari titanium.¹⁶

4.1.5 Hasil Karakterisasi dengan SEM-EDX

Lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400°C selama 48 jam juga diukur dengan SEM-EDX untuk mengetahui kandungan unsur-unsur penyusun pada permukaan katalis. Berdasarkan hasil foto SEM (gambar 4.10) , terlihat keberadaan lapisan tipis TiO₂ pada permukaan plat Ti yang dipanaskan pada suhu 400° C selama 48 jam. Dari spektra EDX yang dihasilkan, keberadaan unsur Ti dan O mendukung keberadaan TiO₂, yang memang masih sangat tipis sehingga sinyal Ti yang dihasilkan dari plat Ti nya masih sangat besar.

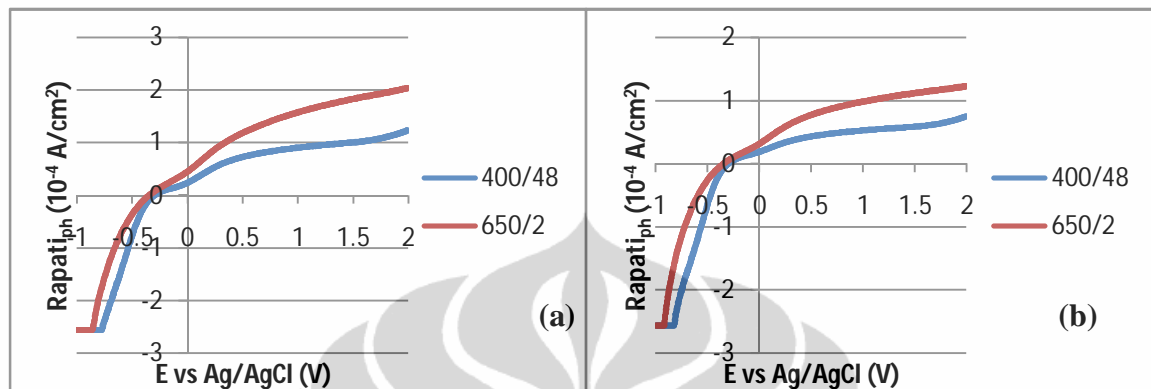


Gambar 4.10. (a) Foto SEM permukaan plat Ti (b) Foto SEM permukaan plat Ti yang dipanaskan pada suhu 400°C selama 48 jam (Ti/TiO_2) (c) Spektra EDX permukaan plat Ti (d) Spektra EDX permukaan plat Ti yang dipanaskan pada suhu 400°C selama 48 jam (Ti/TiO_2)

Tabel 4.1. Kadar unsur-unsur

	% massa			
	Ti	O	N	F
Permukaan plat Ti	94,36	0,00	5,64	0,00
Permukaan plat Ti yang dipanaskan pada suhu 400°C selama 48 jam (Ti/TiO_2)	83,52	12,98	3,37	0,13

4.2 Perbandingan Uji Foelektrokatalisis Ti/TiO₂ dalam Mendegradasi Zat Warna *Congo Red* Menggunakan Reaktor Foelektrokatalisis Sistem *Batch* dengan Berbagai Variasi Perlakuan



Gambar 4.11. Voltamogram Ti/TiO₂ pada saat diiradiasi sinar UV (a) dalam larutan NaNO₃ 0,1 M (b) dalam larutan *congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M

Perbandingan respon arus cahaya awal yang dihasilkan pada saat elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam menunjukkan respon arus cahaya yang lebih tinggi dibandingkan elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam. Untuk menindaklanjuti hasil tersebut, maka dilakukan uji degradasi zat warna *congo red* pada proses foelektrokatalisis dengan berbagai variasi perlakuan.

Uji degradasi zat warna *congo red* pada proses foelektrokatalisis dilakukan dengan membandingkan penurunan absorbansi (penghapusan warna) selama oksidasi 10 ppm *congo red* dalam NaNO₃ 0,1 M berlangsung. Pemilihan larutan elektrolit NaNO₃ pada proses foelektrokatalisis ini didasarkan pada kemampuannya dalam menghantarkan arus listrik dan tidak mengganggu reaksi kimia yang terjadi. NO₃⁻ merupakan ion yang biasa hadir dalam air limbah yang diproduksi industri tekstil. Berdasarkan studi pustaka melalui jurnal yang meneliti pengaruh spesi anionik pada degradasi zat warna, secara umum ditemukan bahwa ion nitrat memiliki sedikit pengaruh pada kinetika reaksi, sedangkan sulfat, klorida, dan ion fosfat khususnya

pada konsentrasi yang lebih besar dari 10^{-3} M dapat mengurangi laju 20-70% karena adsorpsi yang kompetitif antara molekul pewarna dengan spesi anionik tersebut²⁰.

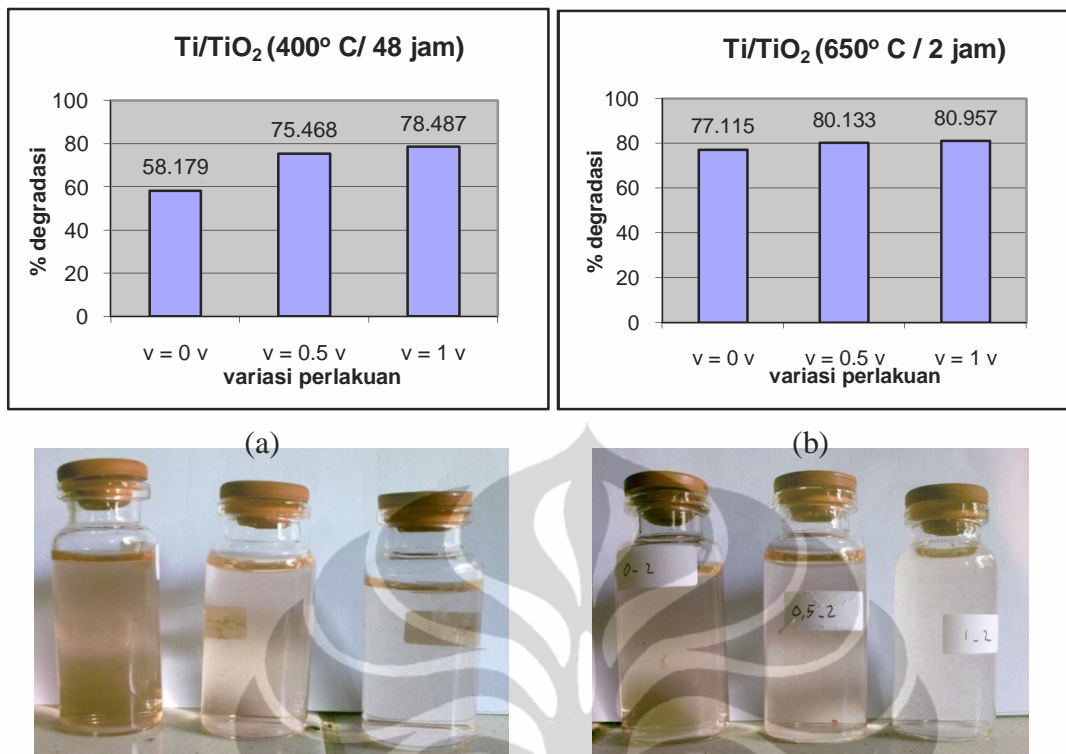
Variasi perlakuan yang digunakan pada degradasi fotoelektrokatalisis pewarna *congo red* meliputi bias potensial positif, konsentrasi awal larutan, dan pH larutan. Penurunan absorbansi dipantau setiap 10 menit selama 60 menit menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Hasil *scan* larutan *congo red* menggunakan spektrofotometer UV-Vis Genesys 20 menunjukkan bahwa absorbansi maksimum *congo red* terjadi pada panjang gelombang 492 nm. Nilai ini tidak berbeda jauh dengan literatur yaitu 500 nm. Larutan standar *congo red* dalam NaNO_3 0,1 M pada berbagai konsentrasi yaitu, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm, 12 ppm, 14 ppm, dan 16 ppm diukur absorbansinya pada panjang gelombang 492 nm, untuk kemudian dibuat menjadi kurva standar *congo red*.

4.2.1 Variasi Bias Potensial

Variasi bias potensial positif yang digunakan pada degradasi zat warna *congo red* secara fotoelektrokatalisis adalah 0; 0,5; dan 1 V vs Ag/AgCl. Pemilihan bias potensial positif ini didasarkan pada respon arus cahaya awal yang didapatkan pada uji aktifitas fotoelektrokatalisis dengan menggunakan metode *linier sweep voltametry*.

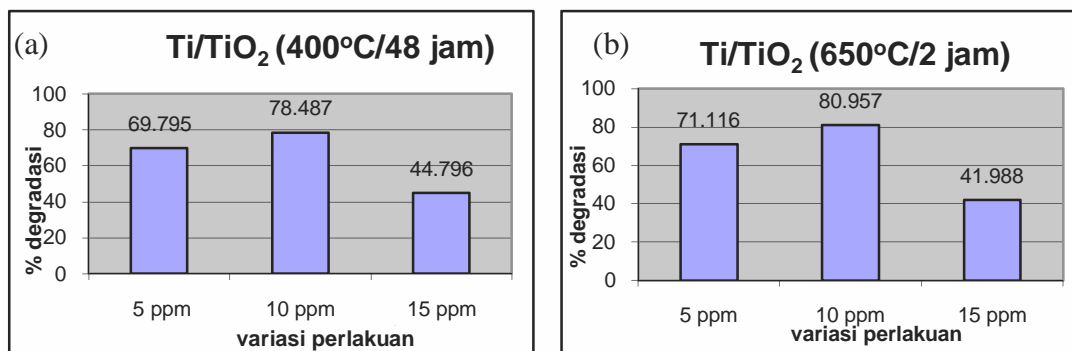
Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, diketahui bahwa degradasi *congo red* paling baik terjadi ketika bias potensial positif yang digunakan sebesar 1 V. Semakin besar bias potensial positif yang digunakan, semakin meningkat transfer elektron yang terjadi, arus oksidasi yang teramati semakin besar, semakin banyak radikal hidroksil yang terbentuk, sehingga semakin cepat proses degradasi terjadi. Hal ini ditandai dengan perubahan warna yang menjadi semakin bening.



Gambar 4.12. Presentase degradasi dan perubahan warna *Congo red* secara fotoelektrokatalisis dengan variasi bias potensial pada (a) Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) (b) Ti/TiO₂ (650°C/2 jam)

4.2.2 Variasi Konsentrasi Awal

Uji aktifitas fotoelektrokatalisis dalam mendegradasi senyawa *congo red* dengan variasi konsentrasi awal ini dilakukan dengan menggunakan bias potensial +1 V. Variasi konsentrasi awal larutan yang digunakan adalah 5 ppm, 10 ppm, dan 15 ppm. Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, diketahui bahwa degradasi *congo red* paling baik terjadi pada konsentrasi awal 10 ppm.





Gambar 4.13. Presentase degradasi *Congo red* secara fotoelektrokatalisis dengan variasi konsentrasi awal pada (a) Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) (b) Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) dan perubahan warna yang terjadi pada penggunaan konsentrasi awal sebesar (c) 5 ppm (d) 10 ppm (e) 15 ppm

Reaksi degradasi fotokatalisis pada lapisan tipis TiO₂ merupakan suatu sistem heterogen, dimana agar terjadi proses degradasi, maka polutan harus bermigrasi dari larutan ke permukaan katalis, dan kemudian terdifusi ke dalam katalis tersebut. Oleh karena itu, pelingkupan permukaan aktif TiO₂ tentu akan mempengaruhi laju degradasinya.

Penggunaan konsentrasi awal larutan *congo red* yang terlalu kecil mengakibatkan transfer massa yang terjadi dari larutan ke permukaan katalis menjadi sedikit. Semakin rendah konsentrasi awal *congo red* yang digunakan maka akan semakin sedikit *congo red* yang teradsorpsi ke permukaan katalis TiO₂ dan semakin sedikit yang akan terdegradasi. Sebaliknya, laju degradasi akan menjadi lebih cepat apabila konsentrasi awal *congo red* yang digunakan lebih besar, karena semakin tinggi konsentrasi *congo red* yang digunakan maka akan semakin banyak *congo red* yang teradsorpsi ke permukaan katalis TiO₂ dan semakin banyak yang akan terdegradasi. Namun, besarnya konsentrasi awal ini tentu ada batas, dimana permukaan aktif TiO₂ seluruhnya terlingkupi oleh *congo red*, sehingga diatas batas tersebut laju degradasi cenderung tidak lagi naik karena kejenuhan fraksi pelingkupan permukaan aktif TiO₂.

Penggunaan konsentrasi awal larutan *congo red* yang terlalu besar mengakibatkan berkurangnya intensitas foton yang sampai ke permukaan katalis TiO₂. Hal ini disebabkan karena konsentrasi awal *congo red* yang tinggi menunjukkan jumlah molekul *congo red* yang tinggi juga, sehingga sebagian besar

Universitas Indonesia

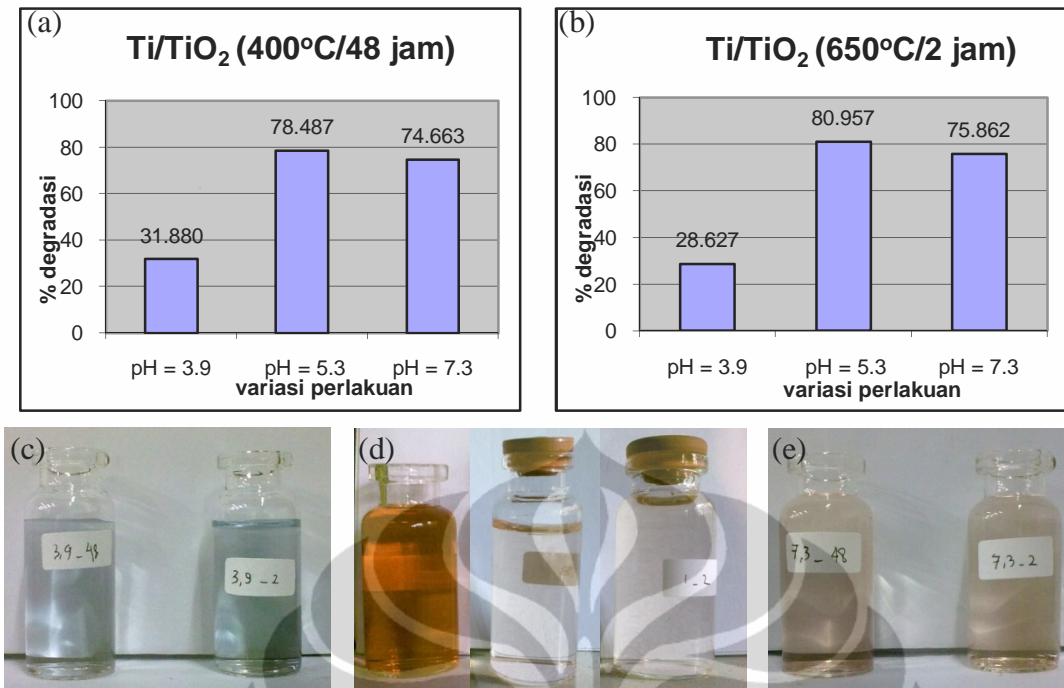
sinar UV dapat diabsorpsi oleh molekul *congo red* tersebut. Oleh karena itu, penggunaan konsentrasi awal *congo red* penting untuk dilakukan, sehingga dapat diketahui konsentrasi optimum *congo red* dimana permukaan aktif TiO₂ bekerja maksimum.

