

**PERBANDINGAN DEGRADASI *METHYLENE BLUE* (MB) DAN
METHYL ORANGE (MO) MENGGUNAKAN TITANIUM DIOKSIDA
(TiO₂) TERLAPIS PADA PERMUKAAN SEMEN**

SKRIPSI

**Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Mencapai Gelar Sarjana Sains
(S.Si) Program Studi Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu
Pengetahuan Alam**

Universitas Islam Indonesia Yogyakarta



Diajukan Oleh:

TRY NUR ARISKY

No. Mahasiswa: 18612101

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2022

**PERBANDINGAN DEGRADASI *METHYLENE BLUE* (MB) DAN
METHYL ORANGE (MO) MENGGUNAKAN TITANIUM DIOKSIDA
(TiO₂) TERLAPIS PADA PERMUKAAN SEMEN**

SKRIPSI

yang diajukan oleh:

TRY NUR ARISKY

No. Mahasiswa: 18612101

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi Prodi Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Tanggal 14 Juli 2022

Dewan Penguji

1. Muhammad Miqdam Musawwa, S.Si., M.Sc.
2. Dr.Maisari Utami, S.Si.
3. Wiyogo Prio Wicaksono, S.Si., M.Si.
4. Gani Purwiandono, M.Sc., Ph.D.

Tanda Tangan

Mengetahui

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Universitas Islam Indonesia

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.



<https://science.uii.ac.id/surat-digital/validasi/REG142047>

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Try Nur Arisky

NIM : 18612101

Program Studi : Kimia

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul **“Perbandingan Degradasi Methylene Blue (Mb) dan Methyl Orange (Mo) Menggunakan Titanium Dioksida (TiO₂) Terlapis Pada Permukaan Semen”** bersifat asli dan tidak *copy-paste* skripsi terdahulu maupun jurnal yang telah diterbitkan. Apabila ada referensi yang digunakan dari jurnal dan buku yang telah diterbitkan maka nama penulis sudah tercantum didalam daftar pustaka.

Apabila dikemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku. Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 14 Juli 2022

Yang menyatakan,



Try Nur Arisky

(18612101)

DAFTAR ISI

| | |
|---|-------------|
| HALAMAN PENGESAHAN | i |
| PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN | ii |
| DAFTAR ISI | iii |
| DAFTAR GAMBAR | v |
| DAFTAR TABEL | vi |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | vii |
| KATA PENGANTAR | viii |
| INTISARI | x |
| ABSTRACT | xi |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 3 |
| 1.4 Manfaat Penelitian | 3 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | 4 |
| BAB III DASAR TEORI | 8 |
| 3.1 Fotokatalis TiO ₂ | 8 |
| 3.2 MB | 9 |
| 3.3 MO | 10 |
| 3.4 Instrumen | 11 |
| 3.4.1 <i>Spectrophotometer</i> UV-Vis | 11 |
| 3.4.2 Fourier Transformed Infrared (FTIR)..... | 12 |
| 3.4.3 <i>Scanning Electron Magnetic</i> – Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX).. | 13 |
| 3.4.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) | 14 |
| 3.4.5 <i>X-Ray Flourescence</i> (XRF) | 15 |
| BAB IV METODOLOGI PENELITIAN | 17 |
| 4.1 Alat dan Bahan | 17 |
| 4.2 Skema Penelitian..... | 17 |
| 4.3 Pembuatan pasta semen/TiO ₂ | 18 |

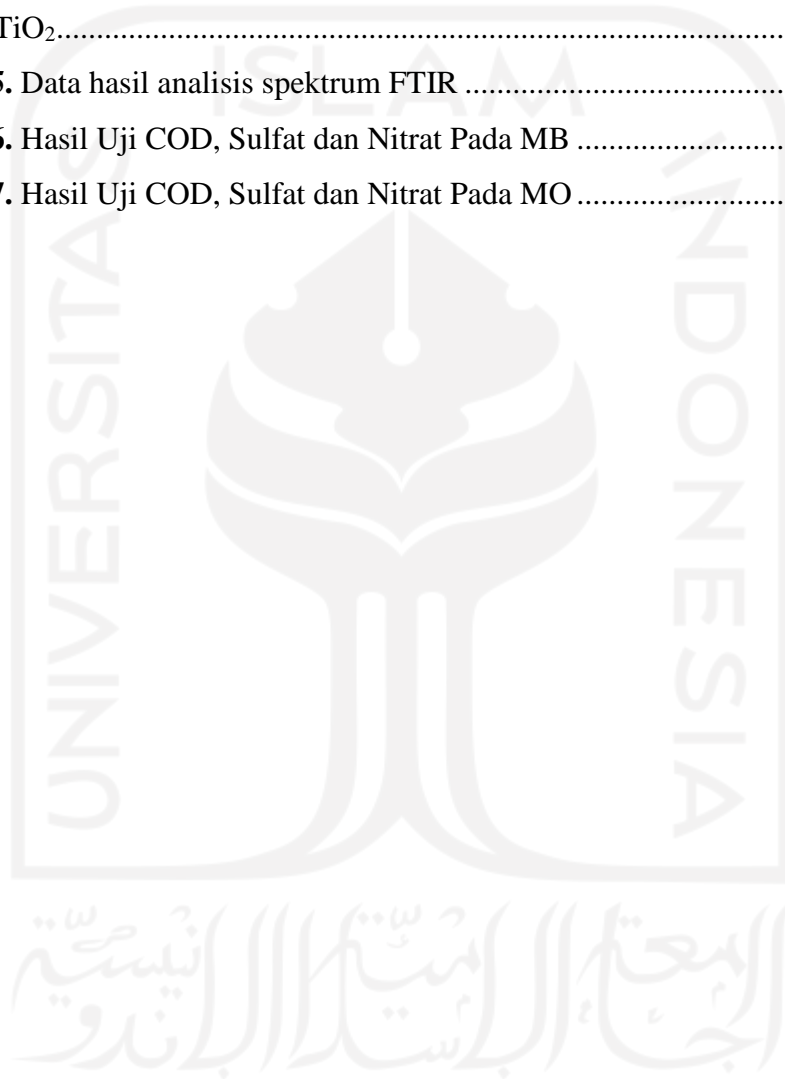
| | |
|---|-----------|
| 4.4 Imobilisasi semen/TiO ₂ pada permukaan bak..... | 18 |
| 4.5 Karakterisasi Material | 18 |
| 4.6 Uji Fotodegradasi | 18 |
| 4.6.1 Penentuan kurva kalibrasi larutan standar MB dan MO | 18 |
| 4.6.2 Variasi konsentrasi dalam degradasi fotokatalitik MB dan MO | 19 |
| 4.6.3 Variasi waktu dalam degradasi fotokatalitik MB dan MO..... | 19 |
| 4.7 Uji Nitrat, Sulfat dan COD..... | 19 |
| BAB V Hasil dan Pembahasan | 20 |
| 5.1 Pembuatan Bak Semen/TiO ₂ | 20 |
| 5.2 Karakterisasi Material..... | 21 |
| 5.2.1 Karakterisasi Material dengan XRD..... | 21 |
| 5.2.2 Karakterisasi Material dengan XRF..... | 25 |
| 5.2.3 karakterisasi Material dengan SEM-EDX | 26 |
| 5.2.4 Karakterisasi Material dengan FTIR..... | 30 |
| 5.3 Penentuan Kondisi Pengaruh Variasi MB dan MO..... | 32 |
| 5.3.1 Pengaruh Konsentrasi..... | 33 |
| 5.3.2 Pengaruh Waktu..... | 34 |
| 5.4 Uji COD, Sulfat dan Nitrat pada Larutan MB dan MO..... | 36 |
| BAB VI Penutup..... | 41 |
| DAFTAR PUSTAKA | 43 |
| LAMPIRAN..... | 46 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|--|----|
| Gambar 1. Mekanisme fotokatalisis TiO ₂ (Nasikhudin, dkk., 2018) | 8 |
| Gambar 2. Struktur Kimia MB | 9 |
| Gambar 3. Struktur Kimia MO | 10 |
| Gambar 4. Desain Instrumen Spektrofotometer UV-Vis <i>single-beam</i> dan <i>double beam</i> | 12 |
| Gambar 5. Skema Kerja dari Alat FTIR | 13 |
| Gambar 6. Mekanisme kerja SEM | 14 |
| Gambar 7. Prinsip XRF | 16 |
| Gambar 8. Skema Penelitian | 17 |
| Gambar 9. Bak Semen/TiO ₂ | 18 |
| Gambar 10. Pasta semen/TiO ₂ | 20 |
| Gambar 11. Bak semen terlapis semen/TiO ₂ | 21 |
| Gambar 12. Pola difraktogram dari material semen, TiO ₂ dan semen/TiO ₂ , | 20 |
| Gambar 13. Bentuk kisi kristal TiO ₂ fase rutile..... | 23 |
| Gambar 14. Morfologi dari material semen dengan perbesaran a)10.000x dan 20.000x..... | 27 |
| Gambar 15. Morfologi dari material TiO ₂ dengan perbesaran a)10.000x dan 20.000x..... | 27 |
| Gambar 16. Morfologi dari material semen/TiO ₂ dengan perbesaran a)10.000x dan 20.000x | 27 |
| Gambar 17. Morfologi dari material TiO ₂ | 28 |
| Gambar 18. Spektra EDX a) semen, b) TiO ₂ dan c) semen/TiO ₂ | 29 |
| Gambar 19. Spektra FTIR dari semen, TiO ₂ dan semen/TiO ₂ | 33 |
| Gambar 20. Pengaruh variasi konsentrasi larutan MB dan MO..... | 33 |
| Gambar 21. Keadaan bak semen/TiO ₂ setelah proses degradasi larutan MB.... | 34 |
| Gambar 22. Pengaruh variasi waktu larutan MB dan MO. | 35 |
| Gambar 23. Mekanisme degradasi MB | 36 |
| Gambar 24. Perubahan warna MB dan MO sebelum dan sesudah fotodegradasi | 37 |

DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 1. Hasil Degradasi Polutan dengan Material Berbasis TiO_2 | 6 |
| Tabel 2. Data Hasil Karakterisasi XRD TiO_2 , Semen, dan Semen/ TiO_2 | 24 |
| Tabel 3. Hasil analisis XRF kandungan senyawa pada material..... | 25 |
| Tabel 4. Komposisi unsur yang terkandung dalam material semen, TiO_2 dan semen/ TiO_2 | 30 |
| Tabel 5. Data hasil analisis spektrum FTIR | 31 |
| Tabel 6. Hasil Uji COD, Sulfat dan Nitrat Pada MB | 38 |
| Tabel 7. Hasil Uji COD, Sulfat dan Nitrat Pada MO | 38 |



HALAMAN PERSEMBAHAN

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillah rabbi 'alamin, segala puji bagi Allah SWT. Tuhan semesta alam yang maha pengasih lagi maha penyayang. Tak lupa pula sholawat serta salam terhaturkan kepada Nabi besar, Nabi Muhammad SAW.

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Bapak Toni Hardono dan Ibu Jenny Setiawati, selaku kedua orang tua saya. Terimakasih untuk segala cinta, kasih sayang, dukungan dan dorongan baik secara moril maupun materil yang tidak ternilai harganya serta doa yang tidak pernah ada ujungnya. *I love you mama and papa.*

Mba Wulan dan Mas Kukuh, selaku kedua saudara saya. Terimakasih telah memberi semangat kepada adiknya ini agar dapat menyelesaikan studinya dengan baik. Terimakasih juga karena sering mengirimkan uang untuk menghibur adiknya ini disaat stress mengerjakan skripsi. Kalian berdua kakak terbaik buat saya.

La Ode Abdul Zakri Radio, selaku partner saya. Terimakasih sudah menjadi *support system* dalam mengerjakan skripsi ini, terimakasih juga atas dukungan dan semangatnya dalam mendampingi saya di masa yang sulit ini. Mari berjuang bersama-sama hingga akhir.

Teman-teman kontrakan rempong yang saya sayangi Indah, Lulu, Hapis, Mba neng, Ucup, Eni, Lala, Tia, Isna dan Ana, terimakasih sudah menjadi penghibur dikala saya merasa Lelah. Tetap berteman hingga menua ya teman-teman.

Untuk siapapun yang selalu bertanya “Kapan sidang?”,”Kapan Wisuda?”

“Kapan Nyusul?” dan lain sejenisnya.

Hei, kalian adalah alasanku untuk segera menyelesaikan Skripsi ini.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Segala puji dan syukur senantiasa dipanjatkan ke hadirat Allah SWT atas limpahan rahmat, karunia, petunjuk, dan hidayah-Nya, Alhamdulillah Rabbil'aalamiin penulis dapat melakukan penyusunan proposal skripsi yang berjudul **“PERBANDINGAN DEGRADASI METHYLENE BLUE (MB) DAN METHYL ORANGE (MO) MENGGUNAKAN TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) TERLAPIS PADA PERMUKAAN SEMEN”** ini dapat berjalan dengan lancar. Proposal skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat mata kuliah proposal skripsi pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta dan sebagai proposal sebelum melaksanakan penelitian dan skripsi.

Penulis menyadari dalam penyusunan proposal skripsi ini, banyak pihak yang memberikan kontribusi bagi penyempurnaan laporan ini. Karena itu pada kesempatan ini saya ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT yang telah memberikan petunjuk, kesabaran, kekuatan serta keteguhan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan laporan praktik kerja lapangan ini dengan baik tanpa melalai kan perintah-NYA.
2. Kedua orang tua yang selalu mendo'akan, memberikan dukungan dan dorongan baik secara moril maupun materil yang tidak ternilai harganya dalam penyusunan proposal skripsi ini.
3. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
4. Ibu Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
5. Bapak Dr. Dwiarso Rubiyanto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.

