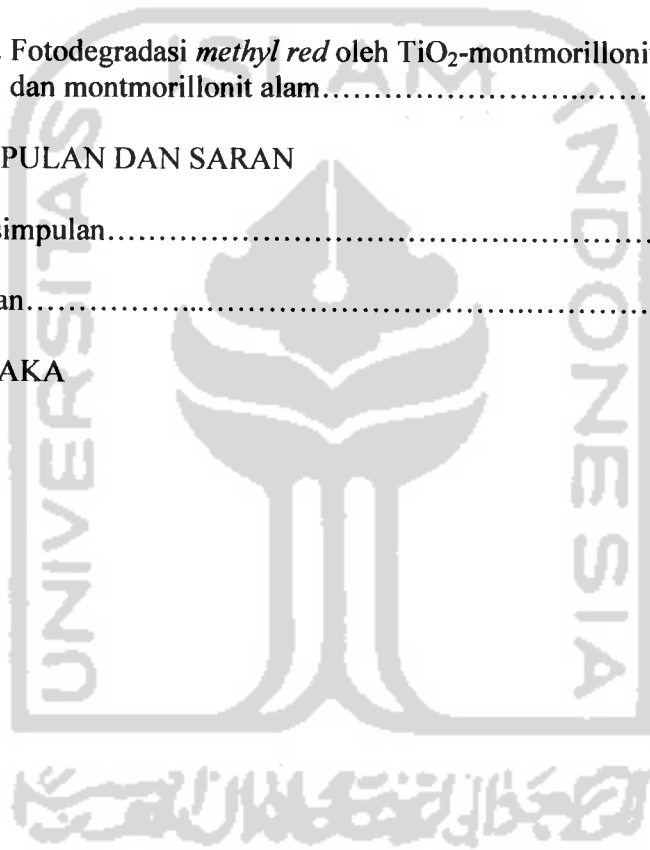


## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN MOTTO.....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI.....	xiii
ABSTRACT.....	xiv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Lempung Terpillar.....	5
2.2 Fotokatalis.....	8

5.2 Sintesis dan Karakterisasi Montmorillonit Alam dan TiO <sub>2</sub> -montmorillonit.....	35
5.3 Fotodegradasi <i>Methyl Red</i> Menggunakan TiO <sub>2</sub> -Montmorillonit	
Sebagai Fotokatalis.....	38
5.3.1 Pengaruh waktu penyinaran terhadap pengurangan konsentrasi <i>methyl red</i> .....	39
5.3.2 Fotodegradasi <i>methyl red</i> oleh TiO <sub>2</sub> -montmorillonit dan montmorillonit alam.....	39
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	
6.1 Kesimpulan.....	43
6.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	



## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1: Skema pilarisasi montmorillonit .....	8
Gambar 2: Struktur lempung montmorillonit .....	12
Gambar 3: (a) Model struktur montmorillonit menurut Edelman dan Favejee, dan (b) model struktur menurut Hofmann dan Edell.....	13
Gambar 4: Skema pembentukan lempung terpillar .....	15
Gambar 5: Pemilaran antarlapis silikat lempung dengan TiO <sub>2</sub> .....	16
Gambar 6: (a) Struktur rutil dan (b) struktur anatase dari TiO <sub>2</sub> .....	17
Gambar 7: Mekanisme Fotokatalitik.....	19
Gambar 8: Struktur <i>Methyl red</i> .....	21
Gambar 9: Perubahan struktur asam (HMR) dan struktur basa (MR <sup>-</sup> ) <i>methyl red</i> .....	22
Gambar 10: Absorbansi maksimum dari HMR dan MR <sup>-</sup> sebagai fungsi panjang gelombang.....	22
Gambar 11: Difraksi sinar-X.....	24
Gambar 12: Skema kontruksi spektrofotometer.....	28
Gambar 13: Diagram tingkat energi.....	29
Gambar 14: Difaktogram sinar-X montmorillonit alam dan montmorillonit terpillar TiO <sub>2</sub> .....	36
Gambar 15: Distribusi ukuran pori dari montmorillonit alam dan TiO <sub>2</sub> -montmorillonit.....	38
Gambar 16: Grafik Degradasi <i>methyl red</i> (MR).....	41