4.2.3 Variasi pH

Uji aktifitas fotoelektrokatalisis dalam mendegradasi senyawa *congo red* dengan variasi konsentrasi pH ini dilakukan dengan menggunakan bias potensial +1 V dan konsentrasi 10 ppm. Keadaan pH alami dari larutan *congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M adalah 5,3. Variasi pH awal larutan yang digunakan adalah 3,9 ; 5,3 ; dan 7,3. pH dari larutan zat warna disesuaikan dengan menambahkan HNO₃ dan NaOH dengan jumlah yang sesuai.

pH larutan akan mempengaruhi muatan permukaan TiO₂. Permukaan TiO₂ dapat bermuatan positif, negatif, ataupun tidak bermuatan. pH dimana permukaan suatu oksida tidak bermuatan disebut *zero point charge* (pH_{zpc}). pH_{zpc} untuk TiO₂ adalah 6,5²¹. Bila pH larutan lebih kecil dari 6,5 maka permukaan TiO₂ akan bermuatan positif. Sebaliknya, bila pH larutan lebih besar dari 6,5 maka permukaan TiO₂ akan bermuatan negatif.

Molekul *congo red* dengan 2 kelompok sulfonat dapat dengan mudah terionisasi, bahkan dalam medium asam kuat menjadi anion *congo red* yang larut²⁰. Ketika pH larutan yang digunakan lebih kecil dari 6,5 maka molekul *congo red* dapat dengan mudah teradsorpsi pada permukaan TiO₂. Hal ini terjadi karena adanya perbedaan muatan antara molekul *congo red* yang bermuatan negatif dengan permukaan TiO₂ yang bermuatan positif. Sebaliknya, ketika pH larutan yang digunakan lebih besar dari 6,5 maka molekul *congo red* sulit teradsorpsi pada permukaan TiO₂. Hal ini terjadi karena molekul *congo red* dan permukaan TiO₂ sama-sama bermuatan negatif.



Gambar 4.14. Presentase degradasi *Congo red* secara fotoelektrokatalisis dengan variasi pH pada (a) Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) (b) Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) dan perubahan warna yang terjadi ketika penggunaan pH sebesar (c) 3,9 (d) 5,3 (e) 7,3

Berdasarkan percobaan yang dilakukan, degradasi *congo red* paling baik terjadi pada pH alami, yaitu 5,3. Penggunaan pH yang lebih asam yaitu 3,9 menyebabkan berkurangnya intensitas cahaya UV yang mencapai permukaan TiO₂ karena adsorpsi yang tinggi dari molekul *congo red*, sehingga pembentukan spesies pengoksidasi berkurang. Penggunaan pH yang lebih basa yaitu 7,3 menyebabkan sedikitnya molekul *congo red* yang dapat teradsorpsi pada permukaan katalis TiO₂ sehingga proses degradasi menjadi lebih lambat.

4.2.4 Penentuan Nilai Tetapan Laju Degradasi *Congo red* dengan Metode Langmuir-Hinshelwood

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, diketahui bahwa dengan mengalurkan $\ln Ct/Co$ terhadap waktu reaksi fotoelektrokatalisis pada berbagai variasi perlakuan, menghasilkan garis yang linear dan menunjukkan kinetika reaksi orde pertama .

Universitas Indonesia

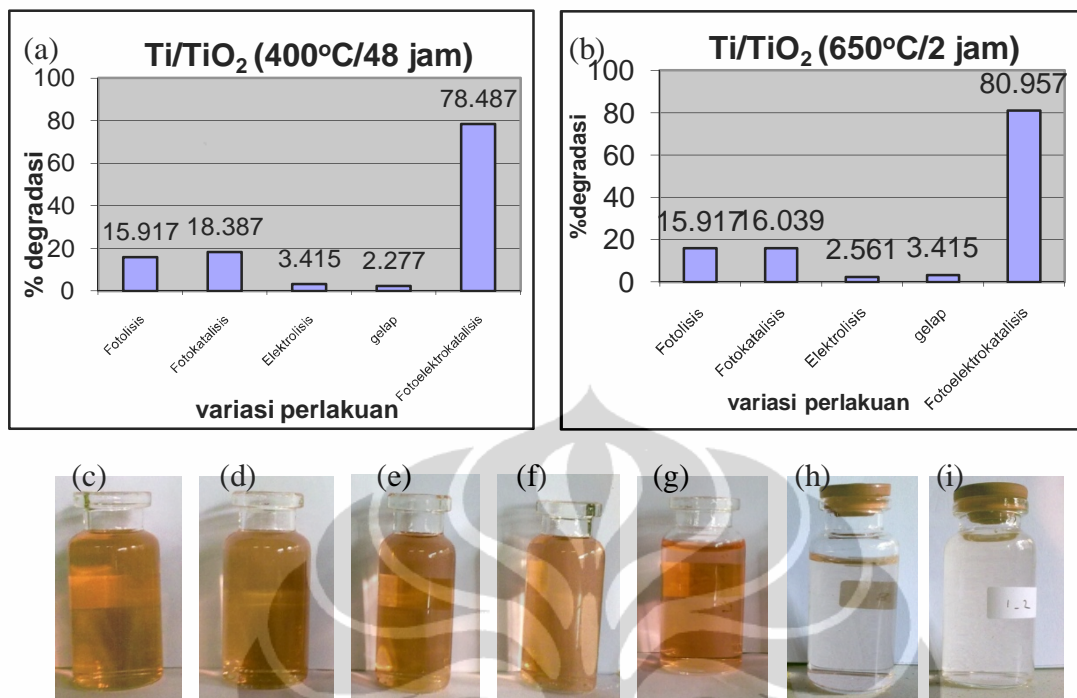
Tabel 4.2. Nilai tetapan laju degradasi *congo red* untuk setiap variasi perlakuan menggunakan metode Langmuir-Hinshelwood

Variasi Perlakuan	Ti/TiO ₂ (400° C/48 jam)			Ti/TiO ₂ (650° C/2 jam)		
	Persamaan	R ²	k (menit ⁻¹)	Persamaan	R ²	k (menit ⁻¹)
V = 0 V	$y = -0,014x - 0,034$	0,995	0,014	$y = -0,024x - 0,080$	0,987	0,024
V = 0,5 V	$y = -0,024x - 0,026$	0,994	0,024	$y = -0,027x - 0,064$	0,988	0,027
V = 1 V	$y = -0,025x - 0,102$	0,980	0,025	$y = -0,028x - 0,097$	0,977	0,028
Variasi konsentrasi awal						
Co = 5 ppm	$y = -0,020x - 0,103$	0,964	0,020	$y = -0,021x - 0,097$	0,969	0,021
Co = 10 ppm	$y = -0,025x - 0,102$	0,980	0,025	$y = -0,028x - 0,097$	0,977	0,028
Co = 15 ppm	$y = -0,009x - 0,019$	0,997	0,009	$y = -0,009x + 0,021$	0,990	0,009
Variasi pH						
pH = 3,9	$y = -0,006x - 0,011$	0,988	0,006	$y = -0,004x - 0,089$	0,803	0,004
pH = 5,3	$y = -0,025x - 0,102$	0,980	0,025	$y = -0,028x - 0,097$	0,977	0,028
pH = 7,3	$y = -0,023x - 0,101$	0,971	0,023	$y = -0,024x - 0,108$	0,968	0,024

4.2.5 Evaluasi Proses Fotolisis, Fotokatalisis, Elektrolisis dan Fotoelektrokatalisis.

Sebagai perbandingan dan juga kontrol, dilakukan juga percobaan secara fotolisis, fotokatalisis, dan elektrolisis. Proses fotolisis dilakukan dengan menyinari larutan uji yang akan didegradasi dengan sinar UV. Proses fotokatalisis dilakukan dengan menggunakan TiO₂ hasil preparasi sebagai fotokatalis disertai dengan penyinaran UV. Proses elektrolisis dilakukan dengan menggunakan TiO₂ hasil preparasi sebagai anoda dan penerapan bias potensial +1 V, tetapi tidak disinari dengan cahaya UV.

Degradasi melalui fotoelektrokatalisis memperlihatkan hasil yang jauh lebih baik dibandingkan proses fotolisis, fotokatalisis, maupun elektrolisis (gambar 4.15). Tingginya hasil degradasi melalui fotoelektrokatalisis ini menunjukkan bahwa rekombinasi pasangan elektron *hole* dapat dikurangi sehingga pembentukan radikal hidroksil menjadi optimum dan cukup untuk memecah ikatan kromofor *congo red*.



Gambar 4.15. Presentase degradasi *Congo red* dengan variasi kondisi perlakuan pada (a) Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) (b) Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) dan perubahan warna yang terjadi pada proses (c) awal (d) Fotolisis (e) Fotokatalisis dengan Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) (f) Fotokatalisis dengan Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) (g) elektrolisis (h) Fotoelektrokatalisis dengan Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) (i) Fotoelektrokatalisis dengan Ti/TiO₂ (650°C/2 jam)

Pada proses katalisis saja (dalam keadaan gelap), diketahui bahwa Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam memiliki kemampuan dalam mengadsorpsi molekul *congo red* yang lebih baik dibandingkan Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam. Hal ini terlihat dari penurunan konsentrasi yang dihasilkan yaitu sebesar 3,415 % untuk Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam, dan 2,277 % untuk Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam. Hasil yang diperoleh ini berkaitan dengan ketebalan lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi. Lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam memiliki ketebalan yang lebih besar dibandingkan lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam.

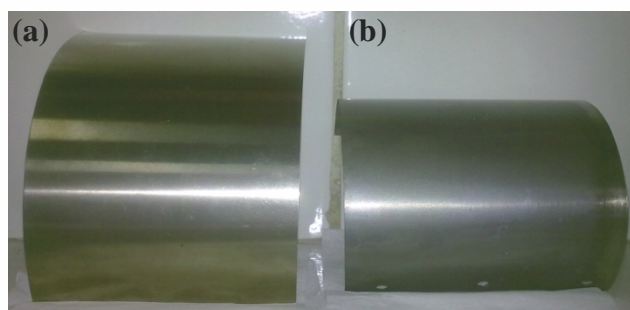
4.2.6 Perbandingan Aktifitas Fotoelektrokatalisis pada Ti/TiO₂ Hasil Preparasi

Berdasarkan hasil uji aktifitas fotoelektrokatalisis dalam mendegradasi zat warna *congo red* pada berbagai variasi perlakuan, diketahui bahwa Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam memiliki aktifitas fotoelektrokatalisis yang lebih tinggi dibandingkan Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam. Hal ini terlihat dari presentase degradasi yang dihasilkan.

Pada kondisi optimum proses fotoelektrokatalisis, yaitu larutan *congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M (pH = 5,3) dengan menggunakan bias potensial +1V, diketahui bahwa Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam mampu mendegradasi hingga 80,957 % dari konsentrasi awal. Presentase degradasi ini lebih tinggi jika dibandingkan dengan kemampuan Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 400° C selama 48 jam, yang hanya mencapai 78,487 % dari konsentrasi awal. Oleh karena itu, elektroda Ti/TiO₂ hasil preparasi pada suhu 650° C selama 2 jam inilah yang kemudian akan diaplikasikan pada reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum*.

4.3 Aplikasi Elektroda Ti/TiO₂ (hasil preparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu 650° C selama 2 jam) dalam Reaktor Fotoelektrokatalisis *Rotating Drum*

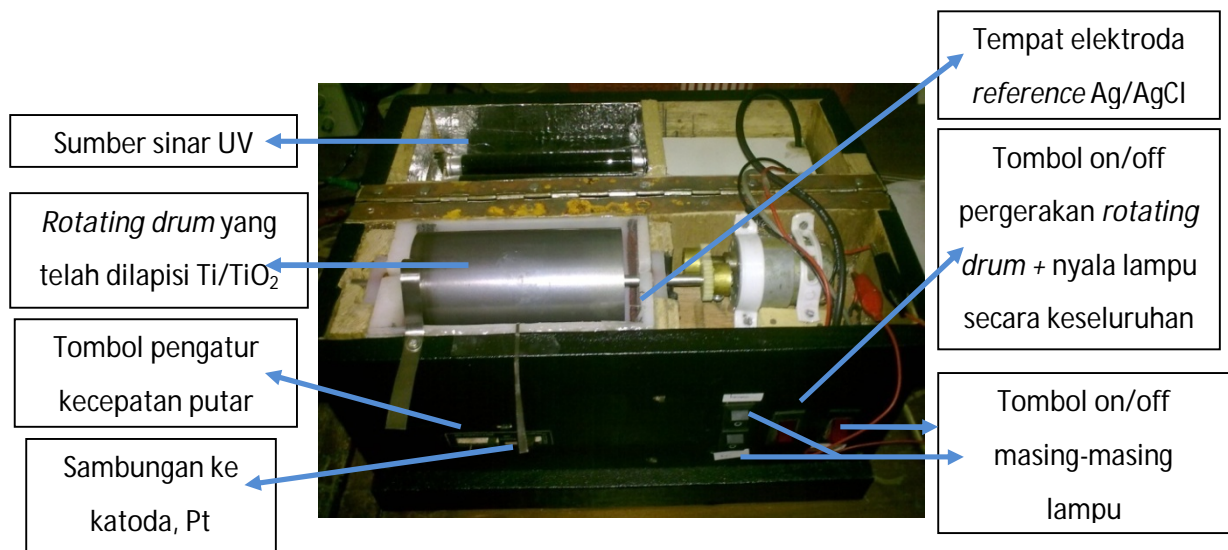
Ti/TiO₂ dengan ukuran 16 x 10 cm², yang merupakan hasil preparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu 650° C selama 2 jam selanjutnya ditempelkan pada *rotating drum* dan digunakan sebagai anoda dalam reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum* yang sedang dikembangkan.