6. Bapak Miqdam Musawwa S.Si, M.Sc. selaku Dosen Pembimbing I dan Ibu Dr.Maisari Utami, S.Si. yang telah memberikan bimbingan, arahan, motivasi serta dukungannya selama penyusunan skripsi ini.
7. Segenap Dosen Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta yang telah memberikan ilmunya kepada penulis.
8. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu yang telah memberikan semangat, do'a, dan dukungan baik moral maupun spiritual. Semoga Allah SWT membalasnya dengan pahala yang berlipat ganda, Aamiin.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dalam penyusunan proposal skripsi ini karena terbatasnya pengetahuan dan kemampuan penulis. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun untuk perbaikan proposal ini sangat penulis dan semua pihak harapkan demi kesempurnaan proposal skripsi ini.

Penulis mohon maaf yang sebesar-besarnya apabila dalam penyusunan proposal skripsi ini masih terdapat banyak kesalahan. Semoga proposal skripsi ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis dan bagi para pembaca.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Yogyakarta, Juli 2022

Penulis,

Try Nur Arisky

**PERBANDINGAN DEGRADASI METHYLENE BLUE (MB) DAN
METHYL ORANGE (MO) MENGGUNAKAN TITANIUM DIOKSIDA
(TiO₂) TERLAPIS PADA PERMUKAAN SEMEN**

INTISARI

Try Nur Arisky

NIM 18612101

Pelapisan semen/TiO₂ pada bak semen telah berhasil dilakukan pada penelitian ini. Metode yang digunakan pada pelapisan bak semen terlapis semen/TiO₂ adalah metode *smear*. Metode *smear* yaitu metode sistem oles pasta semen/TiO₂ pada permukaan bak semen. Hasil data karakterisasi menggunakan XRD memberikan informasi puncak-puncak yang utama dari semen yaitu 29,75°; 32,53°; 34,68°; 41,61° untuk mineral jenis alite dan 51,13°; 51,42°; 51,60° untuk mineral jenis belite. Puncak-puncak TiO₂ yaitu 27,91°; 54,77°; 36,56°; 41,71°; 63,20° yang merupakan puncak milik rutile. Sedangkan puncak-puncak semen/TiO₂ yaitu 29,97°; 41,79° untuk mineral jenis alite, 51,47°; 51,80° untuk mineral jenis belite dan 27,16; 54,83; .36,65° untuk kristal jenis rutile. Karakterisasi menggunakan XRF memberikan informasi bahwa semen mengandung senyawa utama yaitu CaO (47,8%); kandungan TiO₂ (94,28%) dan pada semen/TiO₂ mengandung senyawa utama yaitu TiO₂ (33,27%) dan CaO (13,46%). Karakterisasi menggunakan SEM memberikan hasil bahwa TiO₂ yang berbentuk bulat kecil dan beraglomerasi (menggumpal) telah berhasil menempel secara merata pada permukaan semen yang berbentuk bongkahan-bongkahan besar. Karakterisasi FTIR material semen menunjukkan adanya ikatan C-O (1421,57 cm⁻¹) dan Si-O (872,90 cm⁻¹). Pada TiO₂ menunjukkan adanya ikatan Ti-O (491,06 – 521,81 cm⁻¹), dan pada material semen/TiO₂ mengandung ikatan C-O, Si-O dan Ti-O. Konsentrasi optimum dalam proses fotodegradasi zat warna MB dan MO selama 120 menit yaitu sama-sama 50 ppm. Sedangkan waktu optimum dalam proses fotodegradasi zat warna MB dan MO 50 PPM yaitu sama-sama 90 menit. Setelah proses degradasi, pada larutan MB didapatkan hasil uji COD, sulfat dan nitrat berturut-turut sebesar 108,5 mg/L, 23,13 ± 3,45 mg/L, 0,038 ± 0,013 mg/L. Sedangkan pada larutan MO didapatkan hasil uji COD, sulfat dan nitrat berturut-turut sebesar 157,8 ± 24,5 mg/L, 53,49 ± 3,25 mg/L, dan 0,051 ± 0,013 mg/L.

Kata kunci: *Methylene Blue, Methyl Orange, Semen, TiO₂*

COMPARISON OF DEGRADATION OF METHYLENE BLUE (MB) AND METHYL ORANGE (MO) USING TITANIUM DIOXIDE (TiO₂) COATED ON THE CEMENT SURFACE

ABSTRACT

Try Nur Arisky

NIM 18612101

Cement/TiO₂ coating on cement tanks has been successfully carried out in this study. The method used in the coating of cement baths coated with cement/TiO₂ is the smear method. The smear method is the method of applying cement/TiO₂ paste on the surface of the cement bath. The results of the characterization data using XRD provide information on the main peaks of cement, namely 29.75°; 32.53°; 34.68°; 41.61° for alite and 51.13°; 51.42°; 51.60° for belite type minerals. TiO₂ peaks are 27.91°; 54.77°; 36.56°; 41.71°; 63.20° which is the peak belonging to rutile. While the peaks of cement/TiO₂ are 29.97°; 41.79° for alite type minerals, 51.47°; 51.80° for belite, and 27.16; 54.83; 36.65° for rutile type crystals. Characterization using XRF provides information that cement contains the main compound, namely CaO (47.8%); the content of TiO₂ (94.28%) and the cement-TiO₂ contains the main compounds, namely TiO₂ (33.27%) and CaO (13.46%). Characterization using SEM gives the data that TiO₂ is small round and agglomerates. Cement material is in the form of large lumps originating from clumping and non-uniform in size. Meanwhile, the cement/TiO₂ material showed that the small round TiO₂ had successfully adhered evenly to the cement surface. FTIR characterization of cement material showed the presence of C-O (1421.57 cm⁻¹) and Si-O (872.90 cm⁻¹) bonds. TiO₂ shows the presence of Ti-O bonds (491.06 – 521.81 cm⁻¹), and cement-TiO₂ materials contain C-O, Si-O, and Ti-O bonds. The optimum concentration in the photodegradation process for MB and MO dyes for 120 minutes is 50 ppm. Meanwhile, the optimum time in the photodegradation process for MB and MO 50 PPM dyes is 90 minutes. After the degradation process, in the MB solution, the results of the COD, sulfate and nitrate tests were 108.5 mg/L, 23.13 ± 3.45 mg/L, 0.038 ± 0.013 mg/L. While in the MO solution, the results of the COD, sulfate and nitrate tests were 157.8 ± 24.5 mg/L, 53.49 ± 3.25 mg/L, and 0.051 ± 0.013 mg/L, respectively.

Keywords: Methylene Blue, Methyl Orange, Cement, TiO₂

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Saat ini metode fotodegradasi berkembang dengan pesat dalam pengolahan limbah zat warna tekstil. Fotodegradasi merupakan metode penguraian senyawa kompleks menjadi senyawa yang lebih sederhana dengan bantuan energi foton sehingga aman saat dibuang ke lingkungan (Saraswati, dkk., 2015). Proses fotodegradasi menggunakan fotokatalis semikonduktor. Beberapa macam fotokatalis yang dapat digunakan dalam metode fotodegradasi yaitu, TiO_2 , ZnO dan CdS . Radiasi sinar ultraviolet (UV) menggunakan panjang gelombang yang sesuai dengan energi celah bahan semikonduktor tersebut (Wardhani, dkk., 2016).

Titanium dioksida atau TiO_2 merupakan bahan semikonduktor yang paling efektif karena energi gap yang dimiliki relatif besar (3,2 eV) sehingga cocok digunakan sebagai fotokatalis. Selain itu TiO_2 juga tidak beracun, jumlahnya melimpah di alam dan harganya relatif terjangkau (Andari dan Wardhani, 2014). TiO_2 adalah salah satu katalis semikonduktor yang banyak digunakan dalam proses pengolahan limbah senyawa organik sebagai fotokatalis. Penggunaannya pada proses fotokatalis mampu mengoptimalkan pemanfaatan energi matahari dalam proses degradasi senyawa organik. Beberapa keunggulan dari TiO_2 diantaranya adalah aktivitas fotokatalisis yang lebih tinggi dari pada fotokatalis lainnya seperti CdS , ZnO dan SnO_2 , hal ini dikarenakan nilai band gap yang dimiliki sebesar 3,2 eV. Keunggulan lain yang dimiliki oleh TiO_2 yaitu dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan sifat katalitik, memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi dan dapat menyerap cahaya UV dengan baik (Rokayah, dkk., 2019).

Selain memiliki kelebihan ternyata fotokatalis TiO_2 memiliki suatu kekurangan yaitu TiO_2 dalam bentuk serbuk sulit dipisahkan dari larutan yang didegradasi (Ramadhani, dkk., 2017). Untuk mengatasi hal tersebut, para peneliti sebelumnya telah mengembangkan material lain sebagai campuran TiO_2 . Dengan mengedepankan aspek ekonomis dan kepraktisan, penggunaan TiO_2 yang melapisi material lain mempunyai peluang aplikasi skala besar yang lebih memungkinkan (Sutisna, dkk., 2017).

Material-material yang telah dikembangkan oleh para peneliti sebagai matriks fotokatalis sejauh ini diantaranya adalah semen, polimer, batu, karbon aktif, kaca, selulosa, tanah liat, baja, keramik, pasir kuarsa dan lain-lain. Material semen merupakan salah satu bahan bangunan yang penggunaannya paling besar. Material ini memiliki pori yang melimpah, stabilitas kimia yang baik dan kemampuan daya ikat yang kuat sehingga hal tersebut membuat semen menjadi pilihan yang cocok sebagai substrat bagi fotokatalis (Feng, dkk., 2019). Campuran antara semen dengan fotokatalis TiO_2 dapat menghasilkan ikatan yang kuat sehingga memiliki daya tahan yang baik (Yang, dkk., 2017).

Selama ini penggunaan semen/ TiO_2 cenderung untuk polutan gas sebagai *self cleaning*. Sedangkan penggunaan semen/ TiO_2 untuk limbah cair masih terbatas. Kendati demikian, terdapat beberapa penelitian yang telah mendegradasi zat warna seperti MB, MO, *Rhodamin B* (RhB) dan *Malachite Green* (MG). Sangat disayangkan beberapa penelitian tersebut seperti yang dilakukan oleh Rastogi, dkk. (2016) dan Kadhim, dkk. (2019) masih terbatas, yaitu membuat plat semen dalam bentuk dua dimensi. Padahal dalam aplikasinya lebih praktis penggunaan semen/ TiO_2 dalam bentuk tiga dimensi seperti bak atau reaktor.

Pada penelitian ini akan dilakukan pelapisan fotokatalis TiO_2 pada permukaan bak semen dengan menggunakan metode *smear*, yaitu metode sistem oles campuran semen- TiO_2 . Proses fotokatalisis melibatkan interaksi antara adsorbat dengan permukaan TiO_2 pada bak semen, sehingga keadaan TiO_2 yang terdispersi di permukaan semen sangat menentukan proses ini. Degradasi fotokatalitik pada penelitian ini menggunakan larutan MB dan MO. Zat warna MB dan MO digunakan dalam penelitian ini dikarenakan kedua zat warna tersebut memang umum digunakan dalam industri pewarnaan, selain itu MB dan MO juga mudah didapatkan serta mudah diamati selama proses fotokatalisis berlangsung. Parameter penting yang diperhatikan pada penelitian ini adalah konsentrasi zat warna dan waktu kontak. Keberhasilan pelapisan semen/ TiO_2 akan dibuktikan dengan dilakukannya karakterisasi menggunakan instrument *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Magnetic* (SEM-EDX) dan *Fourier*

Transformed InfraRed (FTIR). Pada penelitian ini juga akan dilakukan pengujian COD, sulfat dan nitrat terhadap larutan MB dan MO.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana cara pelapisan pasta semen/TiO₂ pada bak semen pengolah limbah?
2. Bagaimana karakteristik kimia material semen dan TiO₂ yang terlapis di permukaan bak semen pengolah limbah?
3. Bagaimana perbandingan % degradasi MB dan MO dalam proses fotodegradasi menggunakan bak semen terlapis semen/TiO₂?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui cara pelapisan pasta semen/TiO₂ pada bak semen pengolah limbah.
2. Mengetahui karakteristik kimia material semen dan TiO₂ yang terlapis di permukaan bak semen pengolah limbah.
3. Mengetahui perbandingan % degradasi MB dan MO dalam proses fotodegradasi menggunakan bak semen terlapis semen/TiO₂.

1.4 Manfaat Penelitian

Memberikan alternatif pengolahan limbah zat warna MB dan MO menggunakan bak semen yang terlapis semen/TiO₂. Selain itu diharapkan juga dapat berguna sebagai sarana informasi pada kalangan masyarakat.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Penelitian terdahulu terkait fotokatalis TiO_2 yang diimobilisasi dengan matriks semen untuk degradasi berbagai polutan telah banyak dilakukan. Sejauh ini, penelitian TiO_2 -semen lebih banyak dilakukan terhadap polutan berbentuk gas. Seperti penelitian yang dilakukan oleh Nicolás, dkk. (2015) mengenai pembuatan semen kalsium aluminat yang dimodifikasi dengan fotokatalis TiO_2 untuk degradasi senyawa NO_x . Parameter yang diperhatikan pada penelitian yang dilakukan oleh Nicolás, dkk. (2015) yaitu aktivitas fotokatalitik TiO_2 pada semen kalsium aluminat. Selain itu pengurangan polutan gas (NO_x) dibawah sinar iradiasi UV juga dinilai. Hasilnya yaitu dengan kehadiran TiO_2 dalam semen membantu mengurangi gas NO hingga 65%.