# PHOTODEGRADATION OF *METHYL RED* USING TiO<sub>2</sub>-MONTMORILLONITE PHOTOCATALYST

by :

**Lina Mei Riana**  
**No. Mhs: 00612076**

## ABSTACT

Application of TiO<sub>2</sub>-pillared montmorillonite as a catalyst for methyl red degradation has been carried out.

TiO<sub>2</sub>-pillared montmorillonite was synthesized by intercalating Ti-polycation (pillaring agent) into gallery of the montmorillonite. The calcined product was analyzed by X-ray diffractometry, porosimetry and neutron activation analysis methods. Degradation of methyl red was performed by adding TiO<sub>2</sub>-pillared clay into solution of *methyl red* and exposing the suspension by the UV-Visible of 365 nm for.

The XRD analysis results showed that increasing of *basal spacings* of TiO<sub>2</sub>-pillared montmorillonite was 11,98 Å. The BET analysis results showed that the increasing of specific surface area was 138,41m<sup>2</sup>/g. The increasing of total pore volume was 1,172 e-01 mL/g clay. The content of Ti analyzed by NAA in the TiO<sub>2</sub>-pillared montmorillonite was 26,87 % (w/w). It indicated that pillarization of montmorillonite with TiO<sub>2</sub> was successful. The photodegradation study of *methyl red* using TiO<sub>2</sub>-montmorillonite and UV-light showed that the *methyl red* concentrate decreased from time to time due to the photodegradation process.

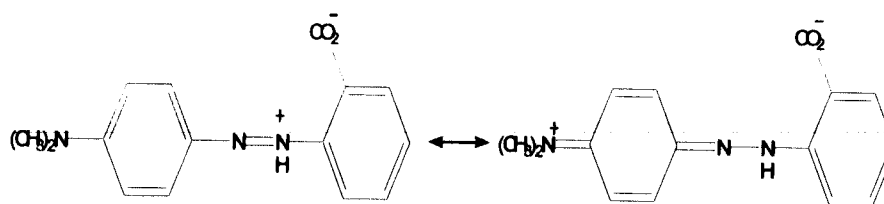
Key Word : *Fotodegradation, Methyl red, TiO<sub>2</sub>-montmorillonite, UV-light*

Barrer dan MacLeod pada tahun 1995 telah melakukan konsep pemiliran padatan berlapis dengan tujuan membentuk turunan mikropori dengan menggunakan lempung smektit. Penelitian ini mengarah pada pemiliran lempung smektit lainnya dengan cara memvariasi ion onium dengan menggunakan ukuran yang berbeda. Kemudian pada tahun 1978 Barrer menggunakan ion tetraalkilamonium untuk menginduksi antarlapis montmorillonit (Barrer, 1978). Seseorang dapat merencanakan struktur pori untuk adsorbat yang berbeda-beda dengan diameter yang berbeda pula dengan cara mengatur muatan lapisan *host* dan pemisahan menyamping (*lateral separation*) dari pilar. Lempung logam oksida pada umumnya lebih kokoh secara kimia dan secara termal dibandingkan dengan lempung mikropori terpillar organik. Turunan dari lempung ini dipreparasi dengan cara menggantikan ion-ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{Ca}^{2+}$  dalam ruang antarlapis pada mineral asli dengan polikation bermuatan tinggi yang kokoh. Pori antarpilar silikat lempung seringkali lebih besar dari yang ditemukan pada zeolit konvensional, sehingga digunakan lempung terpillar logam oksida untuk memproses molekul organik besar, terutama minyak bumi (Pinnavaia dan Kim, 1992).