Gambar 4.16. (a) plat Ti (b) plat Ti yang sudah ditumbuhkan TiO₂ di atasnya dengan metode oksidasi termal pada suhu 650° C selama 2 jam

Universitas Indonesia

Penggunaan larutan uji *congo red* 10 ppm dalam NaNO_3 0,1 M sebanyak 125 mL mampu merendam sekitar 40% *rotating drum* yang telah dilapisi Ti/TiO_2 . Model reaktor berputar seperti *rotating drum* yang sedang dikembangkan dalam penelitian ini bertujuan untuk membentuk sistem lapisan tipis larutan, sehingga intensitas sinar yang sampai ke permukaan katalis TiO_2 akan lebih besar dibanding jika sinar tersebut harus melewati badan larutan, dan pembentukan *hole* positif dan elektron juga akan semakin banyak. Karena TiO_2 bersifat superhidrofilik jika diiluminasi oleh sinar UV, maka pembentukan lapisan tipis larutan dimungkinkan secara terus menerus terbentuk pada permukaan *rotating drum* yang sedang berputar.²²



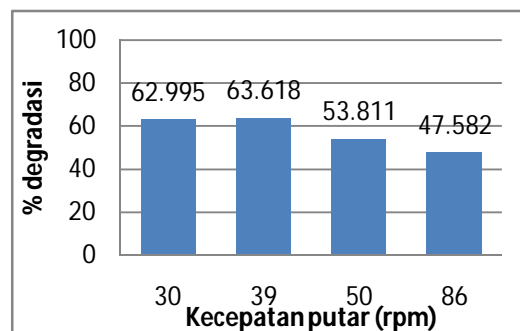
Gambar 4.17. Gambaran fisik reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum*

4.3.1 Pengaruh Kecepatan Putar *Rotating Drum* terhadap Degradasi Zat Warna *Congo Red*

Pada penelitian ini akan dipelajari pengaruh kecepatan putar *rotating drum*. Kecepatan putar *rotating drum* merupakan hal yang penting dalam proses transfer massa¹⁵. Kecepatan transfer massa meningkat dengan meningkatnya kecepatan putar dalam kisaran tertentu¹⁵. Kecepatan putar juga dapat mempengaruhi ketebalan lapisan tipis larutan yang terbentuk pada permukaan anoda¹⁵. Ketebalan lapisan tipis larutan meningkat dengan meningkatnya kecepatan putar¹⁵.

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, diketahui bahwa degradasi *congo red* paling baik terjadi pada kecepatan putar *rotating drum* 39 rpm, yaitu sebanyak 63,618 %. Presentase degradasi ini hampir berdekatan dengan presentase degradasi yang dihasilkan pada penggunaan kecepatan putar *rotating drum* 30 rpm, yaitu sebanyak 62,995 %. Dengan meningkatnya kecepatan putar di atas 39 rpm, maka presentase degradasi *congo red* yang terjadi juga semakin menurun.

Pada kecepatan putar rendah, kecepatan transfer massa juga rendah, dan mungkin menjadi langkah penentu laju untuk reaksi fotoelektrokatalisis. Peningkatan kecepatan putar menyebabkan peningkatan ketebalan lapisan tipis larutan *congo red* yang terbentuk, dan menyebabkan peningkatan kesempatan interaksi antara *congo red* dengan fotokatalis TiO_2 sehingga presentase degradasi yang dihasilkan juga meningkat. Ketika ketebalan lapisan tipis larutan *congo red* cukup tinggi, terlepas dari meningkatnya kecepatan putar, presentase degradasi berkurang mungkin karena kapasitas fotokatalis TiO_2 .



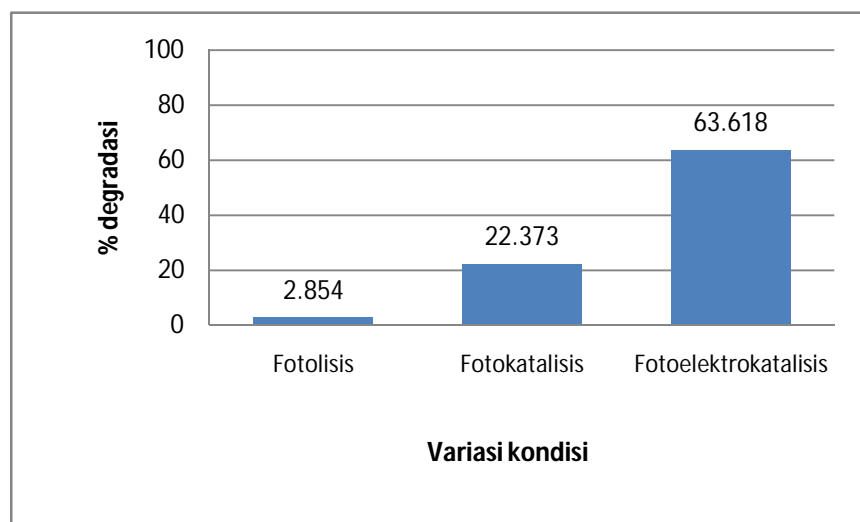
Gambar 4.18. Presentase degradasi *congo red* dengan variasi kecepatan putar *rotating drum*

Oleh karena itu, penting untuk menentukan kecepatan putar optimum dimana ketebalan lapisan tipis larutan yang terbentuk optimum, transfer massa yang terjadi dari larutan ke permukaan fotokatalis juga optimum sesuai dengan kapasitas fotokatalis, dan waktu interaksi antara larutan *congo red* dengan fotokatalis TiO_2 cukup untuk mendegradasi larutan *congo red* sebelum akhirnya dikembalikan kembali ke badan larutan.

4.3.2 Evaluasi Proses Fotolisis, Fotokatalisis, dan Fotoelektrokatalisis dalam Mendegradasi Zat Warna *Congo Red* pada Reaktor Fotoelektrokatalisis *Rotating Drum*.

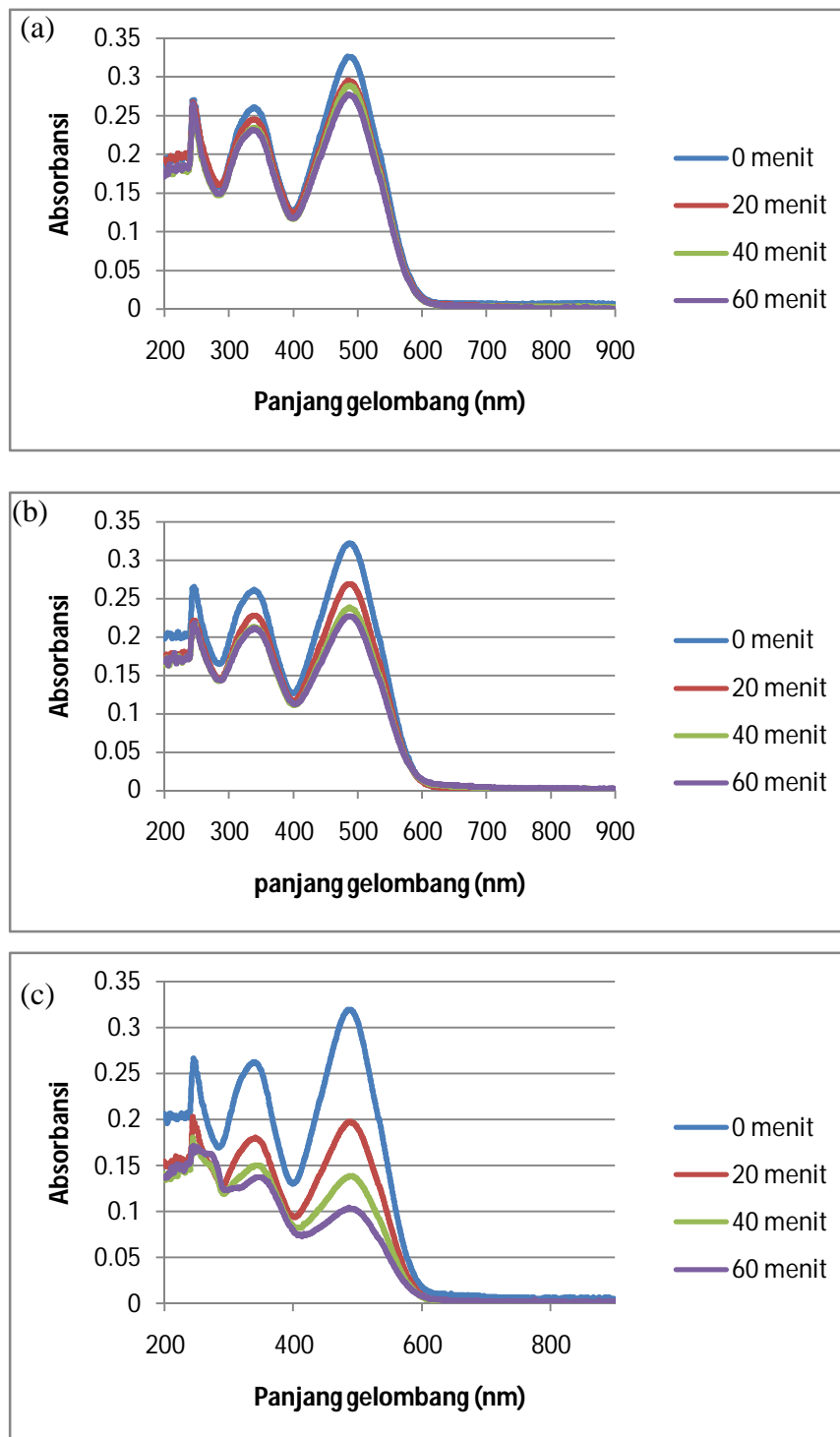
Sebagai perbandingan dan juga kontrol, dilakukan juga percobaan secara fotolisis dan fotokatalisis. Proses fotolisis dilakukan dengan menyinari larutan uji yang akan didegradasi dengan sinar UV. Proses fotokatalisis dilakukan dengan menggunakan *rotating drum* yang telah dilapisi TiO₂ dengan kecepatan putar 39 rpm, dan disertai dengan penyinaran UV.

Degradasi melalui fotoelektrokatalisis memperlihatkan hasil yang jauh lebih baik dibandingkan proses fotolisis, maupun fotokatalisis. Tingginya hasil degradasi melalui fotoelektrokatalisis ini menunjukkan bahwa rekombinasi pasangan elektron *hole* dapat dikurangi sehingga pembentukan radikal hidroksil menjadi optimum dan cukup untuk memecah ikatan kromofor *congo red*. Hasil degradasi zat warna *congo red* secara visual ditandai dengan pemudaran warna merah menjadi tidak berwarna (foto perubahan warna yang terjadi terdapat pada lampiran).



Gambar 4.19. Presentase degradasi *congo red* dengan variasi kondisi perlakuan

Berikut ini merupakan spektrum absorpsi degradasi *congo red* melalui proses fotolisis, fotokatalisis, dan fotoelektrokatalisis.



Gambar 4.20. Spektrum absorpsi degradasi *congo red* 10 ppm dalam NaNO_3 0,1 M secara (a) fotolisis (b) fotokatalisis, dan (c) fotoelektrokatalisis

Pada proses fotolisis, terlihat bahwa penurunan absorbansi tidak terlalu signifikan, dan secara visual perubahan warna setelah prosesnya tidak terlalu berbeda jauh dengan keadaan awal. Pada proses fotokatalisis dan fotoelektrokatalisis, terlihat bahwa penurunan absorbansi yang terjadi lebih signifikan jika dibandingkan dengan proses fotolisis, dan secara visual terjadi pemudaran warna dari keadaan awalnya. Pada proses fotoelektrokatalisis, terlihat jelas dari spektrumnya bahwa pada menit ke-40 dan menit ke-60 terjadi penurunan absorbansi yang signifikan pada panjang gelombang 492 nm. Hal ini menunjukkan bahwa degradasi *congo red* melalui proses fotoelektrokatalisis mampu memecah ikatan kromofor *congo red* lebih cepat.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Beberapa kesimpulan yang dapat diambil dari hasil penelitian ini adalah :

1. Telah berhasil dipreparasi lapisan tipis TiO₂ di atas plat Ti dengan metode oksidasi termal pada suhu rendah (300° C dan 400° C).
2. Lapisan tipis TiO₂ rutil hasil preparasi pada suhu tinggi (650° C selama 2 jam) memiliki aktifitas fotoelektrokatalisis yang lebih tinggi dibandingkan lapisan tipis TiO₂ optimum hasil preparasi pada suhu rendah (400° C selama 48 jam) dalam mendegradasi zat warna *congo red* pada berbagai variasi perlakuan.
3. Telah berhasil digunakan lapisan tipis TiO₂ hasil preparasi pada suhu tinggi (650° C selama 2 jam) sebagai anoda pada reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum* untuk mendegradasi zat warna *congo red*.
4. Kecepatan putar *rotating drum* mempengaruhi degradasi zat warna *congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M, dimana kecepatan putar optimum berada pada 39 rpm.

5.2 Saran

- Perlu dilakukan percobaan untuk membuat lapisan tipis TiO₂ di atas plat Ti dengan metode oksidasi termal pada suhu rendah dalam lingkungan udara kaya oksigen, sehingga lapisan yang terbentuk lebih tebal dalam waktu yang lebih singkat dan struktur dan bentuk kristal TiO₂ anatase yang terbentuk mampu dideteksi oleh XRD dan SEM.
- Perlu dilakukan pengulangan percobaan terhadap kondisi yang sama agar data yang dihasilkan memiliki akurasi dan presisi yang tinggi, serta mengetahui kemampuan aktifitas fotokatalis TiO₂ yang dibuat dengan metode oksidasi termal jika dipakai berulang kali.

- Perlu dilakukan penelitian terhadap senyawa intermediet yang terbentuk selama proses degradasi.