Cárdenas, dkk. (2012) melakukan penelitian mengenai pembuatan pasta semen yang dicampur dengan nanopartikel TiO_2 untuk degradasi polutan gas NO_x . Pada penelitian ini digunakan dua jenis TiO_2 yaitu anatase dan rutil. Semua pasta semen yang mengandung TiO_2 terbukti menunjukkan sifat fotokatalitiknya terlepas dari rasio anatase: rutil yang digunakan atau persentase TiO_2 yang ditambahkan. Pada waktu 65 jam ditemukan bahwa sampel dengan aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi adalah sampel yang mengandung campuran anatase: rutil sebesar 85:15 dengan penurunan gas NO sebesar 17,4%. Sedangkan pada waktu 28 hari sampel dengan perbandingan anatase: rutil 100:0 menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi dengan penurunan gas NO sebesar 10%.

Penelitian lain dilakukan oleh Janus, dkk. (2019), mengenai aktivitas fotokatalitik dan sifat mekanik semen yang dimodifikasi dengan TiO_2/N . Bahan bangunan baru diperoleh dengan penambahan 1, 3 dan 5% berat TiO_2 yang termodifikasi dengan nitrogen (TiO_2/N) ke matriks semen. Mortar semen/ TiO_2/N dikarakterisasi dengan mengukur kuat lentur dan kuat tekan. Hasilnya menunjukkan bahwa TiO_2/N memberikan fotoaktivitas mortar semen selama pemurnian udara dengan efek tambahan pada mortar yang mengeras. Penambahan TiO_2/N ke dalam semen mempersingkat waktu pengikatan polutan NO_x awal dan akhir yang diamati dengan jelas menggunakan 5% TiO_2 dalam matriks semen.

Penelitian selanjutnya dilakukan oleh Sugrañez, dkk. (2013) mengenai penggabungan nanofotokatalis ke dalam bahan semen. Dalam penelitian ini, fotokatalis TiO_2 dicampur dengan mortar semen digunakan untuk degradasi gas NO_x . Enam sampel mortar yang mengandung jumlah semen yang sama (14%) dan TiO_2 (1%) disiapkan dengan mengubah jumlah dan jenis pasir yang digunakan. Hasil yang diperoleh adalah terjadi penurunan sebesar 24% gas NO_x antara mortar yang dibuat dengan bahan baku dan jumlah fotokatalis yang sama.

Sedangkan penelitian TiO_2 -semen dalam pengolahan polutan berwujud cair seperti zat warna masih sangat terbatas. Seperti penelitian yang dilakukan oleh Feng, dkk. (2019) fotokatalis TiO_2 /matriks semen dibuat dengan metode *smear* menggunakan benang tipis. Parameter komposisi, struktur mikro, hidrofobitas dan sifat fotokatalitik TiO_2 /matriks semen dipelajari secara sistematis. Hasilnya menunjukkan bahwa partikel TiO_2 terdispersi secara merata pada permukaan semen. Proses fotodegradasi menggunakan sinar UV menghasilkan pasta semen yang terimobilisasi dengan TiO_2 dapat mendegradasi zat warna rhodamin B (RhB), *methylene blue* (MB) dan *methyl orange* (MO) sebesar 10 mg/L selama 50 menit.

Penelitian yang dilakukan oleh Vulic, dkk. (2013) membuat nanokomposit anorganik fotokatalitik ke mortar berbasis semen, dimana TiO_2 diimobilisasi dengan pasta semen yang mengandung Zn-Al-LDH. Berdasarkan penelitian tersebut, disimpulkan bahwa efek sinergis antara TiO_2 sebagai semikonduktor fotokatalitik dan Zn-Al-LDH berkontribusi pada kinerja fotokatalitik secara keseluruhan dan juga meningkatkan fase aktif fotokatalitik dengan matriks semen. Ternyata di bawah sinar UV, hasil degradasi pada larutan metilen biru 10 ppm dengan waktu 60 menit menghasilkan persen degradasi sebesar 90%.

Jafari dan Afshar (2016) juga telah melakukan penelitian menggunakan nano- TiO_2 dan TiO_2 - SiO_2 yang diendapkan pada blok beton semen Portland. Pada penelitian ini dipelajari mengenai aktivitas fotokatalitik nano- TiO_2 dengan SiO_2 untuk degradasi beberapa pewarna organik seperti *malachite green oxalate* (MG) dan *methylene blue* (MB) pada bahan semen. Metode yang digunakan dalam melapisi blok beton semen *portland* (PCC) yaitu dengan cara mencelupkannya ke dalam larutan nano- TiO_2 dan nano TiO_2 - SiO_2 . Proses fotodegradasi menggunakan

sinar UV didapatkan hasil degradasi pada MG dan MB berturut-turut sebesar 80% dan 92% pada waktu 60 menit.

Ruot, dkk. (2009) dalam penelitiannya yaitu aktivitas fotokatalitik rhodamin B dan pasta semen yang mengandung sejumlah TiO₂. Parameter yang dipelajari pada penelitian ini yaitu kepadatan, porositas total dan distribusi ukuran pori bahan yang diukur. Efisiensi fotokatalitik dievaluasi dengan memantau perubahan warna rhodamin B yang diaplikasikan pada permukaan bahan kemudian disinari dengan sinar UV. Hasil yang didapat yaitu untuk kandungan TiO₂ sekitar 5%, pasta semen menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi daripada mortar karena aktivitasnya secara kasar sebanding dengan TiO₂. Hasil degradasi polutan dengan material berbasis TiO₂ dapat diringkas melalui Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Degradasi Polutan dengan Material Berbasis TiO₂

| No. | Matriks | Filler | Rasio semen/TiO ₂ | Polutan | | Ref |
|-----|----------------|--|-------------------------------------|-----------------|--|-------------------------|
| | | | | Gas | Cair | |
| 1. | Semen Portland | TiO ₂ degussa | 1:0,075 | - | rhodamin B, <i>methylene blue</i> dan <i>methyl orange</i> | Feng, dkk. 2019 |
| 2. | Semen Portland | TiO ₂ /N | 1%, 3%, dan 5% dari berat semen | NO _x | - | Janus, dkk. 2019 |
| 3. | Semen Portland | TiO ₂ dan TiO ₂ - SiO ₂ | - | - | <i>Methylene Blue</i> , <i>Malachite Green</i> | Jafari dan Afshar, 2016 |
| 4. | Semen Portland | TiO ₂ (variasi anatase dan rutil) | 1%, 3%, 5% dan 10% dari berat semen | NO _x | - | Nicolás, dkk. 2015 |
| 5. | Semen Portland | TiO ₂ (variasi anatase dan rutil) | 14%: 1% | NO _x | - | Sugrañez, dkk. (2013) |
| 6. | Semen Portland | TiO ₂ | 1% dari berat TiO ₂ | - | Metilen biru | Vulic, dkk. (2013) |

| No. | Matriks | Filler | Rasio semen/TiO ₂ | Polutan | | Ref |
|-----|----------------|---|---|-----------------|------------|-----------------------------|
| | | | | Gas | Cair | |
| 7. | Semen Portland | TiO ₂ (variasi anatase dan rutil) | 0%, 0,5%, 1%, 3% dan 5% dari berat semen | NO _x | - | Cárdenas, dkk. (2012) |
| 8. | Semen Portland | TiO ₂ | 0%, 1%, 3% dan 5% dari berat semen | - | Rhodamin B | Ruot, dkk. (2009) |

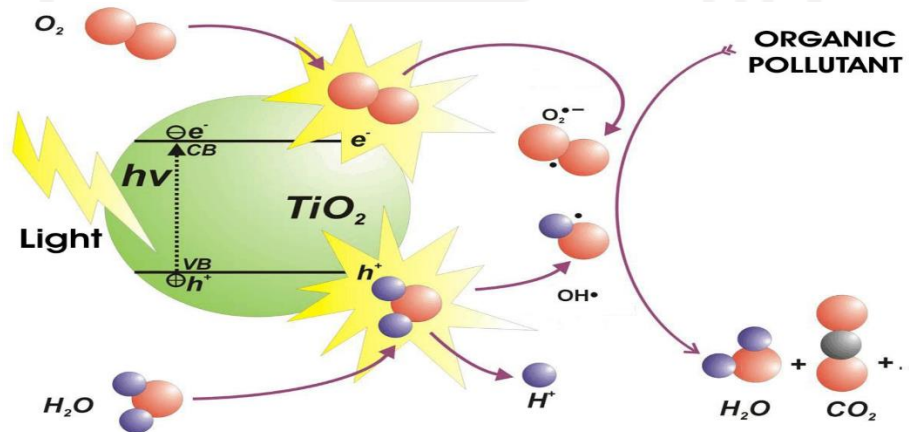


BAB III DASAR TEORI

3.1 Fotokatalis TiO₂

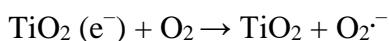
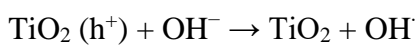
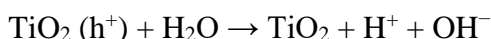
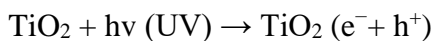
Titanium dioksida (TiO₂) merupakan salah satu fotokatalis yang memiliki banyak keunggulan dibandingkan fotokatalis lain seperti dalam hal stabilitas kimia, konduktivitas, serapan cahaya, indeks refraksi, sifat optik. Selain itu TiO₂ bersifat nontoksik serta ekonomis (Widianur, 2020). Aplikasi TiO₂ saat ini sudah sangat banyak seperti dalam bidang pembuatan cat, pasta gigi, sensor kimia, tabir surya, sel surya, fotovoltaiik, fotokatalis, foto dan elektromik (Rahmawati, dkk., 2020).

Saat ini TiO₂ juga banyak dimanfaatkan dalam proses penanganan limbah. Dalam proses penanganan limbah, reaksi yang melibatkan TiO₂ adalah fotooksidasi dan fotoreduksi. Limbah pada umumnya mengandung polutan organik dan anorganik yang dapat diatasi dengan reaksi oksidasi dan reduksi. Fotokatalis menawarkan reaksi oksidasi dan reduksi yang diinisiasi dengan cahaya, terutama cahaya UV. Kelebihan menggunakan fotokatalis adalah tidak diperlukannya oksidator maupun reduktor dari bahan kimia tambahan (Riyani, dkk., 2012).



Gambar 1. Mekanisme fotokatalisis TiO₂ (Ibhadon dan Fitzpatrick., 2013)

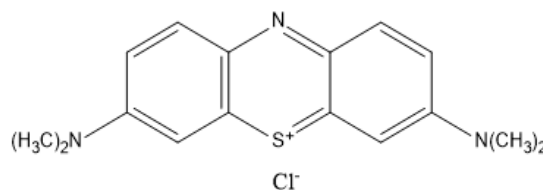
Mekanisme reaksi dari fotokatalis TiO₂ seperti berikut:



TiO₂ memiliki energi celah pita (*band gap*) sekitar 3,2 eV (Widianur, 2020). Adanya energi celah pita ini memungkinkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi ketika permukaan TiO₂ terpapar cahaya tertentu (Safaat, 2020) sebagaimana ditunjukkan Gambar 1. Jika TiO₂ dikenai suatu sinar dengan energi yang lebih besar, maka elektron (e⁻) pada pita valensi bereksitasi menuju pita konduksi sehingga meninggalkan *hole* (h⁺) pada pita valensi. Elektron (e⁻) akan bereaksi dengan O₂ yang ada pada TiO₂ membentuk radikal superoksida (•O₂⁻) yang bersifat reduktor. Sedangkan *hole* (h⁺) akan berinteraksi dengan H₂O yang ada di permukaan katalis membentuk OH radikal (•OH) yang bersifat oksidator kuat (Nurillahi, dkk., 2020).

3.2 Methylene Blue (MB)

MB dengan rumus kimia C₁₆H₁₈N₃SCl merupakan zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat dan merupakan senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun. MB pada umumnya sering digunakan sebagai pewarna kertas, tekstil, sutra, wool, kosmetik dan peralatan kantor. Senyawa ini berbentuk seperti kristal berwarna hijau gelap dan pada saat dilarutkan dalam air atau alkohol akan menghasilkan larutan berwarna biru (Maddu, dkk., 2009). Senyawa MB memiliki berat molekul sebesar 319,86 g/mol, daya larut sebesar 4,36 x 10⁴ mg/L dan titik lebur sebesar 105°C (Rizki, dkk., 2019). Struktur MB tertera pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur Kimia MB

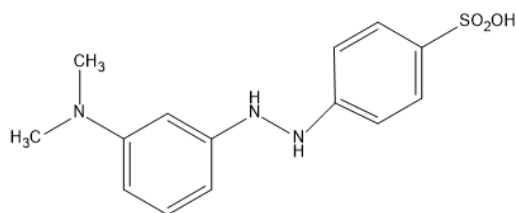
Senyawa MB sebenarnya bukan senyawa berbahaya, tetapi seperti zat kimia lainnya jika dosis tinggi maka akan menimbulkan efek berbahaya bagi lingkungan maupun manusia. Menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup yaitu Kep51/MENLH/10/1995 tentang baku mutu limbah cair, konsentrasi maksimum senyawa MB yang diperbolehkan yaitu 5-10 mg/L (Handayani, dkk.,

2015). Efek terburuk MB bagi manusia yaitu dapat menyebabkan iritasi pada kulit apabila tersentuh dan iritasi pada saluran pencernaan apabila tertelan. Senyawa ini juga dapat menyebabkan peningkatan detak jantung, mual, muntah, sianosis, nekrosis, tetraplegia, dan icterus (Hikmawati, 2018). Selain itu efek buruk MB bagi lingkungan adalah saat suatu area perairan tercemar MB maka terjadi penghambatan terhadap penetrasi sinar matahari sehingga ekosistem air menjadi terganggu dikarenakan kurangnya kandungan oksigen terlarut (Baunsele dan Missa, 2020).