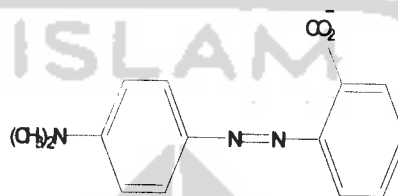
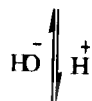
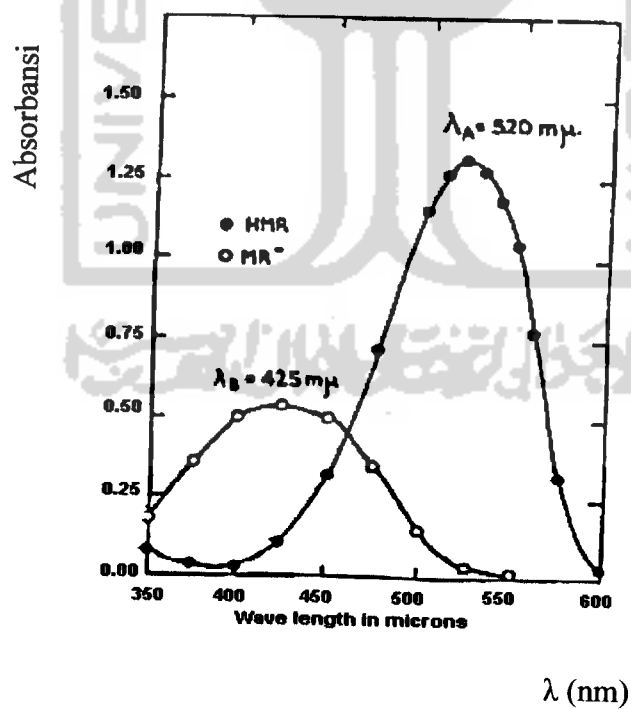
Berbagai macam kation seperti ion-ion alkilamonium, kation amina bisiklik dan beberapa kation kompleks seperti kompleks logam khelat dan kation logam polihidroksi telah digunakan sebagai agen pemilar. Diantara agen pemilar tersebut, yang paling stabil terhadap pengaruh panas adalah kation logam polihidroksi. Agen pemilar kation amina bisiklik dan ion-ion alkilamonium dapat mengalami dekomposisi pada temperatur di bawah  $250^\circ\text{C}$  dan kompleks logam khelat dapat mengalami degradasi pada temperatur di bawah  $400^\circ\text{C}$ , sedangkan

Kemampuan suatu semikonduktor sebagai fotokatalis hanya dimungkinkan jika terjadi radiasi foton terhadap bahan semikonduktor tersebut. Seperti telah disebutkan di atas bahwa radiasi foton terhadap elektron pada pita valensi dapat mengakibatkan eksitasi elektron ke pita konduksi dan kekosongan yang ditimbulkannya dinamakan *hole* atau muatan positif. Dengan adanya elektron dan *hole* pada permukaan semikonduktor  $\text{TiO}_2$  atau  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  akan menyebabkan bahan tersebut memiliki sisi pereduksi dan pengoksidasi yang dapat memungkinkan terjadinya reaksi redoks dengan bantuan sinar matahari atau sinar ultraviolet. Reaksi peruraian suatu senyawa pada permukaan semi konduktor dengan bantuan sinar matahari atau sinar ultraviolet disebut dengan fotodegradasi. Mekanisme fotodegradasi sampai sekarang masih belum jelas, namun reaksi tersebut umumnya dimulai dengan adsorpsi substrat ke permukaan semikonduktor.