DAFTAR PUSTAKA

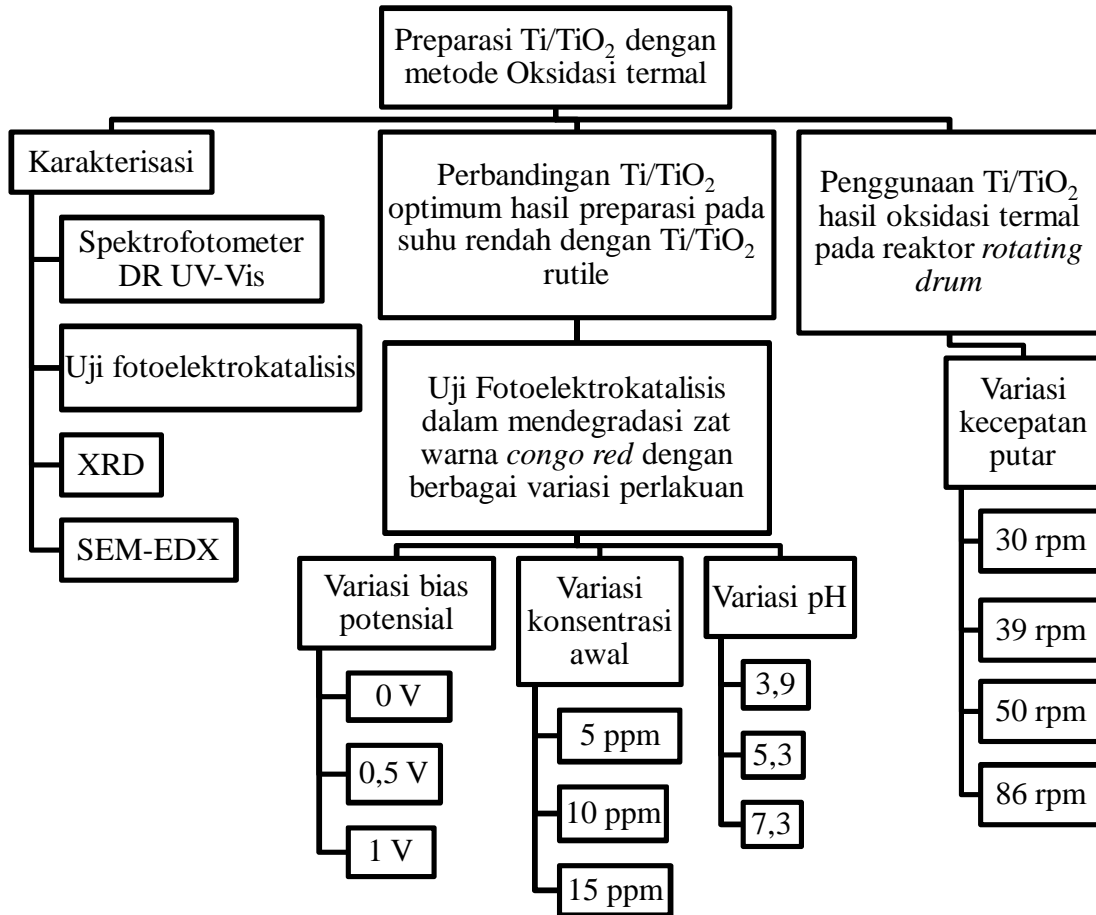
1. Carneiro, et.al. (2004). Evaluation of color removal and degradation of a reactive textile azo dye on nanoporous TiO₂ thin-film electrodes. *Electrochimica Acta*, 49, 3807-3820.
2. Chang H, T., N. Wu, F. Zhu. (2000). A Kinetic Model for Photocatalytic Degradation of Organic Contaminant in a Thin Film TiO₂ Catalyst. *Water Res.*, 34, 407-416.
3. Hoffman M. R., S. T. Martin, W. Choi., D. W. Bahnemann. (1995). Enviromental Application of Semiconductor Photocatalysis. *Chem. Rev*, 95, 735-758.
4. Al-Rasheed, R. (2005). Water Treatment by Heterogeneous Photocatalysis an Overview. The 4th SWCC Acquired Experience Symposium, Jeddah.
5. Surahman, H. (2004). *Studi Pengembangan Reaktor Fotokatalitik Dengan TiO₂ yang Diimobilisasi Pada Dinding Bagian Dalam Kolom Gelas: Optimasi Reaktor Alir dan Uji Kemampuannya Terhadap Degradasi 4-Klorofenol*. Tesis Magister Ilmu Kimia, Program Pasca Sarjana FMIPA UI.
6. <http://www.webexhibits.org> (diakses pada 12 Desember 2011 pukul 20.51)
7. <http://ruby.colorado.edu> (diakses pada 12 Desember 2011 pukul 22.05)
8. Kabra, K., Chaundhary, R., Sawhney, R. L. (2004). Treatment of Hazardous Organic and Inorganic Compounds through Aqueous-Phase Photocatalysis. A Review. *Ind. Eng. Chem. Res.* 43, 7683-7696.
9. Harper, J.C., et. al. (2001). Effect of catalyst type on the kinetics of the photoelectrochemical disinfection of water inoculated with *E. coli*. *Journal of Applied Electrochemistry*, 31, 623-628.
10. Syahroni, C., Gunlazuardi, J., Asijati, E., Krisnandi, Y.K., Tribidasari, I., Surahman, H. (2011). Preparation of TiO₂ Thin Film Photoanode by Direct Oxidation for Photoelectrocatalytic Application. The 14th Asian Chemical Congress, Bangkok.

11. Natarajan, T.S., et. al. (2011). Energy Efficient UV-LED Source and TiO₂ Nanotube Array-Based Reactor for Photocatalytic Application. *Industrial & Engineering Chemistry Research. Ind. Eng. Chem. Res.* 50, 7753-7762.
12. Whitten, K., Gailey K., & Davis R. (1992). *General Chemistry with Qualitative Analysis 4th Ed.* Florida: Harcourt Brace Jovanovich Publishers.
13. Hidayat, N. (2009). *Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida : Uji aktifitas Terhadap Congo Red dan Uji Aplikasi Sebagai Pelapis Dinding dalam Ruang Kaca Untuk Degradasi Uap Xilena.* [Skripsi]. Depok : Kimia FMIPA UI.
14. MSDS Congo Red. (1999). Environmental Health and Safety, USA.
15. Xu, Y., He, Y., Cao, X., Zhong, D., Jia, J. (2008). TiO₂/Ti rotating disk photoelectrocatalytic (PEC) reactor : a combination of highly effective thin-film PEC and conventional PEC process on a single electrode. *Environ. Sci. Technol.* 42, 2612-2617.
16. Gemelli, N.H.A. Camargo. (2007). Oxidation kinetics of commercially pure titanium. *Revista Matéria*, 12, 525-531.
17. Liu, X., Chu, P.K., Ding, C. (2004). Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Material science and Engineering*, 47, 49-121.
18. Valencia, S., Marin, J.M., Restrepo, G. (2010). Study of the Bandgap of Synthesized Titanium Dioxide Nanoparticles Using the Sol-Gel Method and a Hydrothermal Treatment. *The Open Materials Science Journal*, 4, 9-14.
19. Bard, A.J., and Faulkner, L.R. (2001). *Electrochemical Methods : Fundamentals and Applications* (2nd Ed.). United States of America: Phoenix.
20. Erdemoğlu, S., et. al. (2008). Photocatalytic degradation of Congo Red by hydrothermally synthesized nanocrystalline TiO₂ and identification of degradation products by LC-MS. *Journal of Hazardous Materials*, 155, 469-476.

21. C. Hu, J.C. Yu, Z. Hao, P.K.Wong. (2003). Effects of acidity and inorganic ions on the photocatalytic degradation of different azo dyes. *Appl. Catal. B: Env*, 46, 35–47.
22. Zhang, L., Kanki, T., Sano, N., Toyoda, A. (2001). Photocatalytic degradation of organic compounds in aqueous solution by a TiO₂-coated rotating-drum reactor using solar light. *Solar Energy*. 70, 4, 331-337.
23. Nurjana, Siti. (2008). *Degradasi Congo Red Secara Fotokatalitik Menggunakan Lapisan Tipis TiO₂ yang Diimobilisasi dengan Metoda Sol-Gel pada Dinding Bagian dalam Kolom Tabung Gelas*. Tesis Magister Ilmu Kimia, Program Pasca Sarjana FMIPA UI.
24. Chang, Raymond. (2005). *Kimia Dasar Konsep Konsep Inti Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta : Erlangga.
25. Fujishima, A., Hashimoto, K., & Watanabe, T. (1999). TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications. BKC, Inc, Japan.
26. Linsebigler, A. L., L. Guangquan, J. T. Yates. (1995). Photocatalysis on TiO₂ surface : principles, mechanism and selected results. *Chem. Rev.* 95, 735-738.
27. Skoog, D. A., et. al. (1996). *Fundamentals of Analytical Chemistry 7th ed*. Saunders College Publishing.

LAMPIRAN I

Diagram Alir Penelitian :



LAMPIRAN II

Karakterisasi TiO₂ hasil sintesis dengan spektrofotometer DR UV-Vis

- Perhitungan nilai Energi celah TiO₂ menggunakan persamaan Kubelka-Munk

$$: \quad F(R) = \frac{K}{S} = \frac{(1-R)^2}{2R}$$

F(R) = Faktor Kubelka-Munk

K = Koefisien absorpsi

S = Koefisien *scattering*

R = nilai reflektan yang diukur

Koefisien absorpsi berhubungan dengan energi foton yang terjadi :

$$K = A (E - E_g)^\gamma$$

A = Konstanta yang tergantung dari sifat bahan

E = energi foton

E_g = bandgap

γ = 1/2 untuk transisi langsung

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{A(E - E_g)^{1/2}}{S}$$

$$((F(R)))^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 (E - E_g)$$

$$((F(R))^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

$$\begin{array}{ccccccc} \downarrow & & \downarrow & \downarrow & & \downarrow & \\ y & = & b & x & \pm & a & \end{array}$$

Nilai x pada saat $y = 0$ merupakan nilai energi celah

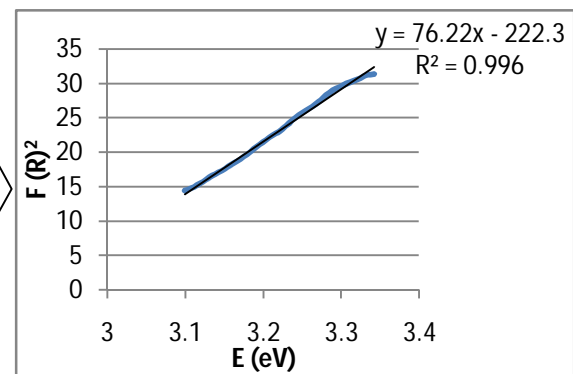
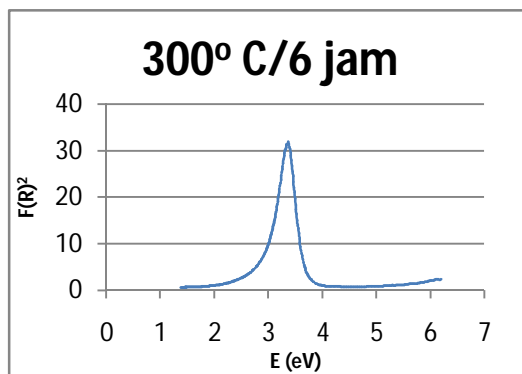
$$((F(R))^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

$$0 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

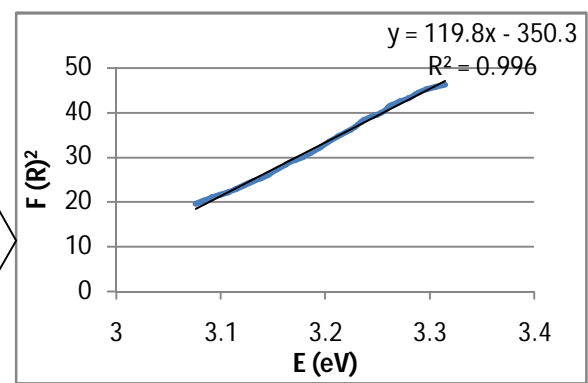
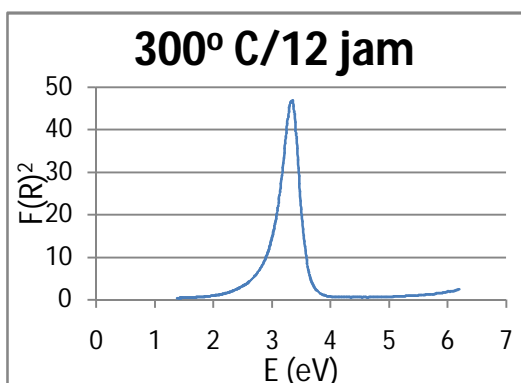
$$\left(\frac{A}{S}\right)^2 E = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

$$E = E_g$$

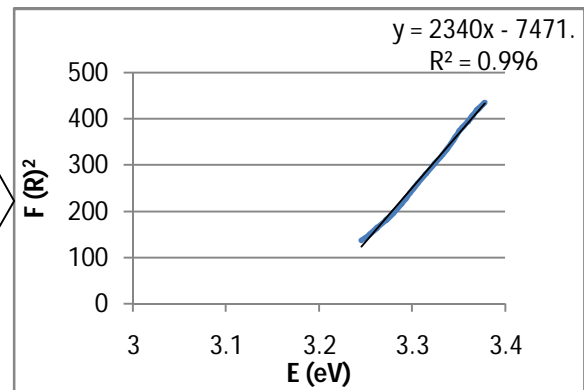
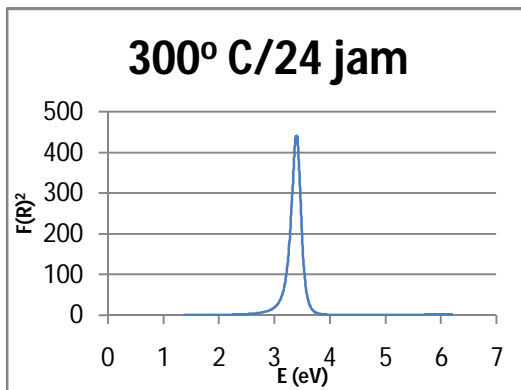
Ekstrapolasi daerah linier :



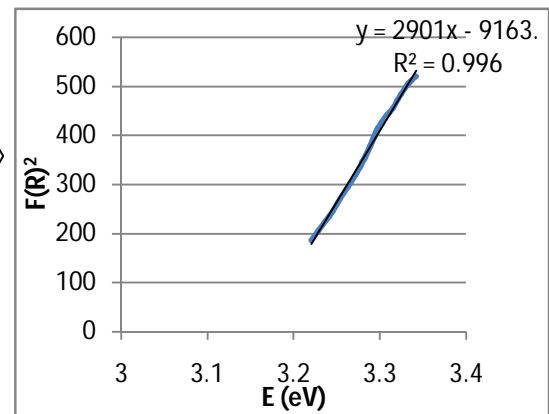
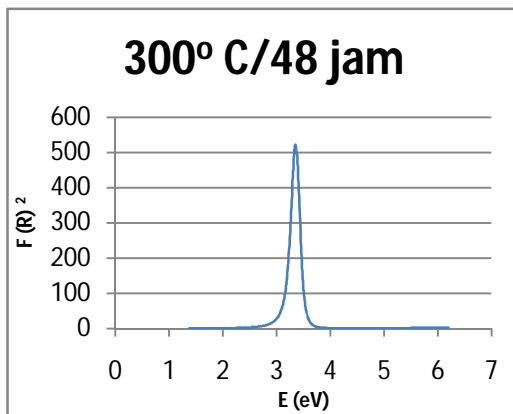
$$E_g = 2.916 \text{ eV}$$



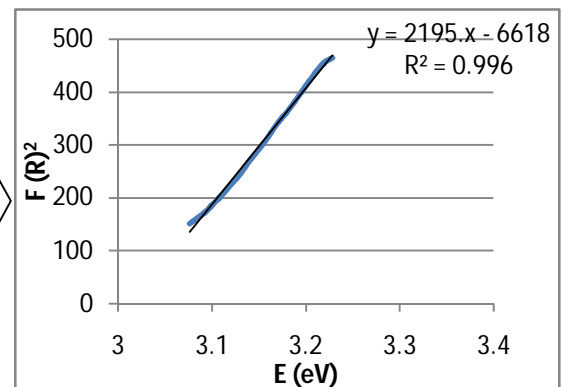
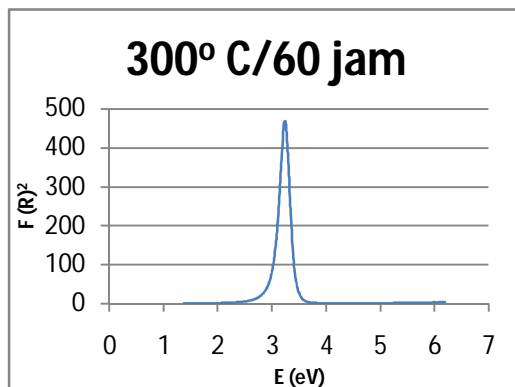
$$E_g = 2.924 \text{ eV}$$