3.3 Methyl Orange (MO)

Zat warna pada tekstil merupakan salah satu zat pencemar yang sulit terdegradasi, umumnya zat warna tersebut mengandung gugus benzena seperti senyawa azo dan turunannya. MO adalah salah satu senyawa azo yang banyak digunakan di industri tekstil. Senyawa ini memiliki rumus molekul $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ yang terbuat dari N,N-dimetil anilin dan asam sulfanilat (Pratiwi, dkk., 2020)

Senyawa MO bersifat toksik, murah dan mudah didapat sebagai salah satu zat warna yang akan diuji aktivitas fotodegradasinya. Pada bidang industri, senyawa MO digunakan sebagai zat warna tekstil, sementara pada penelitian, MO digunakan sebagai indikator saat titrasi asam kuat dengan basa lemah, dimana rentang pH MO berada diantara pH 3,1 (merah) sampai pH 4,4 (*orange-kuning*) (Darsono, dkk., 2017).



Gambar 3. Struktur Kimia MO

Zat warna MO adalah zat pencemar yang bersifat *non-biodegradable* karena memiliki gugus benzena. Gugus benzena tersebut memiliki sifat karsinogenik dan sulit terdegradasi secara alami di lingkungan, sehingga limbah pewarna MO yang dibuang ke dalam air akan menjadi bahaya besar bagi

lingkungan dan kesehatan manusia (Ngapa dan Ika, 2020). MO termasuk zat warna azo, yaitu zat warna yang dapat menimbulkan pencemaran lingkungan apabila melebihi nilai ambang batas menurut Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup No 51 Tahun 1995 yaitu sebesar 5 mg/L (Yuningrat, dkk., 2016).

3.4 Instrumen

3.4.1 Spectrophotometer UV-Vis

Spektrofotometri Uv-Vis adalah teknik analisis yang digunakan untuk pengukuran dengan sumber radiasi berupa elektromagnetik *ultraviolet* (UV) dengan panjang gelombang 190-380 nm dan sinar tampak atau *visible* (Vis) dengan panjang gelombang 380-780 nm menggunakan instrumen spektrofotometer. Spektrofotometri UV-Vis menggunakan energi elektronik yang cukup besar sehingga lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan dengan analisis kualitatif (Mulja dan Suharman, 1995).

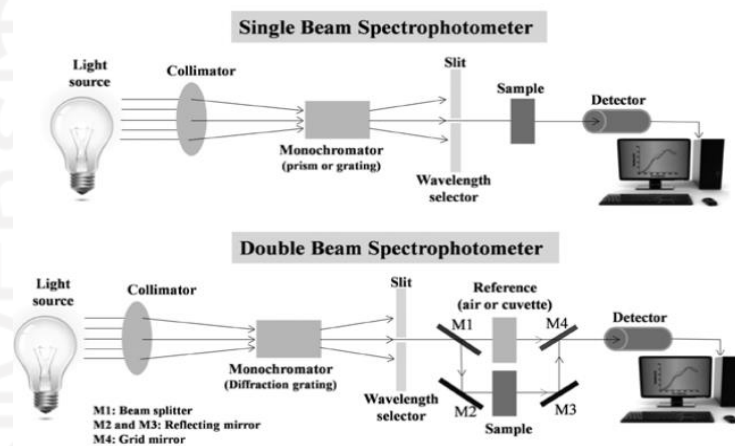
Instrumen spektrofotometer terdiri dari fotometer dan spektrometer. Fotometer merupakan instrumen yang digunakan sebagai pengukur intensitas cahaya yang diabsorpsi atau ditransmisikan. Sedangkan spektrometer yaitu instrumen yang menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu. Spektrofotometer tersusun dari sumber spektrum, monokromator, sel pengabsorpsi untuk blanko maupun larutan sampel (Khopkar, 1984). Spektrofotometer UV-Vis berfungsi dalam penentuan terhadap sampel (larutan, gas atau uap). Syarat pelarut yang dipakai untuk sampel berupa larutan yang akan dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis, yaitu:

1. Kemurniannya tinggi.
2. Tidak berwarna dan tidak mengandung sistem ikatan rangkap terkonjugasi pada struktur molekulnya.
3. Tidak menyebabkan interaksi dengan molekul senyawa yang akan dianalisis (Mulja dan Suharman, 1995).

Salah satu syarat suatu senyawa dapat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis adalah mempunyai gugus kromofor. Gugus kromofor merupakan gugus fungsional yang mengabsorpsi radiasi sinar ultraviolet dan sinar

tampak apabila diikat oleh gugus ausokrom. Hampir dari semua gugus kromofor mempunyai ikatan rangkap berkonjugasi (seperti diena ($C=C-C=C$), dienon ($C=C-C=O$), benzene dan lain-lain). Gugus ausokrom yaitu gugus fungsional yang memiliki electron bebas, seperti $-OH$, NO_2 , NH_2 , $-X$ (Harmita, 2006).

Menurut Randa (2021), instrumen dari spektrofotometer UV-Vis terdiri dari sumber cahaya, wadah sampel, pemroses sinyal, transduser radiasi, *wavelength selector* dan peranti pembaca. Spektrofotometer UV-Vis memiliki dua jenis tipe yaitu tipe *single-beam* dan *double-beam*. Desain dari masing-masing instrumen spektrofotometer UV-Vis ditunjukkan pada Gambar 4.



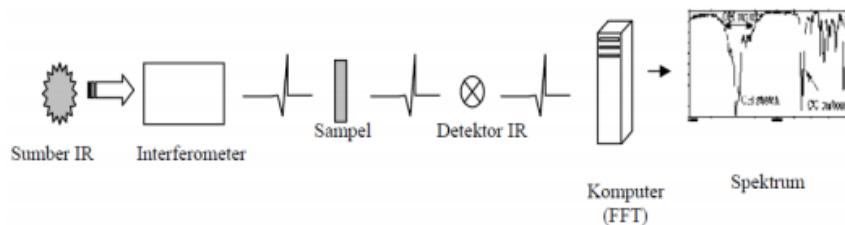
Gambar 4. Desain Instrumen Spektrofotometer UV-Vis *single-beam* dan *double beam* (Jeha, dkk., 2015)

3.4.2 *Fourier Transformed InfraRed (FTIR)*

Fourier Transformed InfraRed (FTIR) merupakan salah satu metode baku yang digunakan untuk mendeteksi struktur molekul senyawa melalui identifikasi gugus fungsi penyusun senyawa (Palebangan, 2020). FTIR merupakan spektroskopi berdasarkan pada vibrasi suatu molekul dan merupakan suatu metode yang mengamati interaksi dengan radiasi elektromagnetik pada daerah bilangan gelombang $10-13.000\text{ cm}^{-1}$. Instrumen ini berfokus pada rentang frekuensi $400-4000\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan ukuran suatu unit untuk frekuensi (Silverstein, 2002).

Prinsip kerja dari instrumen ini adalah adanya interaksi antara materi dengan energi. Instrumen spektroskopi FTIR akan menghasilkan sebuah berkas radiasi inframerah yang dipancarkan dari benda hitam. Radiasi inframerah tersebut

kemudian akan dilanjutkan melewati interferometer (celah) menuju sampel sehingga terjadi pengkodean spektral. Celah ini berfungsi sebagai pengontrol jumlah energi yang akan berikatan dengan sampel. Sampel yang menyerap akan menciptakan interferensi konstruktif dan destruktif yang disebut dengan interferogram. Kemudian, detektor mengukur sinyal interferogram khusus dalam energi versus waktu untuk semua frekuensi secara bersamaan. Sinyal yang terukur lalu dikirim ke komputer untuk kemudian direkam dengan perangkat lunak komputer transformasi *Fourier* (Novianti, 2021).

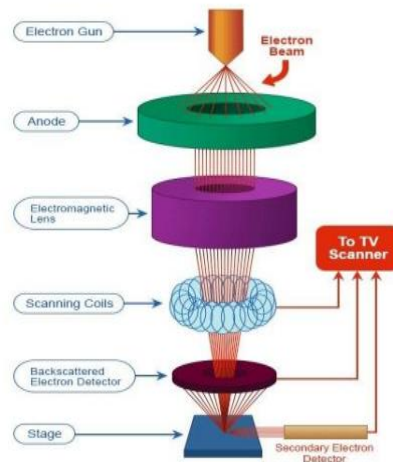


Gambar 5. Skema Kerja dari Alat FTIR (Suseno dan Firdausi, 2008)

3.4.3 Scanning Electron Magnetic – Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM- EDX)

Scanning electron magnetic (SEM) adalah suatu mikroskop elektron yang berfungsi sebagai alat pendeteksi objek untuk skala yang amat kecil. Selain itu SEM berfungsi untuk menentukan ukuran dan struktur pori. Prinsip kerja SEM yaitu deteksi suatu elektron yang dihamburkan oleh sampel padatan. Saat ditembak oleh berkas elektron berenergi tinggi secara kontinu yang dipercepat didalam suatu kumparan elektromagnetik kemudian dihubungkan dengan tabung sinar katoda, sehingga hal tersebut menghasilkan suatu informasi mengenai keadaan permukaan suatu sampel (Abdullah, dkk., 2008).

Cara kerja SEM yaitu pertama-tama gelombang elektron dipancarkan oleh *electron gun* sehingga terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai suatu titik yang jelas oleh lensa objektif. *Scanning coil* diberi energi sehingga menyediakan medan magnet bagi sinar elektron. Kemudian elektron sekunder diperoleh dari berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan lalu dikumpulkan oleh detektor *backscatter* atau detektor sekunder (Kroschwitz, 1990)



Gambar 6. Mekanisme kerja SEM (Shaban, 2020)

Identifikasi dengan menggunakan instrument SEM-EDX dapat memberikan hasil yang lebih cepat dan akurat, selain itu metode yang digunakan juga sederhana dengan waktu yang singkat. Dalam analisis SEM-EDX, sinar elektron yang dihasilkan area gun diarahkan mengenai sampel. Selanjutnya sinar elektron ini difokuskan menggunakan elektron optic columb. Kemudian saat sinar elektron mengenai sampel, maka akan terjadi beberapa interaksi pada sampel yang disinari. Interaksi yang terjadi tersebut selanjutnya terdeteksi dan diubah dalam sebuah citra atau gambar oleh analisis SEM dan dalam bentuk grafik oleh analisis EDX (Julinawati dkk., 2015).

3.4.4 X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar X adalah salah satu macam radiasi elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang antara 0,5-2,5 Å atau energi antara 200 eV- 1 MeV. Difraksi sinar x adalah salah satu teknik analisis yang digunakan dalam mengidentifikasi fasa kristalin di dalam suatu material benda serta untuk menganalisis sifat-sifat struktur seperti fasa komposisi orientasi kristal, cacat kristal dan ukuran butir dari masing-masing fasa. Teknik ini sering disebut juga *powder diffraction* atau difraksi menggunakan bubuk/serbuk dimana dapat mengidentifikasi unsur yang belum diketahui dengan cara membandingkan data difraksi kemudian mencocokkannya dengan database yang telah dibuat oleh *International Center for Diffraction Data* (Suryanarayana dan Norton, 1998).

Prinsip kerja dari instrument XRD adalah penerepan dari prinsip Bragg yaitu perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus kelipatan panjang gelombang dengan rumus seperti berikut:

$$n\lambda = d\sin\theta \dots\dots\dots (1)$$

Dengan,

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antara bidang kristal

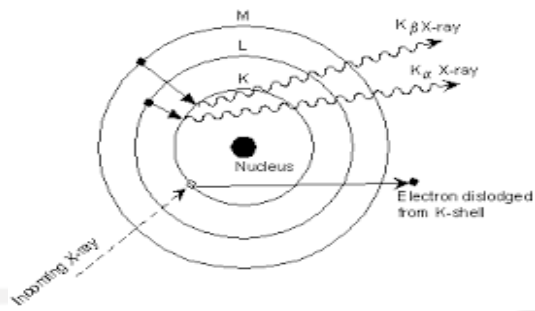
θ = sudut difraksi

Difraktogram yang didapat berisikan informasi deretan puncak atau *peak* difraksi dengan intensitas relatif sepanjang nilai 2θ pada rentang yang telah ditentukan. Intensitas relatif puncak besarnya tergantung dari banyaknya atom serta pendistribusinya dalam material (Sumari, dkk., 2020).

3.4.5 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) adalah salah satu teknik analisa non destruktif yang digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan konsentrasi elemen yang ada pada sampel baik berupa padatan, bubuk maupun cairan. Analisis menggunakan instrumen XRF akan memperoleh unsur penyusun dari suatu sampel. Hasil analisis kualitatif didapatkan dari puncak spektrum yang mewakili jenis unsurnya. Adapun hasil analisis kuantitatifnya didapatkan dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar (sari, 2016).

Prinsip kerja dari XRF ialah saat foton dengan energi tinggi (*X-rays*) menembak suatu elektron pada kulit dalam (umumnya kulit K atau L), hal tersebut menyebabkan elektron berpindah ke lapisan kulit terluar. Pada waktu yang bersamaan, kulit mengalami kekosongan elektron yang menyebabkan keadaan menjadi tidak stabil. Sehingga elektron dari kulit di atasnya akan berpindindah mengisi kekosongan tersebut dengan cara mengemisikan sinar atau *fluorescence*, dimana energi yang digunakan sebesar perbedaan energi dari kedua keadaan dan panjang gelombang sesuai dengan karakteristik dari setiap elemen. Intensitas sinar yang akan diemisikan sebanding dengan konsentrasi dari setiap elemen (Aurelia, 2005).