Reaksi fotokatalitik yang menggunakan titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) sebagai fotokatalis telah menarik perhatian karena dapat diaplikasikan dalam pengolahan air limbah dan proses penjernihan air. Hal ini disebabkan oleh biaya preparasi yang relatif murah dan memanfaatkan sinar matahari sebagai sumber cahaya radiasinya. Proses fotokatalis terhadap beberapa jenis bahan-bahan organik yang berada dalam air akan terdekomposisi menjadi  $\text{CO}_2$ , air dan ion mineral. Fotokatalis merupakan katalis heterogen yang dapat mengubah polutan organik di dalam air tanpa pemanasan, tekanan tinggi atau zat kimia aditif lainnya. Pemanfaatan fenomena tersebut dapat diaplikasikan di dalam air limbah industri tekstil sehingga dapat mengurangi polutan yang bersifat racun (*toxic*) terhadap lingkungan (Houas, et al., 2000).



struktur asam HMR

struktur basa MR<sup>-</sup>Gambar 9: Perubahan struktur asam (HMR) dan struktur basa (MR<sup>-</sup>) methyl redGambar 10: Absorbansi maksimum dari HMR dan MR<sup>-</sup> sebagai fungsi panjang gelombang (Vogel, 1961)

*Methyl red* merupakan bahan kimia yang dikenal sangat membahayakan bagi manusia maupun pada lingkungan perairan. Misalnya pada manusia dapat menyebabkan iritasi lambung, diare, rasa mual dan muntah apabila tertelan. Selain itu juga dapat menyebabkan iritasi bila terkena mata, dapat mengakibatkan iritasi pada kulit, dan dapat mengakibatkan kerusakan sistem pernafasan. Oleh karena itu, diperlukan suatu bahan fotokatalis untuk mempercepat reaksi oksidasi senyawa tersebut, sehingga berbagai potensi merugikan tersebut dapat dikurangi atau dihilangkan.

### 3.7 Karakteristik terhadap Montmorillonit Terpillar

Sifat kimia yang meliputi jumlah kandungan Ti yang terikat dalam lempung terpillar dianalisis dengan metode Analisis Pengaktifan Neutron (APN) (Susetyo, 1988). Sedangkan metode yang digunakan dalam menentukan beberapa sifat fisik seperti luas permukaan spesifik, volume total pori, distribusi ukuran pori, isotherm adsorpsi dan rerata jejari pori adalah isotherm BET. Sifat fisik yang lain seperti *basal spacing* diidentifikasi dengan metode difraksi sinar-X dengan jarak dasar antar bidang  $d_{001}$ .

#### 3.7.1 Analisis dengan Metode XRD (Difraksi Sinar-X)

Dasar analisis metode difraksi sinar-X adalah pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Kristal adalah zat padat yang atom-atomnya tersusun menurut pola yang berulang dalam tiga dimensi. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan  $\lambda = 0,5-2,5 \text{ \AA}$  dan Energi =  $\pm 10^7 \text{ eV}$ . Metode ini hanya digunakan untuk menganalisis padatan kristalin. Jika seberkas elektron



1. Sifat semikonduktor pilar dapat dimanfaatkan sebagai bahan pendegradasi zat warna.
2. Pemiliran antarlapis silikat lempung montmorillonit dapat mengubah sifat-sifat fisikakimianya seperti luas permukaan spesifik, meningkatkan *basal spacing* ( $d_{001}$ ), volume total pori dan distribusi ukuran pori dari lempung montmorillonit tersebut.
3. Montmorillonit terpillar  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk dengan bantuan sinar UV dapat digunakan sebagai katalis untuk *methyl red*.