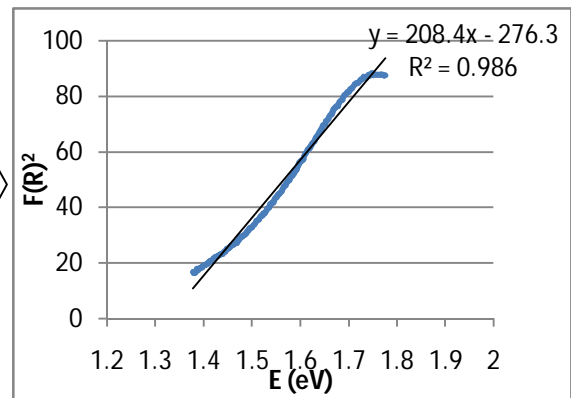
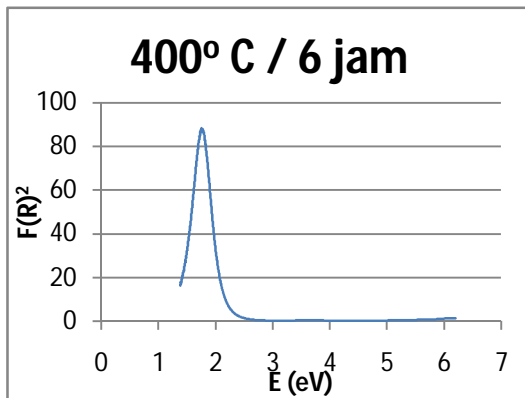
$E_g = 3.193$ eV



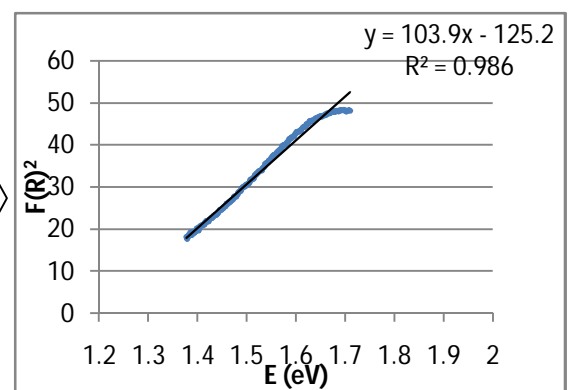
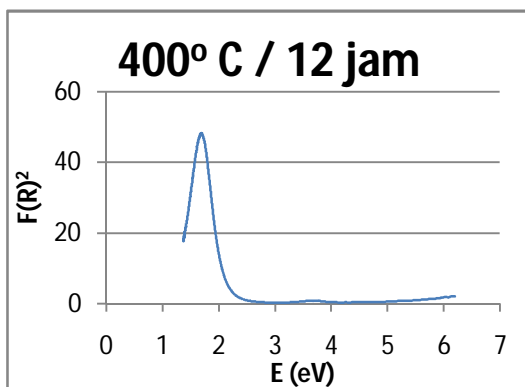
$E_g = 3.159$ eV



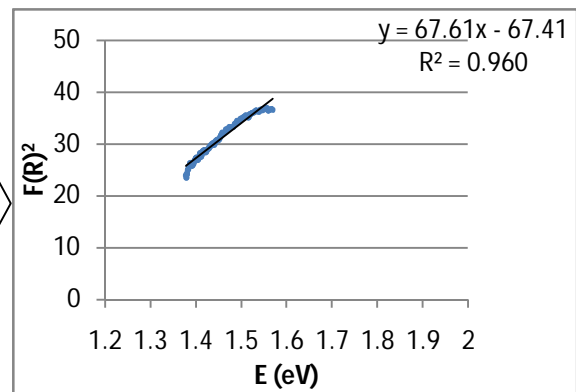
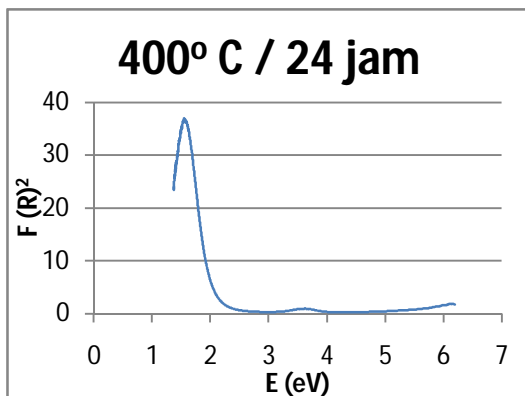
$E_g = 3.015$ eV



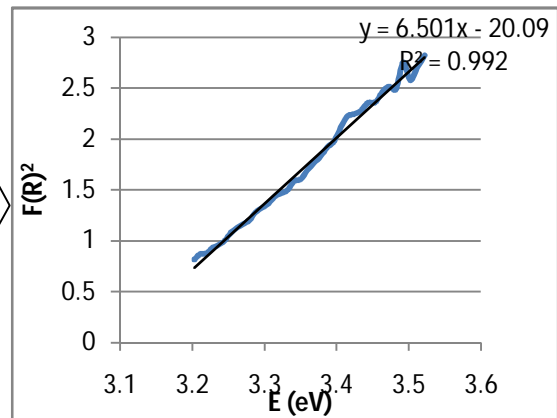
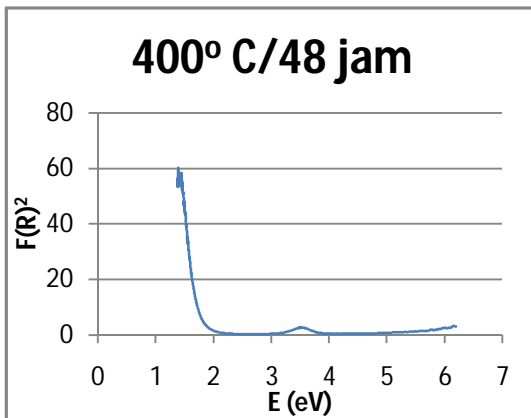
$E_g = 1.326$ eV



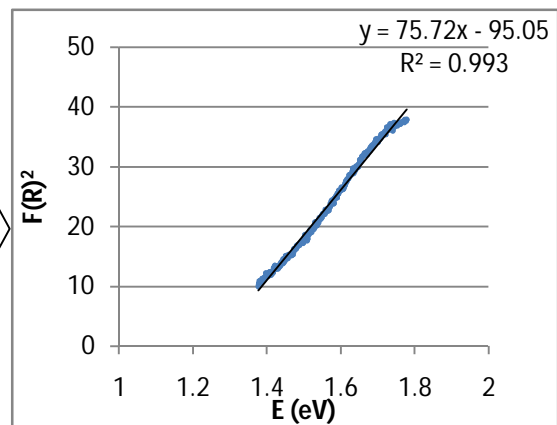
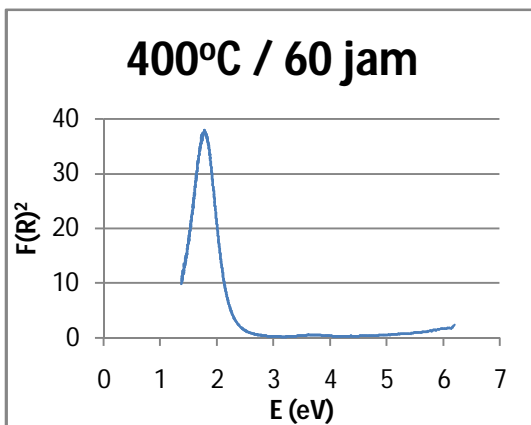
$E_g = 1.205$ eV



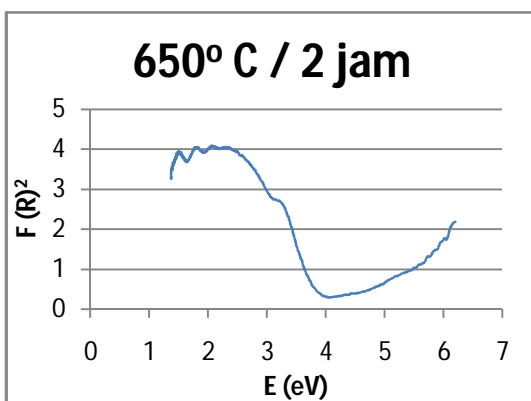
$E_g = 0.997$ eV



$$E_g = 3.090 \text{ eV}$$



$$E_g = 1.255 \text{ eV}$$



LAMPIRAN III

Data XRD Untuk TiO₂ hasil preparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu 400° C selama 48 jam.

*** Basic Data Process ***

Group : 0515
Data : 1

Strongest 3 peaks

no. peak	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	6	40.2374	2.23946	100	0.29430	458	7198
2	16	70.6467	1.33226	90	0.37610	414	8223
3	20	76.2701	1.24741	72	0.28800	329	5115

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	35.1650	2.55000	10	0.30340	46	662
2	37.8200	2.37686	6	0.16000	27	292
3	38.0400	2.36362	15	0.26000	70	1032
4	38.4310	2.34047	69	0.34440	318	5463
5	39.8000	2.26306	5	0.09340	21	184
6	40.2374	2.23946	100	0.29430	458	7198
7	42.5475	2.12307	3	0.18500	16	300
8	43.6983	2.06979	3	0.14330	15	181
9	44.8486	2.01933	3	0.15070	14	193
10	52.6400	1.73732	7	0.24000	31	621
11	53.0509	1.72483	52	0.30000	239	3615
12	62.5800	1.48314	5	0.20000	22	398
13	63.0318	1.47360	59	0.23960	270	3352
14	63.3400	1.46717	4	0.14000	20	292
15	69.8400	1.34566	3	0.20000	14	363
16	70.6467	1.33226	90	0.37610	414	8223
17	71.0200	1.32617	5	0.14280	23	286
18	75.5066	1.25812	3	0.21330	15	181
19	75.9000	1.25257	8	0.15500	37	445
20	76.2701	1.24741	72	0.28800	329	5115
21	77.4268	1.23164	8	0.23640	36	633