Gambar 7. Prinsip XRF (Fansuri,2010)



BAB IV METODOLOGI PENELITIAN

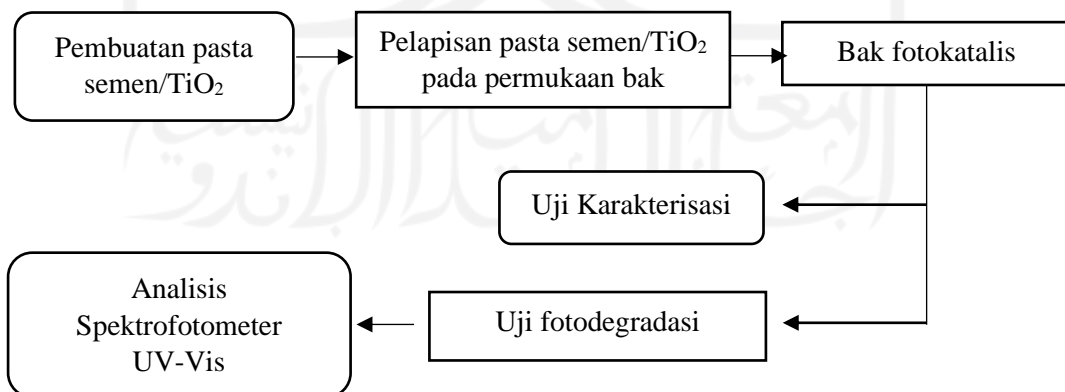
4.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang diperlukan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas kimia merk Iwaki (gelas beaker 100 ml, gelas beaker 250 mL, labu ukur 250 ml, labu ukur 1000 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 25 mL, pengaduk kaca), alat bangunan, timbangan digital dan reaktor fotokatalis dengan lampu UV 25 Watt (Kingsrate). Bahan yang digunakan yaitu semen komersial (Tiga Roda), semen antibocor (*waterproofing mortar*, Sika), serbuk titanium dioksida (TiO_2) komersial, bak semen/ TiO_2 , serbuk MB, serbuk MO dan akuades (H_2O).

Karakterisasi material dilakukan dengan instrumen *X-ray diffraction* (SHIMADZU XRD-7000) Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro, *X-Ray Fluorescence* (RIGAKU SPERMINI200) Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro, *Fourier Transformed InfraRed* (PERKIN ELMER UATR Spectrum Two) Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia dan *Scanning Electron Microscope* (JEOL JSM-6510LA) Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro. Uji larutan zat warna menggunakan instrumen *Spectrophotometer UV-Vis Double Beam* (Hitachi U-2900) pada panjang gelombang 664 nm untuk MB dan panjang gelombang 464,3 nm untuk MO.

4.2 Skema Penelitian

Skema penelitian ini adalah sebagai berikut:



Gambar 8. Skema Penelitian

4.3 Pembuatan pasta semen/TiO₂

Serbuk semen dan TiO₂ disiapkan dengan massa perbandingan yang digunakan yaitu sebesar 180 g : 180 g (1:1). Campuran serbuk dicampurkan dengan air dengan perbandingan 4:1 dan diaduk sampai berbentuk pasta (Bunroek dkk., 2019).

4.4 Imobilisasi semen/TiO₂ pada permukaan bak

Bak semen dengan volume 300 mL yang telah dilapisi semen antibocor (0,5 cm) selanjutnya dilapisi pasta semen/TiO₂ dengan ketebalan 0,5 cm. Bak semen yang telah dilapisi kemudian dikeringkan selama 24 jam (Bunroek dkk., 2019).



Gambar 9. Bak Semen/TiO₂

4.5 Karakterisasi Material

Terdapat 3 material yang akan dikarakterisasi pada penelitian ini, yaitu serbuk TiO₂, serbuk semen dan serbuk Semen/TiO₂. Ketiga material tersebut diambil sebanyak beberapa gram kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, SEM dan FTIR. Karakterisasi dengan XRF digunakan untuk menganalisis unsur-unsur yang terkandung di dalam sampel. Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui kristalinitas material yang terbentuk, Karakterisasi SEM digunakan untuk melihat bentuk morfologi material dan Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada material (Hoten dkk., 2018).

4.6 Uji Fotodegradasi

4.6.1 Penentuan kurva kalibrasi larutan standar MB dan MO.

Membuat larutan standar MB dan MO masing-masing dari larutan induk 1000 mg/L, lalu diencerkan konsentrasinya menjadi 100 mg/L. Selanjutnya dibuat larutan standar dengan variasi konsentrasi 0,0 mg/L; 2 mg/L; 4 mg/L; 6 mg/L; 8 mg/L dan 10 mg/L kemudian larutan standar MB dan MO dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Data absorbansi larutan yang diperoleh kemudian dibuat

grafik di mana x merupakan nilai konsentrasi dan y adalah nilai absorbansi sehingga diperoleh persamaan garis (Aisyah, dkk., 2019).

4.6.2 Variasi konsentrasi dalam degradasi fotokatalitik MB dan MO.

Variasi konsentrasi yang digunakan dalam degradasi fotokatalitik MB dan MO yaitu 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm dan 250 ppm dengan volume 250 ml untuk zat warna MB dan MO menggunakan lampu UV 25 Watt kondisi lampu tercelup selama 120 menit tanpa pengadukan. Konsentrasi optimum ditunjukkan dengan persen degradasi tertinggi dalam rentang waktu paling cepat (Dwijayanti dkk., 2020).

4.6.3 Variasi waktu dalam degradasi fotokatalitik MB dan MO.

Variasi waktu yang digunakan dalam degradasi fotokatalitik MB dan MO yaitu 1;3;5;15;30;45;60;75;90; dan 120 menit dengan volume 250 ml untuk zat warna MB dan MO menggunakan lampu UV 25Watt kondisi lampu tercelup tanpa pengadukan. Waktu optimum ditunjukkan dengan persen degradasi tertinggi dalam rentang waktu paling cepat (Dwijayanti dkk., 2020).

4.7 Uji Nitrat, Sulfat dan COD

Larutan zat warna MB dan MO sebelum dan sesudah terdegradasi akan diuji kadar COD, sulfat dan nitrat. Uji COD dilakukan dengan metode SNI 6989.2:2019. Uji tersebut berfungsi untuk mengetahui jumlah oksigen yang dibutuhkan dalam menguraikan seluruh bahan organik yang terdapat pada larutan. Uji sulfat dilakukan dengan metode SNI 6989.20:2019 uji nitrat dilakukan dengan metode APHA 4500-NO₃-E 2017. Uji sulfat dan nitrat dilakukan untuk mengetahui seberapa banyak sulfat dan nitrat yang dihasilkan setelah proses fotodegradasi.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini akan dilakukan proses fotodegradasi zat warna MB dan MO pada permukaan bak semen yg terlapis semen/TiO₂. Bak semen yang digunakan dalam penelitian ini memiliki ukuran 10×10×10 cm. Bak semen tersebut selanjutnya dilapisi oleh campuran semen/TiO₂ dengan metode *smear*, yaitu dengan mengoleskan pasta semen/TiO₂ dipermukaan bak semen. Bak semen yang telah terlapisi digunakan untuk mendegradasi zat warna MB dan MO di bawah penyinaran sinar ultraviolet (UV). Variasi konsentrasi kedua zat warna dan waktu degradasi akan dipelajari dalam penelitian ini. Perubahan konsentrasi MB dan MO sebelum dan sesudah degradasi dianalisis menggunakan Spektrometer UV-VIS *double beam*. Selain itu nilai COD, sulfat dan nitrat juga akan dianalisis. Material semen, TiO₂ dan semen/TiO₂ dikarakterisasi menggunakan beberapa instrumen, diantaranya seperti XRD, XRF, SEM-EDX dan FTIR.

5.1 Pembuatan Bak Semen/TiO₂

Bak semen dengan ukuran 10×10×10 cm terlebih dahulu dilapisi dengan semen antibocor, supaya bak semen yang akan di isi oleh sampel tidak bocor. Setelah itu serbuk semen dan TiO₂ yang telah tercampur ditambahkan dengan air. Tujuan penambahan air yaitu agar terjadi proses hidrasi, dimana proses ini terjadi pada semen setelah bercampur dengan air yang kemudian mengeluarkan panas. Adanya pelepasan panas ini membantu mempercepat pengerasan. (Rahmat, dkk., 2016). Pasta semen/TiO₂ yang sudah terbentuk dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Pasta semen/TiO₂

Setelah pasta semen/TiO₂ sudah terbentuk, selanjutnya dilapiskan ke bak semen dengan ketebalan 0,5 cm pada setiap sisi dengan cara dioles. Alasan dipilihnya sistem oles karena lebih praktis pengerjannya daripada dengan metode lainnya dan alasan menggunakan ketebalan 0,5 cm adalah supaya lapisan tidak mudah retak. Selanjutnya setelah semua sisi pada bak semen terlapisi dengan pasta semen/TiO₂, langkah berikutnya adalah mengeringkan bak tersebut selama 24 jam. Bak semen/TiO₂ yang sudah terlapisi dapat dilihat pada Gambar 11 (a) sedangkan plat semen/TiO₂ dapat dilihat pada Gambar 11 (b).



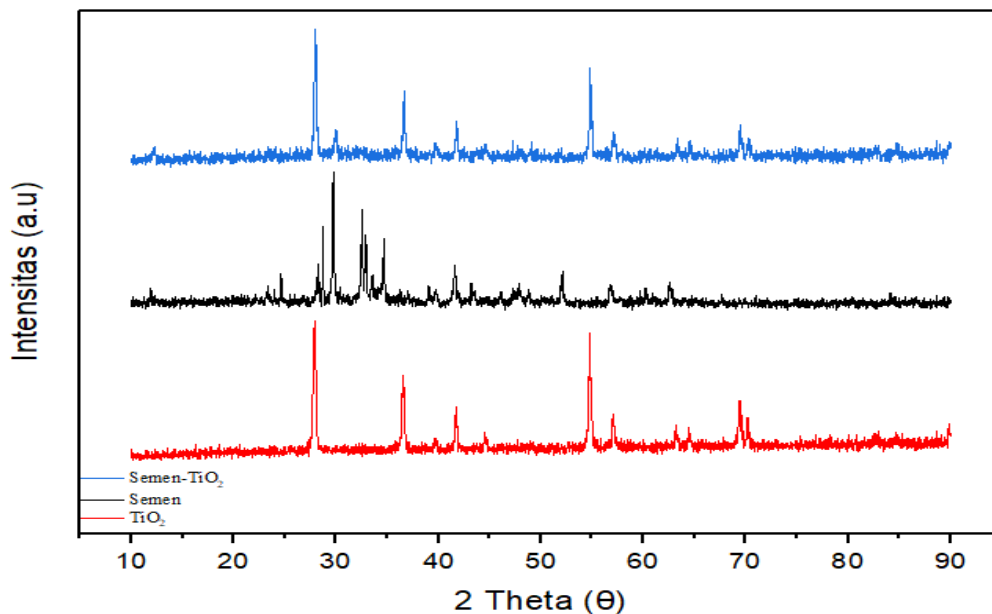
Gambar 11. (a) Bak semen terlapisi semen/TiO₂ dan (b) Plat semen/TiO₂
(Bunroek dkk., 2019)

Lapisan permukaan bak semen berwarna putih karena telah mengandung TiO₂. Bak semen yang telah terlapisi selanjutnya digunakan untuk mendegradasi zat warna MB dan MO.

5.2 Karakterisasi Material

5.2.1 Karakterisasi Material Semen/TiO₂ dengan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui fasa kristal dan ukuran diameter kristal dari material. Material yang dikarakterisasi dalam penelitian ini adalah semen, TiO₂ dan semen/TiO₂. Material-material tersebut mengandung beberapa jenis fase kristal sehingga perlu dikonfirmasi menggunakan instrumen XRD. Semen merupakan senyawa kompleks yang mengandung beberapa jenis fasa Kristal, diantaranya alite dan belite. TiO₂ merupakan salah satu fotokatalis yang memiliki beberapa jenis fasa kristal, seperti rutile, anatase dan brookite. Pola difraktogram dari material semen/TiO₂, semen dan TiO₂ ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Pola difraktogram dari material semen/TiO₂, semen dan TiO₂

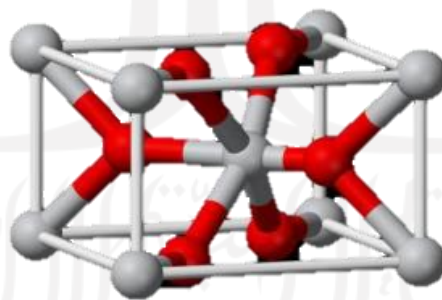
Pada Gambar 12 material semen memiliki beberapa puncak di antaranya 29,75°, 32,53°, 34,68°, 41,61°, 51,13°, 51,42° dan 51,60°. Berdasarkan puncak-puncak tersebut, jenis fase kristal yang dominan pada semen yaitu jenis alite dan belite. Puncak-puncak yang muncul pada penelitian ini sesuai dengan database P.D.F *card* Nomer 33-301 dan P.D.F *card* Nomer 33-302. Menurut P.D.F *card* Nomer 31-301 puncak karakterisasi pada alite muncul pada puncak 51,3°, 51,58° dan 51,85°. Sedangkan menurut P.D.F *card* Nomer 33-302 puncak karakterisasi pada belite muncul pada puncak 32,05°, 32,61°, 34,40° dan 41,28° (Jadhav dan Debnath, 2011).