## BAB IV

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 4.1 Bahan dan Alat

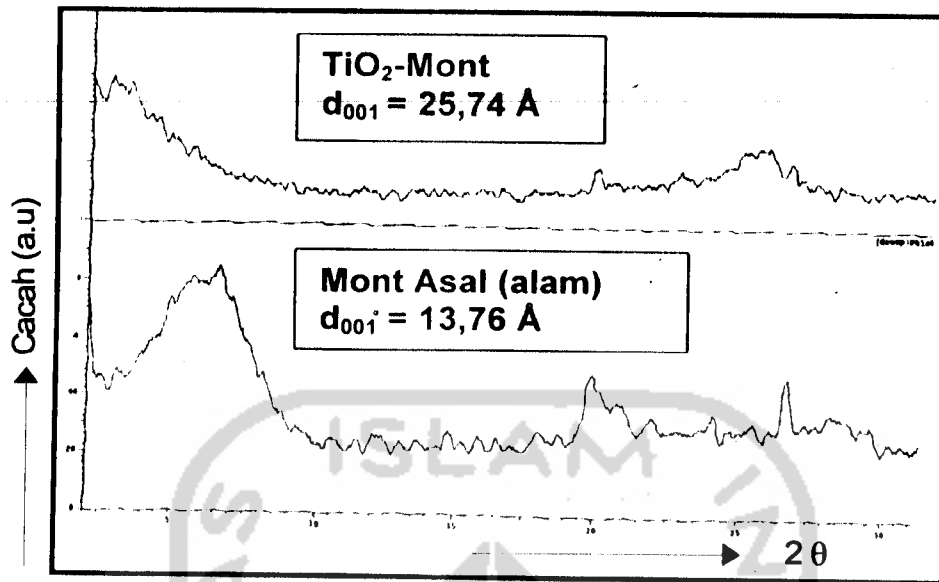
Bahan yang digunakan adalah lempung montmorillonit, zat warna *methyl red*, air bebas ion (*deionized water*).

Alat-alat yang digunakan adalah alat-alat gelas, thermometer, pengayak 100 *mesh*, lumpang porselin dan penggerus, pengaduk, *oven*, pengaduk magnet, kertas saring Whatman 42, timbangan analit (Mettler-AT 200), *Hot plate*, Spektrofotometer sinar-X Philips model PW 3710 BASED, Gas Sorption Analyzer NOVA 1000 (P<sub>3</sub>TM, BATAN Yogyakarta), Spektrometer Gamma jenis 92x Spektrum Master, Spektrofotometer UV-Vis Milton Roy Spectronic 3000.

#### 4.2 Prosedur penelitian

##### 4.2.1 Preparasi Montmorillonit alam

Seratus gram lempung montmorillonit alam jenis natrium montmorillonit digerus sampai halus hingga lolos penyaring 100 *mesh*. Kemudian montmorillonit halus tersebut dicuci menggunakan 2 L aqua bebas ion dan diaduk selama 24 jam. Setelah itu disaring dan dikeringkan dalam *oven* pada temperatur 200°C. Setelah kering, montmorillonit digerus dan diayak menggunakan ayakan 100 *mesh*. Hasil yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan XRD, *gas sorption analyzer* dan spektrometer gamma untuk mempelajari kandungan titan (Ti) dalam montmorillonit alam.



Gambar 14: Difaktogram sinar-X montmorillonit alam dan montmorillonit terpillar TiO<sub>2</sub>

Terbentuknya pilar TiO<sub>2</sub> pada antarlapis montmorillonit dapat diketahui dari hasil analisis APN yang dilakukan pada montmorillonit alam dan montmorillonit terpillar yang ditunjukkan tabel 2.

**Tabel 2.** Hasil pengukuran Ti dengan metode APN dari montmorillonit alam dan TiO<sub>2</sub>-montmorillonit

No	Nama sampel	Kandungan Ti %, (b/b)
1	Montmorillonit alam	0,58
2	TiO <sub>2</sub> -montmorillonit	26,87

Dari tabel diatas ditunjukkan bahwa terjadi peningkatan jumlah Ti dalam bentuk TiO<sub>2</sub>-montmorillonit . Kadar Ti yang diperoleh pada penelitian ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Simpen (2001), dimana kandungan Ti yang diperoleh sebelumnya adalah 16,43 %, (b/b) sedangkan pada penelitian ini diperoleh hasil sebesar 26,87 % (b/b). Hasil ini didukung oleh data pengukuran

**Tabel 4.** Hasil pengukuran konsentrasi *methyl red* dengan sprktrofotometer UV-Vis dengan variasi waktu penyinaran *methyl red* dengan katalis montmorillonit alam serta TiO<sub>2</sub>-montmorillonit