TiO₂ anatase

Ti

```
# Data Infomation
  Group           : 0515
  Data            : 1
  Sample Nmae    : 1
  Comment         :
  Date & Time    : 05-22-12 14:17:29

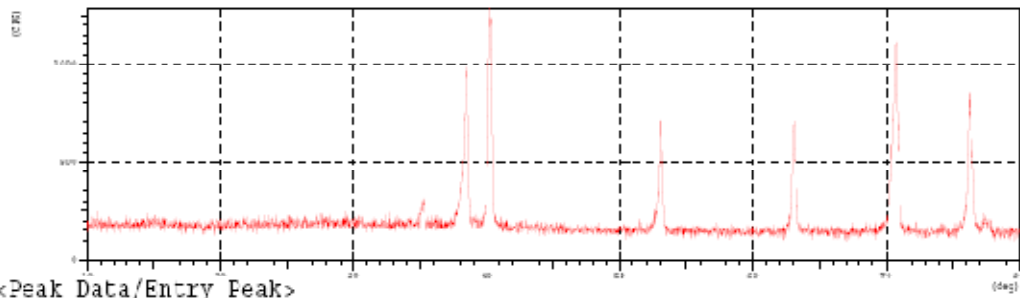
# Measurement Condition
  X-ray tube
  target          : Cu
  voltage         : 40.0 (kV)
  current         : 30.0 (mA)

  Slits
  Auto Slit      : not Used
  divergence slit : 1.00000 (deg)
  scatter slit   : 1.00000 (deg)
  receiving slit  : 0.30000 (mm)

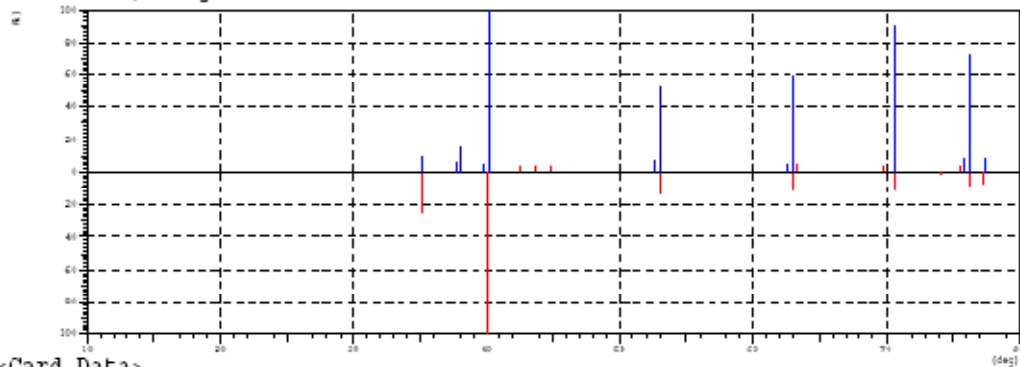
  Scanning
  drive axis     : Theta-2Theta
  scan range     : 10.0000 - 80.0000 (deg)
  scan mode      : Continuous Scan
  scan speed     : 2.0000 (deg/min)
  sampling pitch : 0.0200 (deg)
  preset time    : 0.60 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing      [ AUTO ]
  smoothing points : 17
  B.G.Subtruction [ AUTO ]
  sampling points : 17
  repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search     [ AUTO ]
  differential points : 17
  FWHM threshold  : 0.050 (deg)
  intensity threshold : 30 (par mil)
  FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

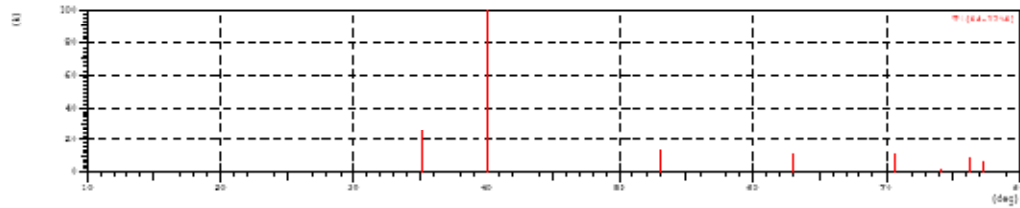
<Raw Data>



<Peak Data/Entry Peak>




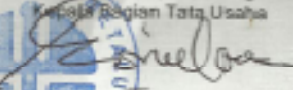
<Card Data>




No.	Card	Chemical Formula	S	L	d	I	R
		Chemical Name (Mineral Name)	Dx		WT%	S.G.	
1	44-1294	Ti	0.927	0.889 (8/17)	0.901	0.374	0.299
		Titanium	4.51		P63/mmc		

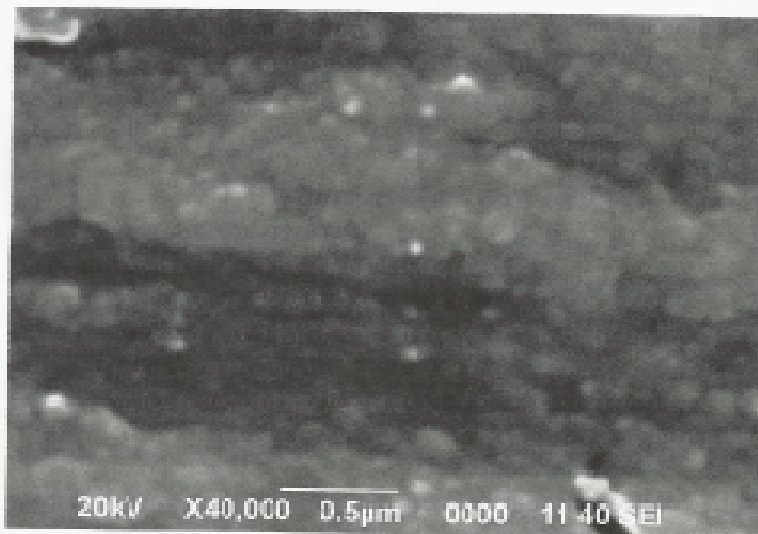
LAMPIRAN IV

Data SEM-EDX :

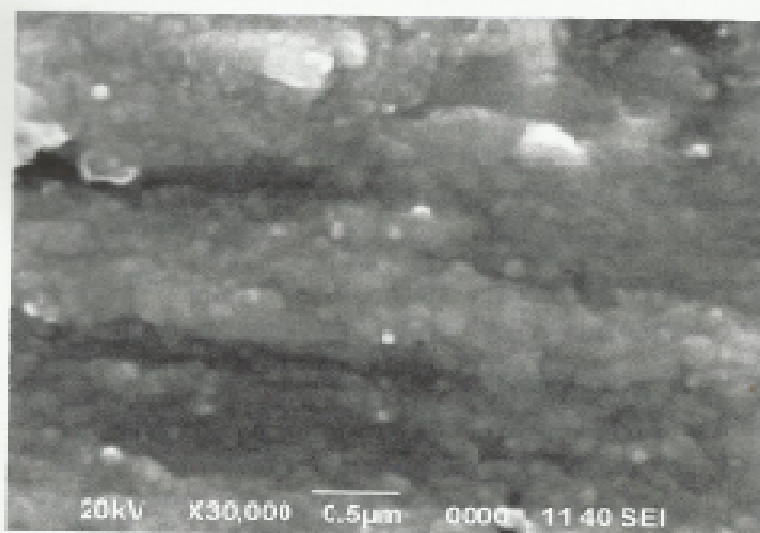
	
LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA PUSAT PENELITIAN METALURGI Kawasan PUSPIPTEK - Serpong, Tangerang 15314 Telp. : 021 - 7560911, 7563205 Faks : 021 - 7580663 E-mail : pz2m@metalurgi.lipi.go.id, Web : http://www.metalurgi.lipi.go.id	
LAPORAN ANALISIS <i>Report of Analysis</i>	
Laporan No	: 277-1/IPK-4.06/KS/VI/2012
Report No	
Dibuat Untuk	: Dewi Permatasari - UI
Executed for	
Metode	: SEM - EDS
Metode	
Komoditi	: Sampel 1
Materia	
Hasil Pengujian	: Qualitative and Semi Quantitative Analysis by SEM-EDS
Test Result	<ol style="list-style-type: none"> 1. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 40,000 x (Gambar Terlampir) 2. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 30,000 x (Gambar Terlampir) 3. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 20,000 x (Gambar Terlampir) 4. Qualitative Analysis Area 1 (Grafik Terlampir) Unsur yang terkandung dalam sampel yaitu : N, O, F, Ti 5. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 40,000 x (Gambar Terlampir) 6. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 30,000 x (Gambar Terlampir) 7. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 20,000 x (Gambar Terlampir) 8. Qualitative Analysis Area 2 (Grafik Terlampir) Unsur yang terkandung dalam sampel yaitu : O, Ti 9. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 40,000 x (Gambar Terlampir) 10. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 30,000 x (Gambar Terlampir) 11. Foto Permukaan Sampel Pada Perbesaran 20,000 x (Gambar Terlampir) 12. Qualitative Analysis Area 3 (Grafik Terlampir) Unsur yang terkandung dalam sampel yaitu : N, Ti 13. Persentase Semi Quantitative Analysis (Hasil Terlampir)
Serpong, 19 Juni 2012 Pusat Penelitian Metalurgi - LIPI Kepala Bagian Tata Usaha  Toni Bambang Romijanto, MT NIP. 19500628 198602 1 003	
<small>* Laporan ini hanya berlaku untuk sampel yang diuji This report refers to the tested sample only</small>	
<small>* Laporan ini tidak boleh dipinjam sebarang mesin dan seluruhnya tetap di atas Pusat Penelitian This report may not be reproduced by any other machine and it is kept at the Center of Research</small>	

 <p>PUSAT METALURGI UPR</p>	<h2>REPORT OF ANALYSIS</h2>	Lap No. : 277-10PK-4.06/KS/V/2012 Halaman : 2 dari 8
------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------	---------------------------------------------------------

1. Foto Permukaan Electron Microscope (perbesaran 40.000 x)



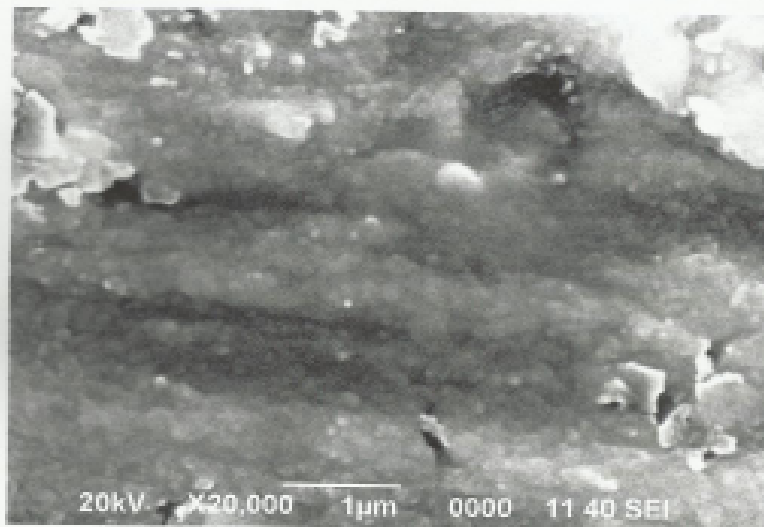
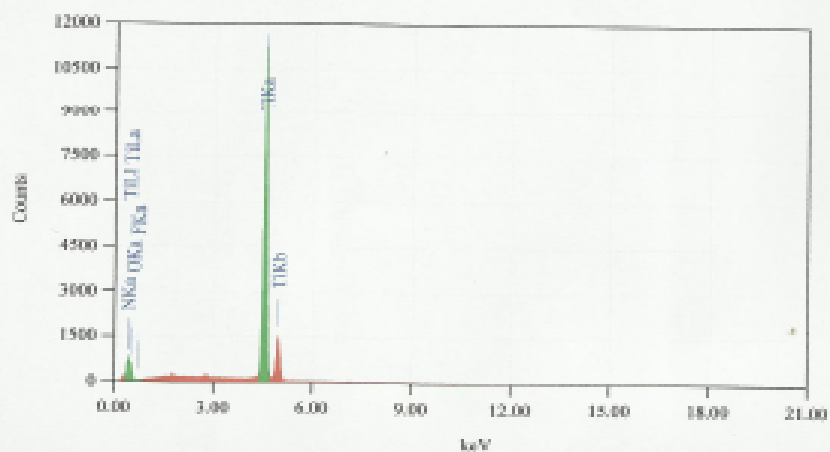
2. Foto Permukaan Electron Microscope (perbesaran 30.000 x)




PUSLIT METALLURGI
UPI**REPORT OF ANALYSIS**

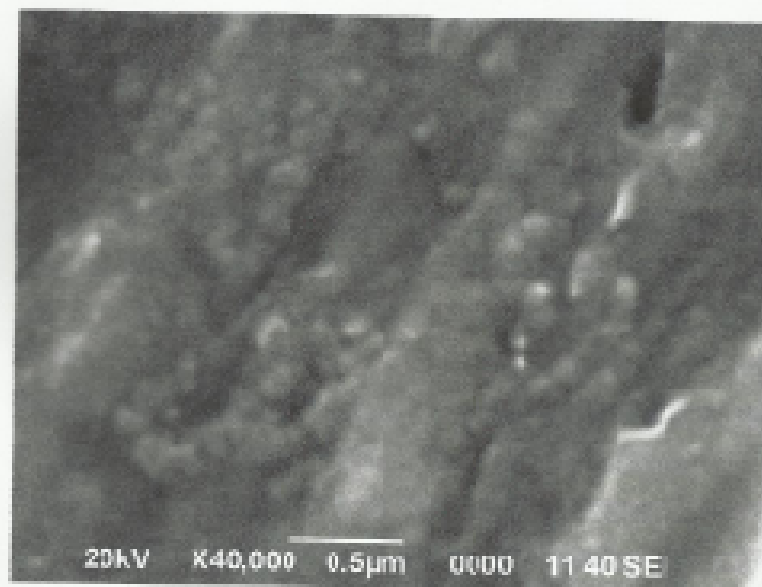
Lap No. : 277-10PK-4,06/KS/VI/2012

Halaman : 3 dari 8

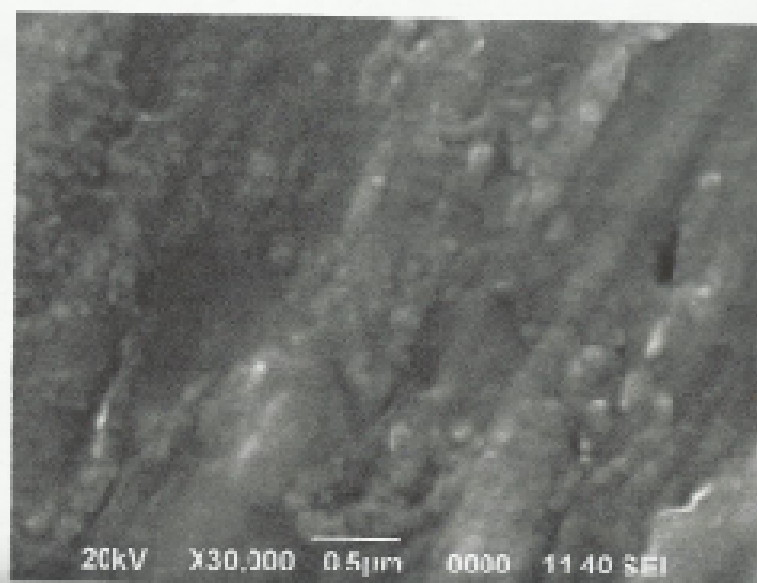
3. Foto Permukaan Electron Microscope Area 1 (perbesaran 20.000 x)**4. Grafik Analisis Kualitatif (Perbesaran 20.000 x)**

 <p>PUSAT METALURGI UPI</p>	<h2>REPORT OF ANALYSIS</h2>	Lap.No. : 277-1/MPK-4.06/ES/VI/2012 Halaman : 4 dari 8
------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------	-----------------------------------------------------------

5. Foto Permukaan Electron Microscope (perbesaran 40.000 x)



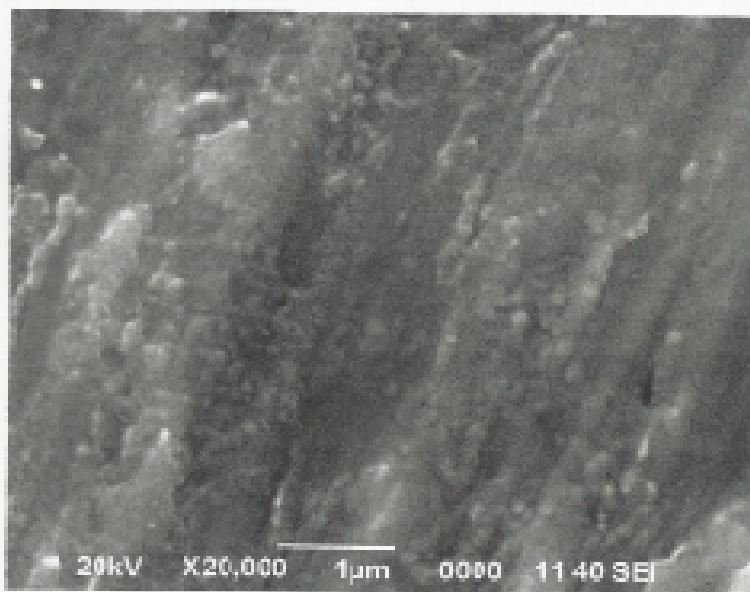
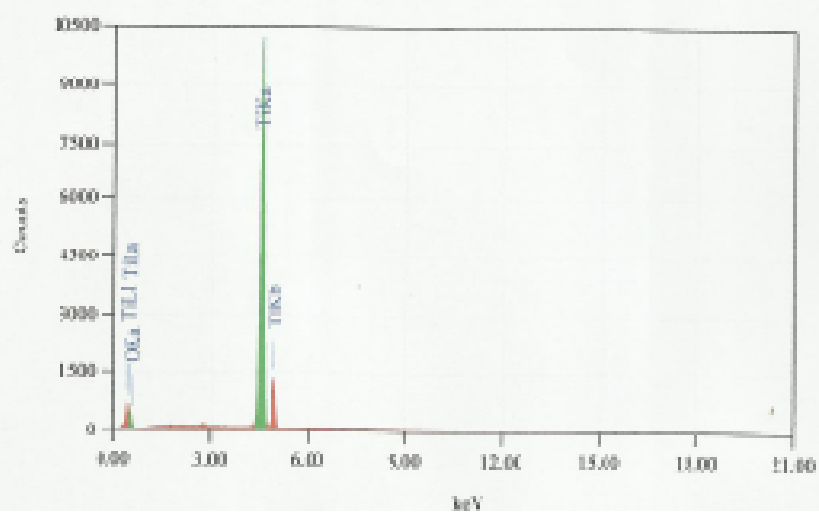
6. Foto Permukaan Electron Microscope (perbesaran 30.000 x)




FISIK METALURGI
ITS**REPORT OF ANALYSIS**

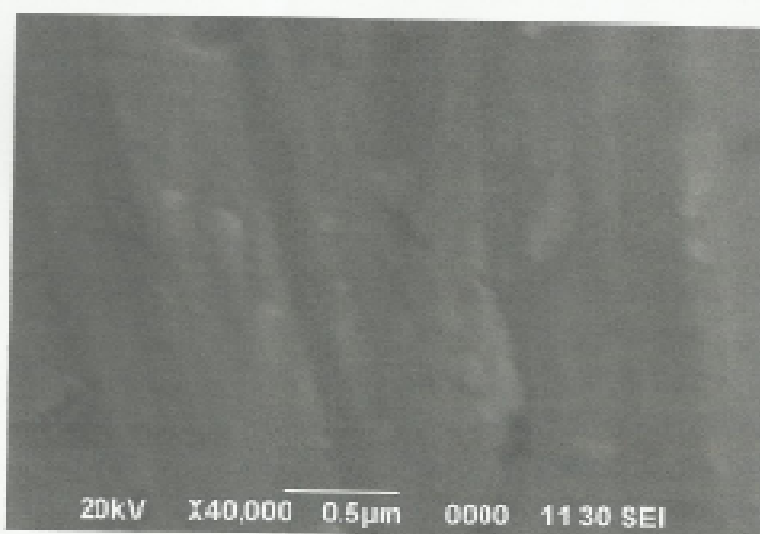
Lap No. : 277-I/PPG-4.06/KSNV10012

Halaman 5 dari 8

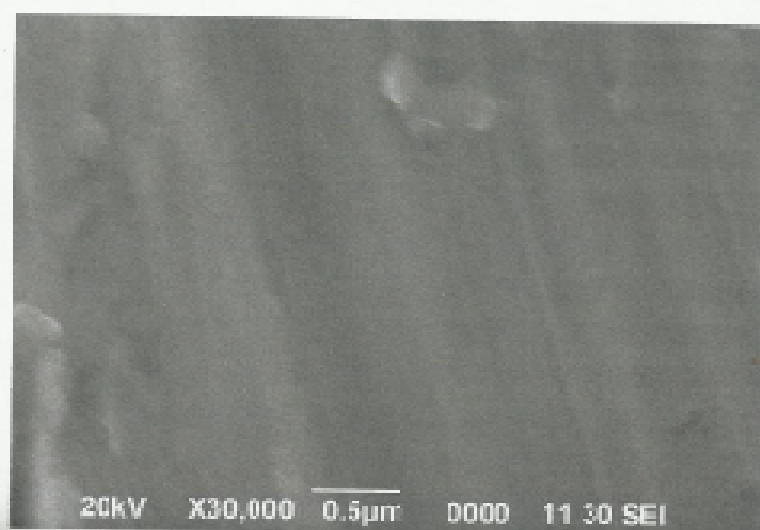
7. Foto Permukaan Electron Microscope Area 2 (perbesaran 20.000 x)**8. Grafik Analisis Kualitatif (Perbesaran 20.000 x)**


 <p>PUSAT METALLURGI UPR</p>	REPORT OF ANALYSIS	Lap No. : 277-L/PR-466/KS/V/1012 Halaman : 4 dari 8
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------	--------------------------------------------------------

9. Foto Permukaan Electron Microscope (perbesaran 40.000 x)

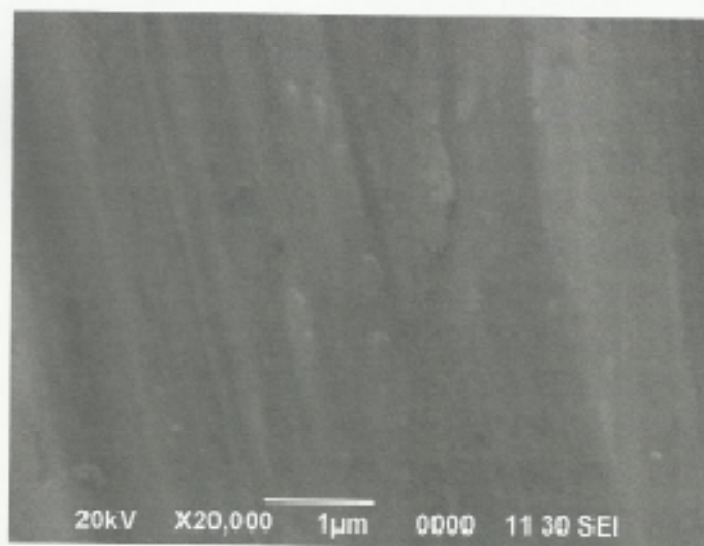


10. Foto Permukaan Electron Microscope (perbesaran 30.000 x)

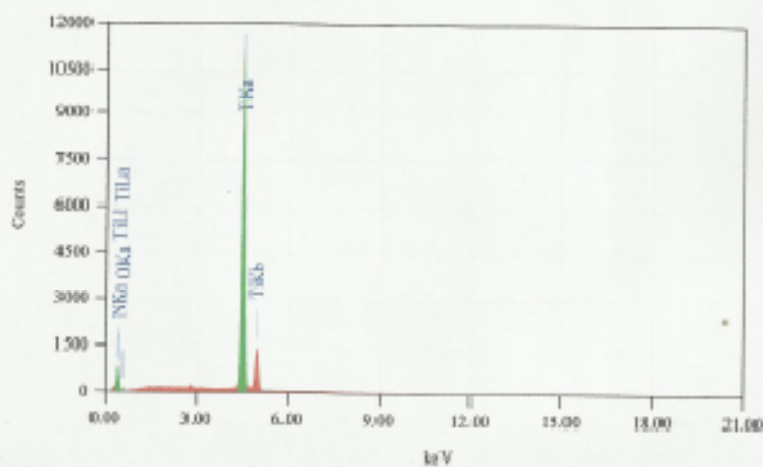



 <p>PUSLIT METALURGI LIP</p>	<h2>REPORT OF ANALYSIS</h2>	Lap No. : 277-1/PPK-4.06/KS/W/2012 Halaman : 7 dari 8
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------	----------------------------------------------------------

11. Foto Permukaan Electron Microscope Area 3 (perbesaran 20.000 x)



12. Grafik Analisis Kualitatif (Perbesaran 20.000 x)



 PUSLIT METALURGI LIP	REPORT OF ANALYSIS	Lap No. : 277-1/MPK-8.0/KS/VI/2012 Halaman : 8 dari 8
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------	----------------------------------------------------------

13. Persentase Semi Quantitative Analysis

13.1. Pada Area 1 Perbesaran 20.000 x

Unsur Element	Persentase Massa / % Mass Percentage / %
N	3.37
O	12.98
F	0.13
Ti	83.52

13.2. Pada Area 2 Perbesaran 20.000 x

Unsur Element	Persentase Massa / % Mass Percentage / %
O	11.46
Ti	88.54

13.3. Pada Area 3 Perbesaran 20.000 x

Unsur Element	Persentase Massa / % Mass Percentage / %
N	5.64
O	0.00
Ti	94.36

Ket :

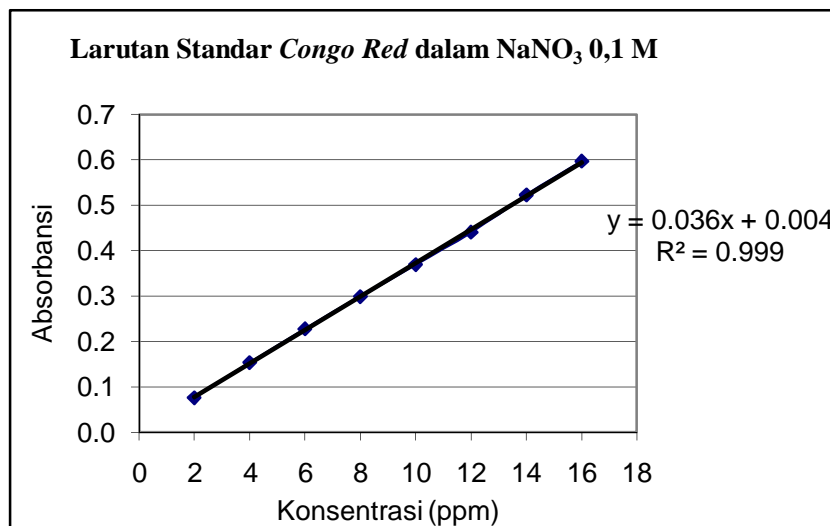
- Area 1 : Ti/TiO₂ 400° C/48 jam
- Area 2 : Ti/TiO₂ 400° C/60 jam
- Area 3 : Permukaan Plat Titanium

LAMPIRAN V

Data konsentrasi dan absorbansi Larutan standar *Congo Red* dalam NaNO_3 0,1 M pada $\lambda = 492 \text{ nm}$

Konsentrasi (ppm)	A
2	0,077
4	0,154
6	0,228
8	0,299
10	0,369
12	0,440
14	0,522
16	0,596