Terdapat 2 fasa kristal yang terdapat pada semen yaitu, alite (C₃S-Ca₃SiO₅) dan belite (C₂S-Ca₂SiO₄). Alite berperan dalam peningkatan kekuatan pada semen yang terjadi pada 14 hari pertama. Senyawa ini dapat mengeras dalam beberapa jam dan dapat melepaskan panas. Semen dapat mengeras dikarenakan terjadinya proses hidrasi, yaitu suatu reaksi pada semen yang telah bercampur dengan air sehingga melepaskan panas. Adanya pelepasan panas ini membantu mempercepat proses pengerasan. Belite berperan dalam peningkatan kekuatan pada semen yang terjadi

dari hari ke-14 sampai hari ke-28. Pembentukan senyawa ini berlangsung perlahan dengan pelepasan panas yang lambat (Widojoko, 2010).

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 12 material TiO_2 memiliki beberapa puncak diantaranya $27,91^\circ$, $36,56^\circ$, $41,71^\circ$, $54,77^\circ$ dan $60,05^\circ$. Berdasarkan puncak-puncak tersebut jenis fasa kristal yang ditunjukkan TiO_2 pada penelitian ini yaitu jenis rutile. Puncak-puncak yang muncul pada penelitian ini sesuai dengan database JCPDS Nomor 21-1276. Menurut JCPDS Nomor 21-1276 puncak karakterisasi pada TiO_2 jenis rutile muncul pada puncak $27,0^\circ$, $35,6^\circ$, $40,8^\circ$, $54,0^\circ$ dan $61,0^\circ$ (Lidkk., 2014).

TiO_2 memiliki 3 jenis fasa kristal yaitu rutile, anatase dan brookite, dimana 3 jenis kristal tersebut memiliki sifat yang berbeda-beda. Fasa rutile ialah fasa yang umum dan merupakan fasa disintesis dari mineral ilmenite pada proses Becher. Dalam proses Becher oksida besi yang terkandung pada mineral ilmenite dipisahkan melalui suhu tinggi dan juga dengan bantuan gas klor atau sulfat sehingga menghasilkan rutile dengan kemurnian 91-93%. Fasa anatase umumnya stabil pada ukuran kristal kurang dari 11 nm, fasa brookite umumnya stabil pada ukuran kristal 12-35 nm dan fasa rutile umumnya stabil pada ukuran kristal diatas 35 nm (Hastuti, 2011).



Gambar 13. Bentuk kisi kristal TiO_2 fase rutile (Hastuti, 2011)

Berdasarkan Gambar 13 struktur rutile digambarkan sebagai rantai oktahedral TiO_6 . Masing-masing ion Ti^{4+} dikelilingi dengan enam atom oksigen. Rutile mengalami sedikit distorsi ortorombik sehingga relatif simetris. Jarak antara Ti-Ti rutile sebesar 3,57 dan 3,96 Å. Sedangkan jarak antara Ti-O rutile sebesar 1,949 dan 1,980 Å. Setiap oktahedron pada rutile dikelilingi oleh 10 oktahedron tetangganya (Hastuti, 2011).

Berdasarkan difraktogram semen/TiO₂ menunjukkan bahwa pelapisan semen/TiO₂ pada bak telah berhasil dilakukan, hal ini dibuktikan dengan adanya nilai 2θ yang terdapat pada semen dan TiO₂ juga terdapat pada material semen/TiO₂. Puncak-puncak yang dimiliki semen/TiO₂ 2θ 29,97°, 41,79°, 51,47°, 51,80°, 27,16° dan 54,83°. Perhitungan ukuran kristal semen, TiO₂ dan semen/TiO₂ menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Data hasil karakterisasi XRD TiO₂, semen, dan semen/TiO₂

| No. | Sampel | Jenis kristal | 2θ | β (rad) | Diameter kristal (nm) | Rata-rata diameter (nm) |
|-----|------------------------|---------------|-----------|---------------|-----------------------|-------------------------|
| 1. | Semen | Belite | 29,75 | 0,0029 | 50,89 | 53,62 |
| | | | 32,53 | 0,0026 | 56,75 | |
| | | | 34,68 | 0,0025 | 60,45 | |
| | | | 41,61 | 0,0023 | 46,37 | |
| | | Alite | 51,13 | 0,0018 | 89,56 | 78,24 |
| | | | 51,42 | 0,0009 | 172,78 | |
| 2. | TiO ₂ | Rutile | 51,60 | 0,0023 | 70,89 | 38,31 |
| | | | 27,91 | 0,0057 | 26,15 | |
| | | | 36,56 | 0,0050 | 30,77 | |
| | | | 41,71 | 0,0048 | 31,96 | |
| | | | 54,77 | 0,0044 | 37,38 | |
| 3. | Semen-TiO ₂ | Belite | 60,05 | 0,0026 | 65,33 | 37,85 |
| | | | 29,97 | 0,0044 | 34,00 | |
| | | Alite | 41,79 | 0,0037 | 41,70 | 74,87 |
| | | | 51,47 | 0,0017 | 92,10 | |
| | | Rutile | 51,80 | 0,0028 | 57,65 | 70,05 |
| | | | 27,16 | 0,0016 | 94,84 | |
| | | | 54,83 | 0,0036 | 45,26 | |

Difraktogram yang telah diperoleh, selanjutnya dilakukan interpretasi dan didapatkan nilai FWHM untuk menentukan ukuran kristal menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* seperti Tabel 2. Berdasarkan perhitungan tersebut diperoleh ukuran kristal untuk material semen jenis alite sebesar 53,62 nm dan belite sebesar 78,24. Untuk material TiO₂ diperoleh ukuran kristal sebesar 38,31 nm, dan untuk material semen/TiO₂ diperoleh ukuran kristal untuk belite, alite dan rutile berturut-turut dengan sebesar 37,85 nm; 74,87 nm dan 70,05 nm. Pada

material semen/TiO₂, ukuran kristal yang semakin kecil dapat meningkatkan kemampuan fotokatalitik saat proses fotodegradasi berlangsung (Azmi dkk. 2021).

5.2.2 Karakterisasi Material dengan *X-ray Fluorescence* (XRF)

Pengujian *X-ray Fluorescence* (XRF) dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa atau unsur yang ada di dalam material. Pada penelitian ini material yang dikarakterisasi adalah semen, TiO₂ dan semen/TiO₂. Dalam analisis XRF, jika radiasi dari tabung sinar-x mengenai suatu sampel maka elektron yang berada dekat dengan inti akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi dan memancarkan sinar-x karakteristik. Sinar-x karakteristik ini ditangkap oleh detektor dan diubah dalam bentuk sinyal tegangan, lalu dimasukkan ke *analyzer* untuk diolah datanya (Jamaludin dan Adiantoro, 2012). Hasil analisis kandungan senyawa dari XRF ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis XRF kandungan senyawa pada material

| No. | Komposisi (% b) | Semen | TiO ₂ | Semen/TiO ₂ |
|-----|--------------------------------|---------|------------------|------------------------|
| 1. | CaO | 47,8 | - | 13,46 |
| 2. | TiO ₂ | 0,27 | 94,28 | 33,27 |
| 3. | SiO ₂ | 16,12 | 0,77 | 3,46 |
| 4. | Al ₂ O ₃ | 3,78 | 1,27 | 1,24 |
| 5. | K ₂ O | 1,08 | 0,05 | 0,29 |
| 6. | SO ₃ | 1,90 | - | 0,420 |
| 7. | Fe ₂ O ₃ | 2,86 | - | 0,774 |
| 8. | ZrO ₂ | - | 0,450 | 0,153 |
| 9. | ZnO | 0,0272 | 0,0649 | 0,0280 |
| 10. | SrO | 0,282 | - | 0,00945 |
| 11. | Nb ₂ O ₅ | - | 0,0463 | 0,0147 |
| 12. | P ₂ O ₅ | 0,00942 | 0,0875 | 0,0806 |
| 13. | <i>Balance</i> | 25,87 | 2,98 | 46,80 |

Berdasarkan hasil analisis XRF pada Tabel 3, senyawa dengan konsentrasi tertinggi yang terkandung di dalam semen yaitu CaO dengan persentase kandungan sebesar 47,8%. Pada material TiO₂ senyawa dengan konsentrasi tertinggi yang terkandung di dalamnya yaitu senyawa TiO₂ sebesar 94,28 %. Sedangkan pada material semen/TiO₂ terdapat 2 senyawa dengan konsentrasi tertinggi yang terkandung di dalamnya yaitu TiO₂ dan CaO sebesar 33,27% dan 13,46%. Hasil

karakterisasi XRF menunjukkan banyaknya senyawa dalam material sekaligus mengkonfirmasi dengan hasil karakterisasi EDX bahwa TiO_2 berhasil terdispersi ke dalam semen.

Konfirmasi keberadaan TiO_2 penting dalam material yang disiapkan, karena kehadiran TiO_2 berpengaruh terhadap aktivitas fotodegradasi. Dalam material campuran yaitu semen/ TiO_2 , fotokatalis TiO_2 terdeteksi dengan jumlah dua kali lipat dibandingkan dengan jumlah mineral kandungan semen. TiO_2 ini yang bertanggungjawab dalam proses fotokatalisis. Kandungan TiO_2 yang cukup tinggi sangat berpotensi untuk menghasilkan aktivitas fotokatalitik yang baik saat proses fotodegradasi.

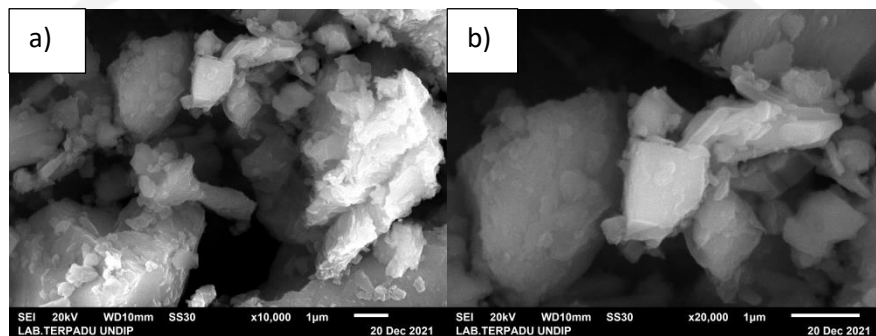
Pada penelitian yang dilakukan oleh Diyanah (2018) hasil karakterisasi XRF pada material TiO_2 sebesar 99,01% senyawa TiO_2 yang terkandung, dimana jenis TiO_2 yang dipakai pada penelitian tersebut yaitu titanium (IV) isopropoksida (TTIP). Pada penelitian ini material TiO_2 yang digunakan merupakan bubuk TiO_2 komersil dengan kadar 94,28%. Setelah dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Diyanah (2018), ternyata hasil kadar kandungan TiO_2 pada TTIP maupun bubuk TiO_2 komersil tidak jauh berbeda. Sedangkan pada penelitian Anleu dkk. (2018) hasil karakterisasi XRF pada senyawa CaO sebesar 64,1%, dimana jenis semen yang digunakan pada penelitian tersebut yaitu semen portland merk Holcim. Pada penelitian ini semen yang digunakan merupakan semen portland merk Tiga roda dengan kadar CaO sebesar 47,8%. Setiap merk semen memiliki perbandingan tertentu tergantung dari komposisi bahan bakunya, sehingga kadar kandungannya berbeda-beda.

5.2.3 Karakterisasi Material dengan SEM-EDX

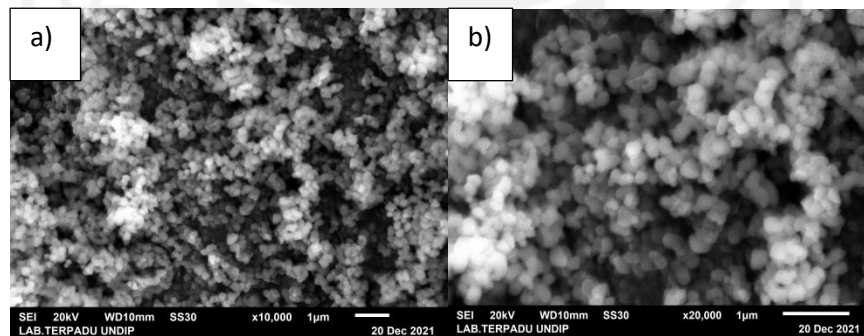
Karakterisasi dengan menggunakan SEM adalah untuk mengetahui bentuk morfologi permukaan dari material. Pada penelitian ini material yang dikarakterisasi adalah semen, TiO_2 dan semen/ TiO_2 . Dalam proses karakterisasi SEM, sinar elektron diproduksi oleh pistol elektron, kemudian lensa magnetik memfokuskan elektron menuju sampel. Selanjutnya sinar elektron memindai permukaan sampel yang diarahkan oleh koil pemindai. Ketika sebuah elektron mengenai sampel, maka akan terjadi hamburan elektron menjadi elektron sekunder

dari permukaan sampel dan akan dideteksi oleh detektor. Signal dari detektor akan diolah menjadi citra atau gambar ke dalam monitor (Sari dkk., 2014).

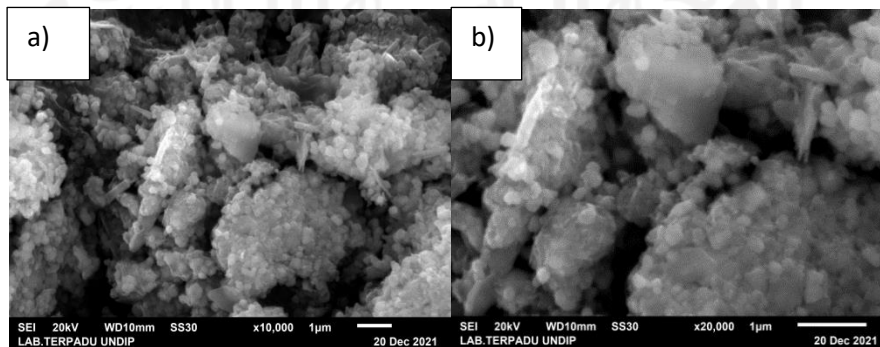
Karakterisasi permukaan material menggunakan perbesaran sebesar 10.000 dan 20.000 kali. Hasil uji karakterisasi SEM material semen, TiO_2 dan semen/ TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 14, 15 dan 16.