Waktu (min.)	C <sub>mont.</sub> (M)	C <sub>Ti-mont. UV</sub> (M)	C <sub>Ti-mont.gelap</sub> (M)
10	0,033	0,420	0,445
20	0,008	0,391	0,413
30	0,014	0,344	0,439
40	0,039	0,355	0,371
50	0,049	0,348	0,372
60	0,040	0,289	0,328
70	0,035	0,255	0,290

Keterangan :

- C<sub>mont.alam</sub> = Konsentrasi *methyl red* setelah penambahan montmorillonit alam  
 C<sub>Ti-mont.UV.</sub> = Konsentrasi *methyl red* setelah penambahan montmorillonit terpillar TiO<sub>2</sub> dengan bantuan sinar UV  
 C<sub>Ti-montgelap</sub> = Konsentasi *methyl red* setelah penambahan montmorillonit terpillar TiO<sub>2</sub> dalam keadaan gelap  
 t = 0, menunjukkan ketika fotodegradasi dimulai

Pada tabel diberikan t = 0 yang menunjukkan bahwa lama penyinaran relatif terhadap t = 10 menit, artinya penyinaran UV selama 10 menit dianggap sebagai waktu ketika fotodegradasi dimulai (t = 0). Dari tabel juga terlihat bahwa secara umum semakin lama waktu kontak antara *methyl red* dengan montmorilonit disertai penyinaran dan dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-montmorilonit baik disertai penyinaran maupun tanpa penyinaran diperoleh hasil konsentrasi *methyl red* akhir semakin kecil, meskipun pada montmorilonit penurunan konsentrasi *methyl red* tersebut tidak terlalu signifikan. Terjadinya penurunan konsentrasi *methyl red* yang cukup besar setelah ditambah dengan TiO<sub>2</sub>-montmorilonit disertai penyinaran dikarenakan terjadinya proses fotodegradasi oleh TiO<sub>2</sub>-montmorilonit. Penurunan konsentrasi *methyl red* setelah ditambah dengan TiO<sub>2</sub>-montmorilonit tanpa disertai penyinaran dan setelah ditambah

## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 6.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan hasil analisis yang telah dilakukan, maka diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut

1. TiO<sub>2</sub>-montmorillonit memiliki kemampuan sebagai bahan fotokatalis yang sangat baik daripada montmorillonit alam.
2. Degradasi zat warna *methyl red* menggunakan fotokatalis dan dengan bantuan sinar UV telah berhasil dengan terjadinya penurunan konsentrasi.

#### 6.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian dan kesimpulan, maka dapat disarankan bahwa perlu dilakukan penelitian tentang kandungan Ti yang terdapat dalam antarlapis lempung terpillar terhadap kemampuan katalitiknya, khususnya untuk mendegradasi polutan organik *methyl red*.

**Lampiran 1.** Data kandungan lempung bentonit dari PT.Tunas Inti Makmur,  
Semarang

**P.T.TUNAS INTI MAKMUR**

**CHEMICAL INDUSTRY**

Chemical Analysis Component	Na Bentonit A 3
SiO <sub>2</sub>	61,02%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,21%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,89%
TiO <sub>2</sub>	0,62%
CaO	2,08%
MgO	1,94%
K <sub>2</sub> O	0,46%
Na <sub>2</sub> O	3,45%
LOI	10,31%

**Lampiran 4. Data analisis serapan gas****Montmorillonit**

$P/P^{\circ}$	$\frac{1}{W(P/P^{\circ})-1}$
0,041662	2,162462
0,073475	3,699148
0,146993	7,315379
0,196815	9,920543

Slope = 49,905408

Intersep = 0,048416

Koefisien korelasi = 0,999882

Luas permukaan = 18,349610 m<sup>2</sup>

Luas permukaan spesifik = 69,714713 m<sup>2</sup>/g

Jejari pori (Å)	Volume pori (x10 <sup>-3</sup> mL/Å/g)
172,709273	0,011843
105,709273	0,032516
76,516637	0,061634
59,979971	0,103927
48,212927	0,190653
42,069092	0,299995
36,542597	0,259143
32,819174	0,326944
29,303882	0,430564
26,426410	0,494535
24,071690	0,604500
21,984577	0,689723
20,19899	0,817137
18,575020	1,296362
17,203175	2,880701
16,015549	1,354817
14,862922	1,496682
13,78644	1,694479
12,701684	1,988701