Kurva larutan standar *Congo Red* dalam NaNO_3 0,1 M pada $\lambda = 492 \text{ nm}$



LAMPIRAN VI

Data absorbansi pada saat uji degradasi zat warna *congo red* pada proses fotoelektrokatalisis menggunakan reaktor fotoelektrolisis sistem *batch* dengan berbagai variasi perlakuan.

$$\% \text{ degradasi} : \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

- Variasi bias potensial

Degradasi *Congo red* 10 ppm dalam NaNO_3 0,1 M (pH=5,3) dengan variasi bias potensial

Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) dengan V = 0 V vs Ag/AgCl

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,300	0,811	8,031	-0,210	18,936
20	0,269	0,726	7,188	-0,321	27,443
30	0,236	0,635	6,291	-0,454	36,499
40	0,202	0,542	5,367	-0,613	45,830
50	0,180	0,481	4,769	-0,731	51,867
60	0,157	0,418	4,143	-0,872	58,179

Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) dengan V = 0,5 V vs Ag/AgCl

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,290	0,783	7,759	-0,244	21,680
20	0,222	0,597	5,911	-0,517	40,341
30	0,170	0,454	4,497	-0,790	54,611
40	0,136	0,361	3,572	-1,020	63,942
50	0,110	0,289	2,865	-1,241	71,077
60	0,094	0,245	2,430	-1,405	75,468

Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) dengan V = 1 V vs Ag/AgCl

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,256	0,690	6,835	-0,371	31,010
20	0,192	0,514	5,095	-0,665	48,574
30	0,145	0,385	3,817	-0,954	61,472
40	0,113	0,297	2,947	-1,212	70,254
50	0,093	0,243	2,403	-1,416	75,742
60	0,083	0,215	2,131	-1,536	78,487

Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) dengan V = 0 V vs Ag/AgCl

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,262	0,706	6,998	-0,348	29,364
20	0,205	0,550	5,448	-0,598	45,006
30	0,158	0,421	4,171	-0,865	57,905
40	0,122	0,322	3,192	-1,133	67,784
50	0,102	0,267	2,648	-1,319	73,273
60	0,088	0,229	2,267	-1,475	77,115

Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) dengan V = 0,5 V vs Ag/AgCl

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,266	0,717	7,107	-0,332	28,266
20	0,198	0,531	5,258	-0,634	46,927
30	0,145	0,385	3,817	-0,954	61,472
40	0,110	0,289	2,865	-1,241	71,077
50	0,089	0,232	2,295	-1,463	76,840
60	0,077	0,199	1,968	-1,616	80,133

Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) dengan V = 1 V vs Ag/AgCl

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,258	0,695	6,889	-0,363	30,462
20	0,186	0,498	4,932	-0,698	50,221
30	0,131	0,347	3,436	-1,059	65,314
40	0,101	0,265	2,621	-1,330	73,547
50	0,084	0,218	2,159	-1,524	78,212
60	0,074	0,190	1,887	-1,658	80,957

- Variasi Konsentrasi Awal

Degradasi *Congo red* (variasi konsentrasi) dalam NaNO₃ 0,1 M (pH =5,3) dengan bias potensial +1 V vs Ag/AgCl

Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) , pada konsentrasi 5 ppm

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,188	1,000	4,986	0,000	0,000
10	0,139	0,733	3,654	-0,311	26,719
20	0,109	0,569	2,838	-0,563	43,077
30	0,088	0,455	2,267	-0,788	54,528
40	0,072	0,367	1,832	-1,001	63,252
50	0,062	0,313	1,560	-1,162	68,705
60	0,060	0,302	1,506	-1,197	69,795

Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) , pada konsentrasi 15 ppm

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,556	1,000	14,992	0,000	0,000
10	0,489	0,878	13,170	-0,130	12,151
20	0,446	0,801	12,001	-0,223	19,949
30	0,406	0,728	10,913	-0,318	27,204
40	0,370	0,663	9,935	-0,411	33,733
50	0,336	0,601	9,010	-0,509	39,899
60	0,309	0,552	8,276	-0,594	44,796

Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) , pada konsentrasi 5 ppm

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,186	1,000	4,932	0,000	0,000
10	0,138	0,735	3,627	-0,307	26,462
20	0,108	0,570	2,811	-0,562	43,001
30	0,085	0,443	2,186	-0,814	55,680
40	0,070	0,361	1,778	-1,020	63,950
50	0,061	0,311	1,533	-1,168	68,911
60	0,057	0,289	1,424	-1,242	71,116

Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) , pada konsentrasi 15 ppm

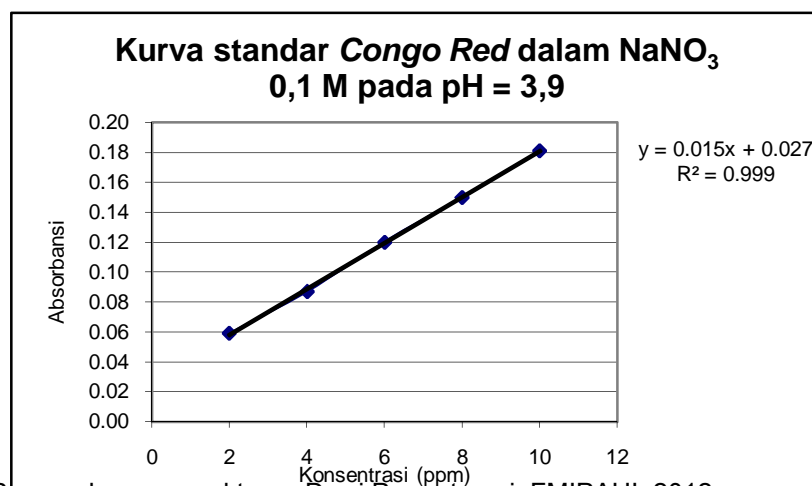
waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	In Ct/Co	% degradasi
0	0,550	1,000	14,829	0,000	0,000
10	0,510	0,927	13,741	-0,076	7,334
20	0,478	0,868	12,871	-0,142	13,201
30	0,439	0,796	11,811	-0,228	20,352
40	0,400	0,725	10,750	-0,322	27,503
50	0,360	0,652	9,663	-0,428	34,837
60	0,321	0,580	8,602	-0,545	41,988

- Variasi pH

Degradasi *Congo red* 10 ppm dalam NaNO₃ 0,1 M (variasi pH) dengan bias potensial +1V vs Ag/AgCl.

Data konsentrasi dan absorbansi Larutan standar *Congo Red* dalam NaNO₃ 0,1 M (pH = 3,9) pada $\lambda = 492 \text{ nm}$:

C (ppm)	A
2	0,059
4	0,087
6	0,120
8	0,150
10	0,181



Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) , pada pH = 3,9

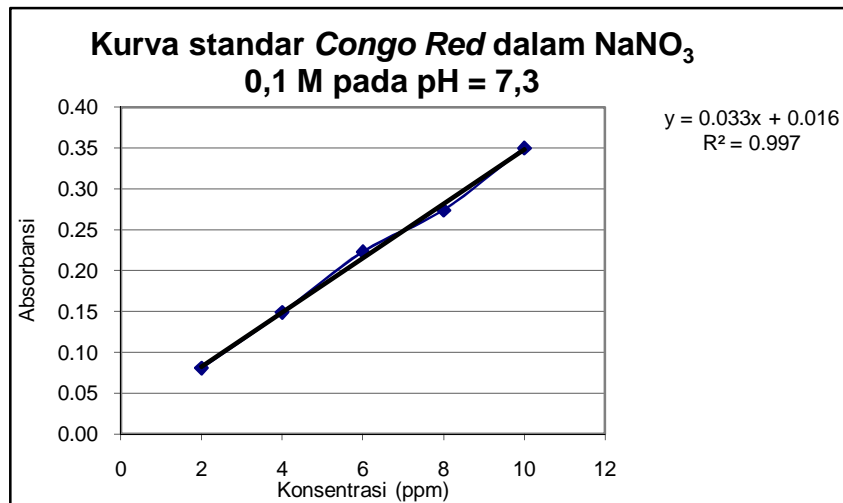
waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,181	1,000	10,013	0,000	0,000
10	0,168	0,915	9,166	-0,088	8,458
20	0,163	0,883	8,840	-0,125	11,711
30	0,150	0,798	7,993	-0,225	20,169
40	0,145	0,766	7,668	-0,267	23,422
50	0,136	0,707	7,081	-0,346	29,278
60	0,132	0,681	6,821	-0,384	31,880

Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) , pada pH = 3,9

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,181	1,000	10,013	0,000	0,000
10	0,156	0,837	8,384	-0,178	16,265
20	0,148	0,785	7,863	-0,242	21,470
30	0,145	0,766	7,668	-0,267	23,422
40	0,141	0,740	7,407	-0,301	26,025
50	0,139	0,727	7,277	-0,319	27,326
60	0,137	0,714	7,147	-0,337	28,627

Data konsentrasi dan absorbansi Larutan standar *Congo Red* dalam NaNO₃ 0,1 M (pH = 7,3) pada $\lambda = 492$ nm :

C (ppm)	A
2	0,081
4	0,149
6	0,223
8	0,274
10	0,350



Ti/TiO₂ (400°C/48 jam) , pada pH = 7,3

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,350	1,000	10,060	0,000	0,000
10	0,255	0,715	7,195	-0,335	28,486
20	0,200	0,550	5,535	-0,597	44,978
30	0,155	0,415	4,178	-0,879	58,471
40	0,124	0,322	3,243	-1,132	67,766
50	0,113	0,289	2,911	-1,240	71,064
60	0,101	0,253	2,549	-1,373	74,663

Ti/TiO₂ (650°C/2 jam) , pada pH = 7,3

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,350	1,000	10,060	0,000	0,000
10	0,254	0,712	7,164	-0,339	28,786
20	0,193	0,529	5,324	-0,636	47,076
30	0,149	0,397	3,997	-0,923	60,270
40	0,119	0,307	3,092	-1,180	69,265
50	0,108	0,274	2,760	-1,293	72,564
60	0,097	0,241	2,428	-1,421	75,862

Degradasi *Congo Red* 10 ppm (pH = 5,3) dalam NaNO_3 0,1 M menggunakan reaktor fotoelektrokatalisis sistem *batch* secara :

Katalisis : Dengan TiO_2 , tanpa bias potensial, lampu UV *black light* tidak menyala

Fotolisis : Tanpa TiO_2 , tanpa bias potensial, lampu UV *black light* menyala

Fotokatalisis : Dengan TiO_2 , tanpa bias potensial, lampu UV *black light* menyala

Elektrolisis : Dengan TiO_2 , dengan bias potensial +1 V vs Ag/AgCl, lampu UV *black light* tidak menyala

Fotoelektrokatalisis : Dengan TiO_2 , dengan bias potensial +1V vs Ag/AgCl, lampu UV *black light* menyala

Katalisis [Ti/TiO₂ (400°C/48 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,356	1,000	9,554	0,000	0,000
10	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277
20	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277