Gambar 14. Morfologi dari material semen dengan perbesaran a)10.000x
b) 20.000x

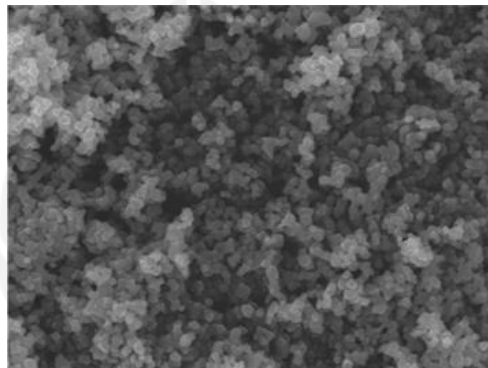


Gambar 15. Morfologi dari material TiO_2 dengan perbesaran a)10.000x
b) 20.000x



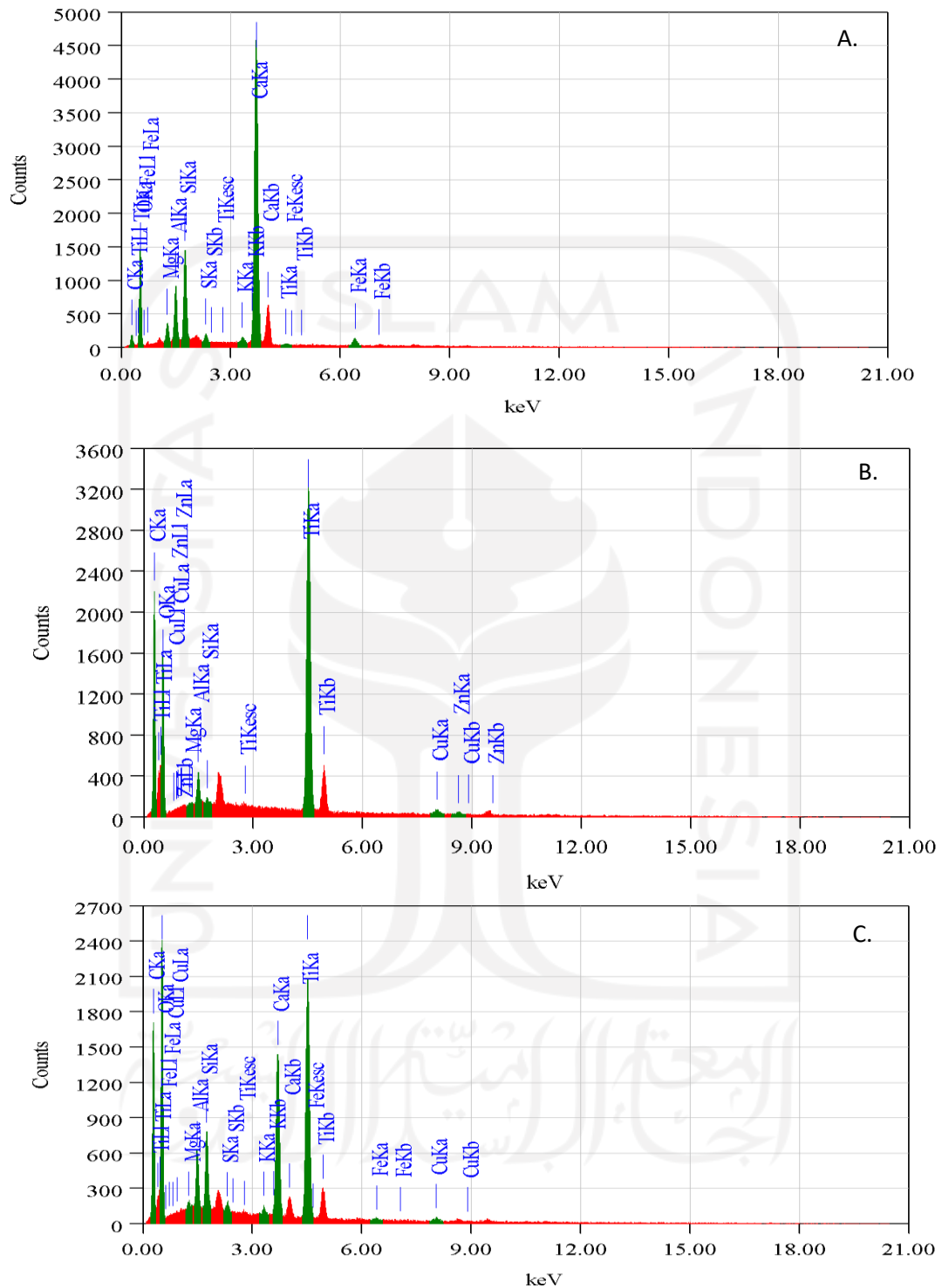
Gambar 16. Morfologi dari material semen/ TiO_2 dengan perbesaran
a)10.000x dan b) 20.000x

Hasil karakterisasi SEM yang ditunjukkan pada Gambar 14 menunjukkan permukaan material semen seperti bongkahan-bongkahan yang berasal dari penggumpalan dan ukurannya yang tidak seragam. Material TiO_2 pada Gambar 15 memiliki bentuk bulat seragam dan beraglomerasi (menggumpal), hasilnya sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Shaban dkk. (2016) yang dapat dilihat pada Gambar 17. Selain itu berdasarkan Gambar 16 hasil karakterisasi menunjukkan permukaan material semen/ TiO_2 terlihat bahwa TiO_2 yang berbentuk bulat kecil dan beraglomerasi (menggumpal) telah berhasil menempel secara merata pada permukaan semen yang berbentuk bongkahan-bongkahan besar.



Gambar 17. Morfologi dari material TiO_2 (Shaban dkk., 2016)

SEM yang dilengkapi dengan EDX menghasilkan data tambahan yaitu menentukan komposisi unsur dari material semen, TiO_2 dan semen/ TiO_2 . Energi dari sinar X yang dihasilkan adalah karakteristik struktur atom dari suatu unsur yang terpancar dan juga karakteristik dari perbedaan energi antara 2 kulit. Sehingga karakteristik unsur yang menyusun sampel dapat diketahui menggunakan EDX (Umam dan Rosyidah, 2013). Pola spektra dari SEM-EDX ditunjukkan pada Gambar 18.



Gambar 18. Spektre EDX dari material: a) semen, b) TiO₂ dan c) semen/TiO₂

Berdasarkan spektre EDX pada Gambar 18 didapatkan hasil komposisi unsur-unsur di permukaan semen, TiO₂, dan semen/TiO₂ yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Komposisi unsur yang terkandung dalam material semen, TiO₂ dan semen/TiO₂

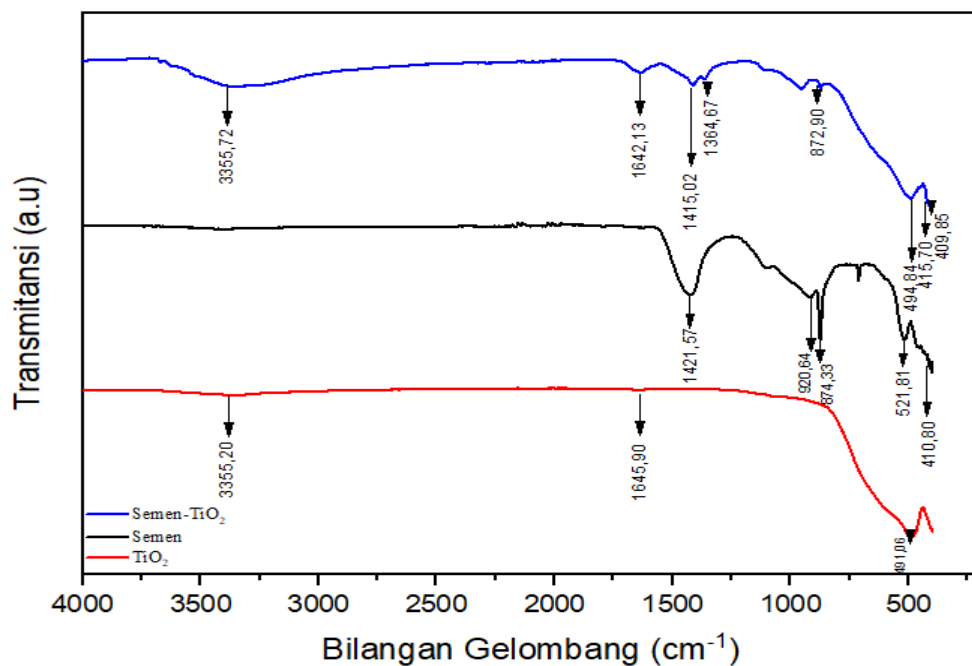
| No. | Unsur | Konsentrasi (%) | | |
|-----|-------|-----------------|------------------|------------------------|
| | | Semen | TiO ₂ | semen/TiO ₂ |
| 1. | C | 10,39 | 47,99 | 45,79 |
| 2. | O | 31,91 | 20,46 | 21,18 |
| 2. | Mg | 1,92 | 0,05 | 0,26 |
| 3. | Al | 4,61 | 1,01 | 1,75 |
| 4. | Si | 7,66 | 0,16 | 2,36 |
| 5. | S | 0,80 | - | 0,33 |
| 6. | K | 0,62 | - | 0,37 |
| 7. | Ca | 38,90 | - | 7,54 |
| 8. | Ti | 0,14 | 28,10 | 19,27 |
| 9. | Fe | 3,05 | - | 0,33 |
| 10. | Cu | - | 1,29 | 0,82 |
| 11. | Zn | - | 0,94 | - |

Pada Tabel 4 dapat diketahui pada material semen dengan merk Tiga Roda memiliki unsur-unsur dengan konsentrasi tertinggi yaitu Ca (38,90%) dan O (31,91%). Sedangkan pada penelitian Yuningrat dkk., 2016 semen biasa memiliki unsur-unsur dengan konsentrasi tertinggi yaitu Ca (6,14%) dan O (55,40%). Pada penelitian ini material TiO₂ komersil memiliki unsur-unsur dengan konsentrasi tertinggi yaitu Ti (28,10%) dan O (20,46%). Sedangkan pada penelitian Rosanti dkk., 2020 TiO₂ Merck memiliki unsur-unsur dengan konsentrasi tertinggi yaitu Ti (34,38%) dan O (65,62%). Selanjutnya pada material semen/TiO₂ terdapat unsur-unsur dengan konsentrasi tertinggi yaitu adanya CO (66,97%), Ti (19,27%) dan Ca (7,54%). Dari data EDX tersebut dapat dikatakan bahwa pada material semen/TiO₂ mengandung unsur Ti, Ca dan CO. Unsur Ti berasal dari senyawa TiO₂ yang terdapat dalam material TiO₂, unsur Ca dan CO berasal dari senyawa CaCO₃. Hal ini membuktikan bahwa material TiO₂ telah terdispersi dengan matriks semen.

5.2.4 Karakterisasi Material dengan FTIR

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengetahui ikatan serapan semen dan TiO₂ pada daerah serapan *infrared*. Pada penelitian ini material yang dikarakterisasi adalah semen, TiO₂ dan semen/TiO₂. Dalam analisis FTIR sumber sinar yaitu

infrared akan dipancarkan dari sumber cahaya menuju interferometer. Sejumlah sinar *infrared* akan diserap oleh sampel dan yang lainnya di transmisikan melalui permukaan sampel. Sinar akhirnya menuju ke detektor untuk pengukuran akhir. Sinyal yang diukur dikirim ke komputer dan direkam dalam bentuk puncak-puncak (Sari dkk., 2018). Spektra *infrared* dari material semen, TiO₂ dan semen/TiO₂ dapat dilihat pada Gambar 19.



Gambar 13. Spektra FTIR dari semen, TiO₂ dan semen/TiO₂

Tabel 5. Data hasil analisis spektrum FTIR

| No. | Bilangan gelombang (cm ⁻¹) | | | Ikatan |
|-----|--|------------------|------------------------|----------------------------------|
| | Semen | TiO ₂ | semen/TiO ₂ | |
| 1. | - | 3355,20 | 3355,72 | O-H |
| 2. | - | 1645,90 | 1642,13 | Vibrasi molekul H ₂ O |
| 3. | 1421,57 | - | 1415,02 dan 1364,67 | C-O |
| 4. | 874,33 - 920,64 | - | 872,90 | Si-O |
| 5. | 521,81 | 491,06 | 494,84 | Ti-O |
| 6. | 410,80 | - | 415,70 dan 409,85 | Vibrasi <i>in plane</i> Si-O |

Tabel 5 menunjukkan data bilangan gelombang dari material semen, TiO₂ dan semen/TiO₂. Berdasarkan Tabel 5, diketahui elusidasi pada bilangan gelombang antara material semen, TiO₂ dan semen/TiO₂ tidak terlalu banyak perbedaan. Hasil analisis IR terlihat bahwa bilangan gelombang 1364,67 - 1421,57 cm⁻¹ merupakan ikatan C-O dari vibrasi senyawa CaCO₃ yang terkandung dalam semen; 872,90 – 920,64cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur asimetris dari Si-O; 491,06 - 521,81 cm⁻¹ merupakan vibrasi dari Ti-O dan 409,85 - 415,70 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi *in plane* Si-O (Feng, dkk., 2019).