Volume total pori adalah 50,700371 x 10<sup>-3</sup> mL/Å/g

**Lampiran 4. Data analisis serapan gas (lanjutan)**

TiO<sub>2</sub>-montmorillonit

P/P°	$\frac{1}{W(P/P^\circ) - 1}$
0,101749	1,700498
0,141596	2,305529
0,195096	3,128619
0,247763	3,974083
0,291665	4,729795

Slope = 15,899419

Intersep = 0,058193

Koefisien korelasi = 0,999722

Luas permukaan = 46,484149 m<sup>2</sup>

Luas permukaan spesifik = 208,12 m<sup>2</sup>/g

Jejari pori (Å)	Volume pori (x10 <sup>-3</sup> mL/Å/g)
178,924	0,02
99,011	0,05
75,876	0,166
60,745	0,255
48,999	0,381
43,007	1,237
38,581	1,001
34,306	1,279
30,795	1,782
28,068	2,111
25,588	2,878
23,450	3,351
21,752	4,002
20,047	5,777
18,468	5,123
17,161	6,003
15,990	6,889
14,906	7,996

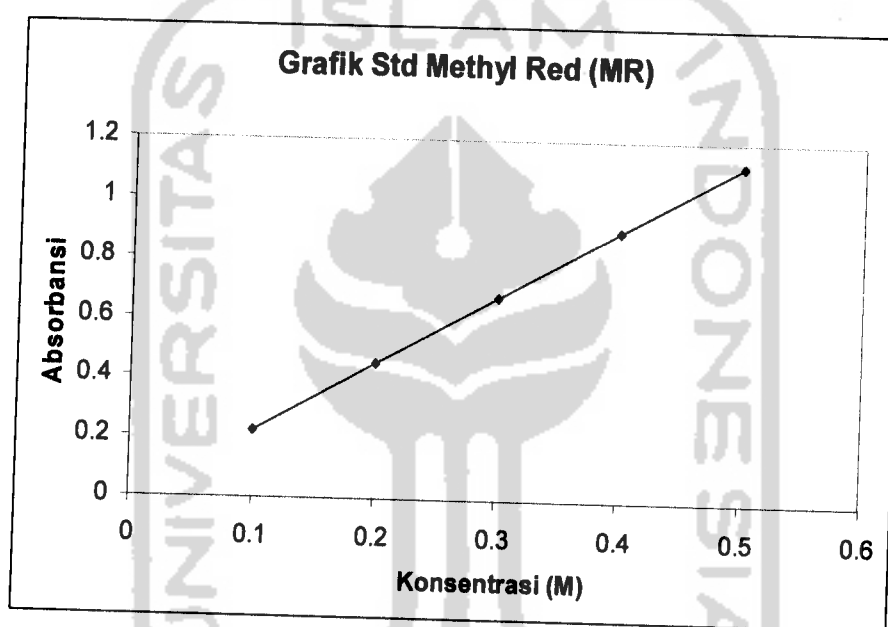
Volume total pori adalah 167,87 x 10<sup>-3</sup> mL/Å/g



### Lampiran 5. Grafik Standar *Methyl Red*

Tabel 5: Absorbansi larutan standar *methyl red*

Konsentrasi	Absorbansi	Keterangan
0,1	0,2249	r (correl) = 0,999 a (intercept) = -0,00003 b (slope) = 2,2495
0,2	0,4499	
0,3	0,6748	
0,4	0,8998	
0,5	1,1247	



Persamaan kurva standarnya adalah:

$$Y = bX + a$$

$$Y = 2,2495 X + (-0,00003)$$

$$Y = 2,2495 X - 0,00003$$