30	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277
40	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277
50	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277
60	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277

Katalisis [Ti/TiO₂ (650°C/2 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,356	1,000	9,554	0,000	0,000
10	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
20	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
30	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
40	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
50	0,344	0,966	9,228	-0,035	3,415
60	0,344	0,966	9,228	-0,035	3,415

Fotolisis

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,350	0,948	9,391	-0,054	5,214
20	0,346	0,937	9,282	-0,065	6,312
30	0,337	0,912	9,037	-0,092	8,782
40	0,328	0,887	8,793	-0,119	11,252
50	0,320	0,866	8,575	-0,144	13,447
60	0,311	0,841	8,330	-0,173	15,917

Fotokatalisis Ti/TiO₂ [(400°C/48 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,346	0,937	9,282	-0,065	6,312
20	0,341	0,923	9,146	-0,080	7,684
30	0,331	0,896	8,874	-0,110	10,428
40	0,321	0,868	8,602	-0,141	13,173
50	0,311	0,841	8,330	-0,173	15,917
60	0,302	0,816	8,086	-0,203	18,387

Fotokatalisis [Ti/TiO₂ (650°C/2 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	In Ct/Co	% degradasi
0	0,360	1,000	9,663	0,000	0,000
10	0,335	0,930	8,983	-0,073	7,034
20	0,331	0,918	8,874	-0,085	8,160
30	0,322	0,893	8,629	-0,113	10,692
40	0,316	0,876	8,466	-0,132	12,381
50	0,310	0,859	8,303	-0,152	14,069
60	0,303	0,840	8,113	-0,175	16,039

Elektrolisis [Ti/TiO₂ (400°C/48 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	In Ct/Co	% degradasi
0	0,356	1,000	9,554	0,000	0,000
10	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
20	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
30	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
40	0,345	0,969	9,255	-0,032	3,130
50	0,344	0,966	9,228	-0,035	3,415
60	0,344	0,966	9,228	-0,035	3,415

Elektrolisis [Ti/TiO₂ (650°C/2 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	In Ct/Co	% degradasi
0	0,356	1,000	9,554	0,000	0,000
10	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277
20	0,348	0,977	9,336	-0,023	2,277
30	0,347	0,974	9,309	-0,026	2,561
40	0,347	0,974	9,309	-0,026	2,561
50	0,347	0,974	9,309	-0,026	2,561
60	0,347	0,974	9,309	-0,026	2,561

Fotoelektrokatalisis [Ti/TiO₂ (400°C/48 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,256	0,690	6,835	-0,371	31,010
20	0,192	0,514	5,095	-0,665	48,574
30	0,145	0,385	3,817	-0,954	61,472
40	0,113	0,297	2,947	-1,212	70,254
50	0,093	0,243	2,403	-1,416	75,742
60	0,083	0,215	2,131	-1,536	78,487

Fotoelektrokatalisis [Ti/TiO₂ (650°C/2 jam)]

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,369	1,000	9,907	0,000	0,000
10	0,258	0,695	6,889	-0,363	30,462
20	0,186	0,498	4,932	-0,698	50,221
30	0,131	0,347	3,436	-1,059	65,314
40	0,101	0,265	2,621	-1,330	73,547
50	0,084	0,218	2,159	-1,524	78,212
60	0,074	0,190	1,887	-1,658	80,957

LAMPIRAN VII

Data absorbansi pada saat uji degradasi zat warna *congo red* 10 ppm dalam NaNO_3 0,1 M dengan bias potensial +1V vs Ag/AgCl menggunakan Ti/TiO₂ yang dipreparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu 650°C selama 2 jam, menggunakan reaktor fotoelektrolisis *rotating drum* dengan variasi kecepatan putar *rotating drum*.

kecepatan *rotating drum* = 30 rpm

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,384	1,000	10,315	0,000	0,000
10	0,310	0,805	8,303	-0,217	19,505
20	0,264	0,684	7,053	-0,380	31,629
30	0,224	0,578	5,965	-0,548	42,173
40	0,195	0,502	5,177	-0,689	49,816
50	0,169	0,433	4,470	-0,836	56,669
60	0,145	0,370	3,817	-0,994	62,995

kecepatan *rotating drum* = 39 rpm

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,385	1,000	10,342	0,000	0,000
10	0,290	0,750	7,759	-0,287	24,974
20	0,257	0,664	6,862	-0,410	33,649
30	0,209	0,537	5,557	-0,621	46,268
40	0,189	0,485	5,013	-0,724	51,526
50	0,169	0,432	4,470	-0,839	56,783
60	0,143	0,364	3,763	-1,011	63,618

kecepatan rotating drum = 50 rpm

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,393	1,000	10,560	0,000	0,000
10	0,308	0,781	8,249	-0,247	21,885
20	0,275	0,696	7,352	-0,362	30,382
30	0,237	0,598	6,318	-0,514	40,166
40	0,215	0,542	5,720	-0,613	45,830
50	0,196	0,493	5,204	-0,708	50,722
60	0,184	0,462	4,877	-0,772	53,811

kecepatan rotating drum = 86 rpm

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,385	1,000	10,342	0,000	0,000
10	0,293	0,758	7,841	-0,277	24,186
20	0,272	0,703	7,270	-0,352	29,706
30	0,251	0,648	6,699	-0,434	35,227
40	0,235	0,606	6,264	-0,501	39,433
50	0,220	0,566	5,856	-0,569	43,376
60	0,204	0,524	5,421	-0,646	47,582

Perubahan warna yang terjadi selama proses degradasi :



Awal



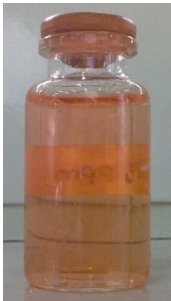
kecepatan putar 39 rpm (kiri-kanan : menit ke-20, 40, dan 60)



Awal



kecepatan putar 30 rpm (kiri-kanan : menit ke-20, 40, dan 60)



Awal



kecepatan putar 50 rpm (kiri-kanan : menit ke-20, 40, dan 60)



Awal



kecepatan putar 86 rpm (kiri-kanan : menit ke-20, 40, dan 60)

Degradasi *congo red* 10 ppm dalam NaNO_3 0,1 M dengan bias potensial +1V vs Ag/AgCl menggunakan Ti/TiO₂ yang dipreparasi dengan metode oksidasi termal pada suhu 650°C selama 2 jam, menggunakan reaktor fotoelektrolisis *rotating drum* dengan kecepatan putar *rotating drum* 39 rpm, secara :

Fotolisis : Tanpa TiO₂, tanpa bias potensial, lampu UV *black light*
menyala

Fotokatalisis : Dengan TiO₂, tanpa bias potensial, lampu UV *black light*
menyala

Fotoelektrokatalisis : Dengan TiO₂, dengan bias potensial +1V vs Ag/AgCl,
lampu UV *black light* menyala

Fotolisis

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,390	1,000	10,478	0,000	0,000
10	0,389	0,997	10,451	-0,003	0,259
20	0,388	0,995	10,424	-0,005	0,519
30	0,387	0,992	10,397	-0,008	0,778
40	0,383	0,982	10,288	-0,018	1,816
50	0,381	0,977	10,234	-0,024	2,335
60	0,379	0,971	10,179	-0,029	2,854

Fotokatalisis

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,389	1,000	10,451	0,000	0,000
10	0,358	0,919	9,608	-0,084	8,065
20	0,341	0,875	9,146	-0,133	12,487
30	0,329	0,844	8,820	-0,170	15,609
40	0,319	0,818	8,548	-0,201	18,211
50	0,310	0,794	8,303	-0,230	20,552
60	0,303	0,776	8,113	-0,253	22,373

Fotoelektrokatalisis

waktu (menit)	A	Ct/Co	C (ppm)	ln Ct/Co	% degradasi
0	0,385	1,000	10,342	0,000	0,000
10	0,290	0,750	7,759	-0,287	24,974
20	0,257	0,664	6,862	-0,410	33,649
30	0,209	0,537	5,557	-0,621	46,268
40	0,189	0,485	5,013	-0,724	51,526
50	0,169	0,432	4,470	-0,839	56,783
60	0,143	0,364	3,763	-1,011	63,618

Perubahan warna yang terjadi selama proses degradasi :



Awal



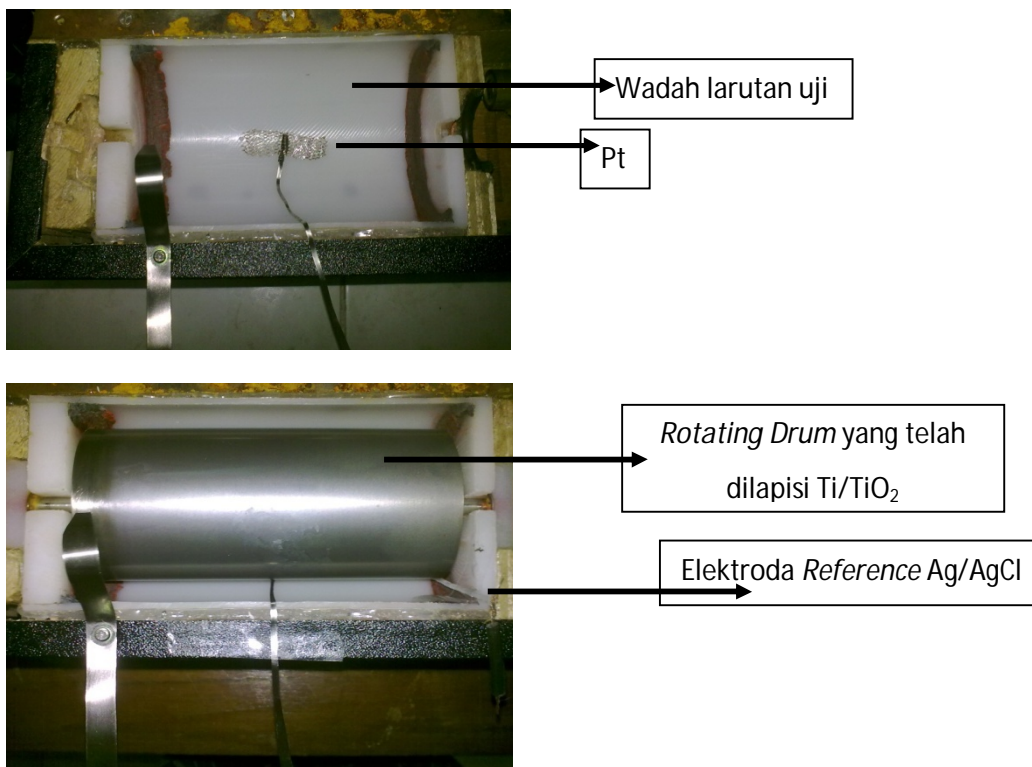
Fotolisis (kiri-kanan : menit ke-20, 40, dan 60)



Fotokatalisis (kiri-kanan : menit ke-20, 40, dan 60)

LAMPIRAN VIII

Gambaran fisik Reaktor Fotoelektrokatalisis *Rotating Drum* :



Rangkaian reaktor fotoelektrokatalisis *rotating drum* yang telah disambungkan pada potensiostat