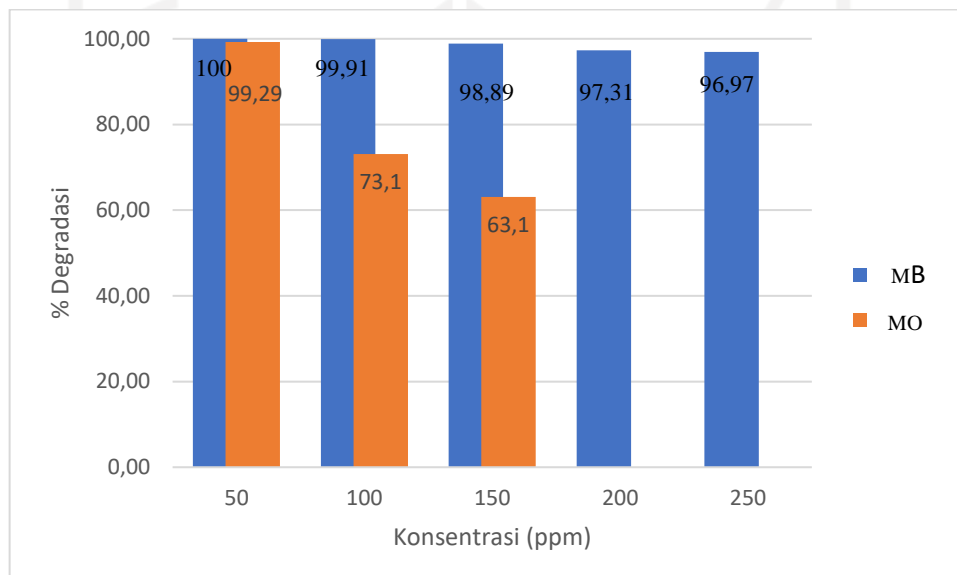
Berdasarkan hasil karakterisasi di atas telah terkonfirmasi bahwa serapan pada ikatan Ti-O dan C-O muncul pada panjang gelombang berturut-turut 491,06 cm⁻¹ dan 1421,57 cm⁻¹. Serapan 1421,57 cm⁻¹ yang merujuk pada ikatan C-O berasal dari ikatan semen, hal ini dibuktikan pada hasil karakterisasi semen murni yang juga menunjukkan ikatan pada senyawa yang serupa. Sedangkan pada bilangan gelombang 491,06 cm⁻¹ yang menunjukkan ikatan Ti-O berasal dari TiO₂ karena TiO₂ murni ditemukan serapan dari bilangan gelombang yang sama.

5.3 Penentuan Konsentrasi optimum dan Waktu optimum pada MB dan MO

Bak semen yang sudah terlapis dengan pasta semen/TiO₂ selanjutnya dilakukan uji aktivitas fotokatalis untuk degradasi zat warna MB dan MO dengan variasi konsentrasi dan waktu. Proses degradasi zat warna MB dan MO dilakukan menggunakan reaktor fotokatalis berupa bak yang sudah terlapis semen/TiO₂ dengan bantuan sinar ultraviolet yang berasal dari lampu UV 25 Watt kondisi lampu tercelup tanpa pengadukan. Fungsi sinar ultraviolet adalah untuk mengaktifkan TiO₂ sebagai katalis supaya bisa menguraikan senyawa-senyawa organik yang terdapat pada larutan MB dan MO menjadi senyawa-senyawa yang lebih sederhana. Larutan hasil degradasi diukur absorbansinya menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis *double beam* pada panjang gelombang 664 nm untuk MB dan panjang gelombang 464,3 nm untuk MO, hal ini berfungsi untuk mendapatkan nilai absorbansi dari larutan MB dan MO setelah didegradasi (Dewi, dkk., 2019).

5.3.1 Pengaruh Konsentrasi

Variasi konsentrasi dilakukan untuk mengetahui efektivitas dari proses degradasi larutan MB dan MO. Uji pengaruh konsentrasi dilakukan dengan variasi konsentrasi 50, 100, 150, 200 dan 250 ppm untuk larutan MB dan MO selama 120 menit. Hasil penurunan konsentrasi larutan MB dan MO berbagai variasi konsentrasi disajikan pada Gambar 20. Selanjutnya di uji menggunakan spektrofotometer UV-VIS *double beam* pada setiap variasi konsentrasi. Kemudian didapatkan hasil pengujian sebagai berikut:



Gambar 20. Pengaruh variasi konsentrasi larutan MB dan MO selama 120 menit

Gambar 20 menunjukkan pengaruh variasi konsentrasi larutan MB dan MO menggunakan bak semen/TiO₂. Namun seiring konsentrasi meningkat, maka semakin kecil persen degradasinya. Hal ini terjadi karena zat warna dengan konsentrasi lebih tinggi mempunyai jumlah molekul yang lebih sehingga akan lebih banyak memerlukan radikal hidroksida. Dalam penelitian ini, massa dari fotokatalis dan intensitas sinar UV dianggap tetap sehingga jumlah radikal hidroksida yang dihasilkan juga diperkirakan tetap. Perbandingan radikal hidroksida dengan jumlah molekul zat warna berbeda-beda, sehingga mengakibatkan perbedaan jumlah molekul yang didegradasi dalam rentang waktu yang sama, yaitu 120 menit (Diantariani dkk. 2016).

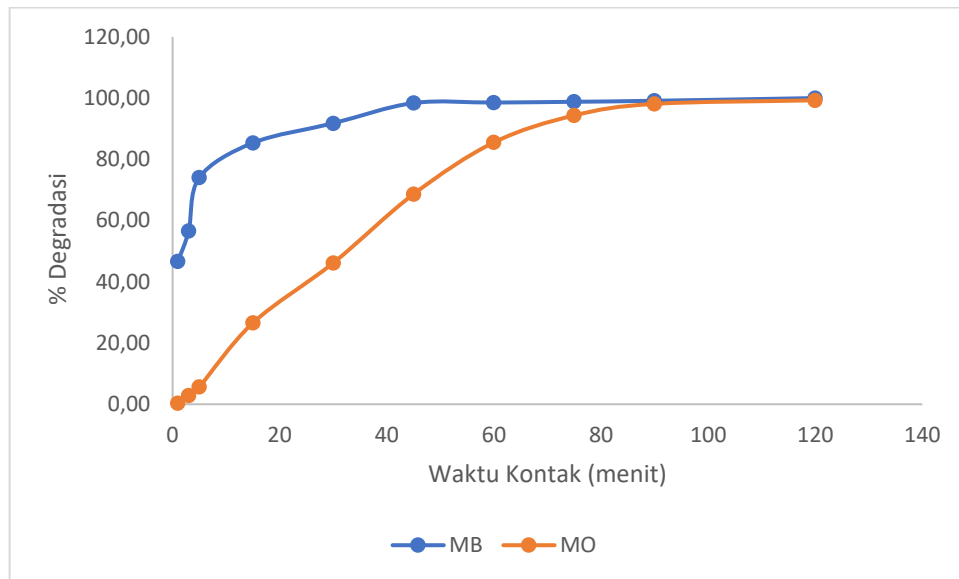
Pada degradasi zat warna MB, hasil persen degradasi terendah ditunjukkan oleh konsentrasi 250 ppm yaitu sebesar 96,97% sedangkan hasil persen degradasi tertinggi ditunjukkan oleh konsentrasi 50 ppm sebesar 100%. Pada zat warna MO, hasil persen degradasi terendah ditunjukkan pada konsentrasi 150 ppm sebesar 63,10% sedangkan hasil persen degradasi tertinggi ditunjukkan pada konsentrasi 50 ppm sebesar 99,29%. Hasil persen degradasi yang diperoleh antara zat warna MB dan MO mengalami perbedaan yang cukup signifikan. Perbedaan ini kemungkinan disebabkan oleh penggunaan bak semen/TiO₂ yang sama antara MB dan MO. Bak semen/TiO₂ pertama-tama digunakan untuk degradasi MB dari konsentrasi 50 ppm sampai 250 ppm. Hal ini menyebabkan perubahan warna pada bak semen/TiO₂ yang awalnya berwarna putih keabuan menjadi putih kebiruan seperti pada Gambar 21. Kemungkinan molekul-molekul MB telah teradsorpsi ke dalam material semen/TiO₂. Sehingga saat bak semen/TiO₂ digunakan untuk mendegradasi MO, hasil persen degradasinya tidak sebagus zat warna MB.



Gambar 21. Keadaan bak semen/TiO₂ setelah proses degradasi larutan MB

5.3.2 Pengaruh Waktu

Variasi waktu dilakukan untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan untuk mencapai penurunan % degradasi MB dan MO yang maksimal. Uji pengaruh waktu dilakukan dengan variasi waktu 0; 1; 3; 5; 15; 30; 45; 60; 75; 90 dan 120 menit. Dalam pengujian ini larutan MB dan MO yang dipakai sebesar 50 ppm sebanyak 250 mL. Selanjutnya larutan MB dan MO hasil degradasi diuji menggunakan spektrofotometer UV-VIS *double beam* pada setiap variasi waktu. Selanjutnya didapatkan hasil pengujian sebagai berikut:



Gambar 22. Pengaruh Variasi Waktu dalam Larutan MB dan MO 50 ppm

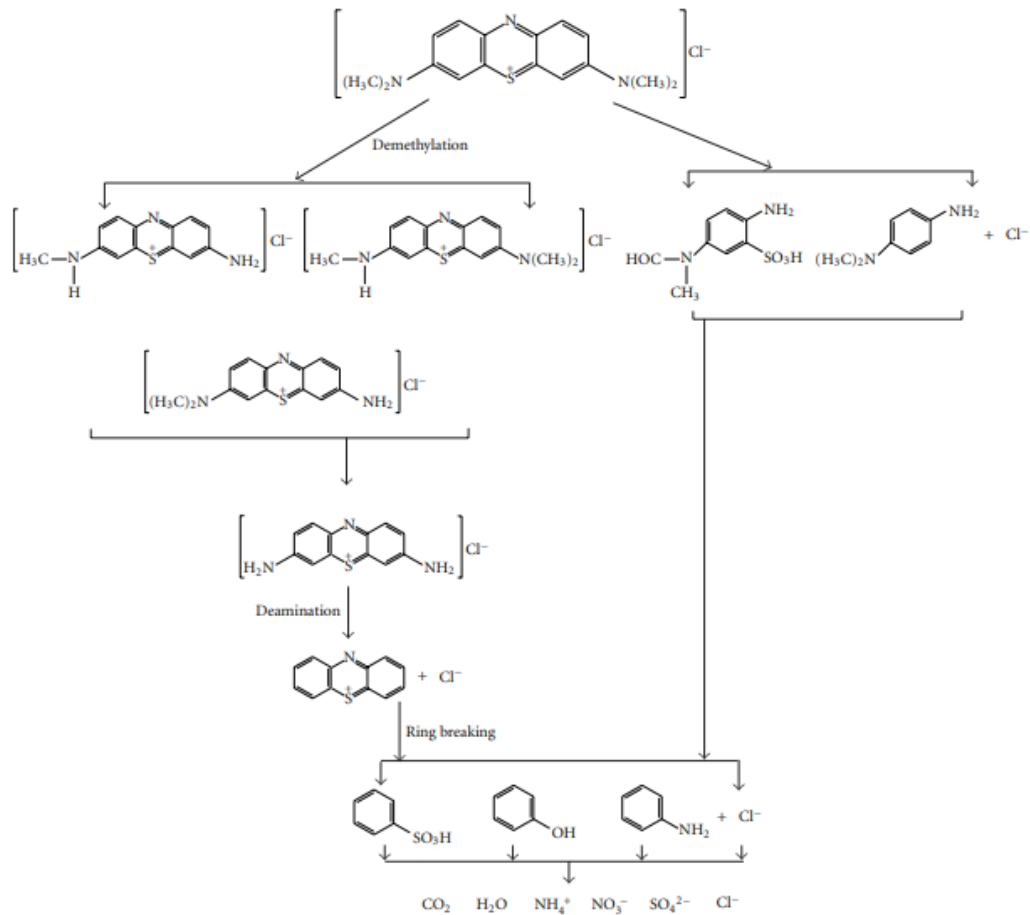
Gambar 22 menunjukkan pengaruh variasi waktu larutan MB dan MO.

Hasil penyinaran dengan sinar UV menunjukkan waktu kontak optimum tercapai pada menit ke-90 untuk larutan MB dan larutan MO yang menghasilkan % degradasi keduanya secara berturut-turut sebesar 100% dan 98,12%. Hasil penyinaran dengan sinar UV menunjukkan bahwa zat warna MB lebih cepat terdegradasi daripada MO. Pada MB membutuhkan waktu 90 menit untuk menghasilkan persen degradasi sebesar 100% sedangkan MO dengan waktu yang sama yaitu 90 menit hanya menghasilkan persen degradasi sebesar 98,12%. Adanya mekanisme permukaan dimungkinkan terjadi melalui interaksi kimiawi MB yang bermuatan positif dengan sisi positif katalis (Fatimah dkk. 2013). Hal inilah yang menyebabkan pada larutan MB lebih cepat terdegradasi ketimbang pada larutan MO.

Selain itu pengaruh lama penyinaran mempengaruhi nilai persen degradasi. Semakin lama penyinaran yang dilakukan maka zat warna akan semakin terdegradasi, hal ini karena semakin lama waktu penyinaran maka semakin banyak jumlah radikal OH yang berperan dalam mendegradasi senyawa. Tetapi setelah sampai pada waktu optimum degradasi zat warna akan mengalami penurunan. Hal ini terjadi karena sisi aktif TiO_2 sudah jenuh, sehingga terjadi proses desorpsi atau proses pelepasan kembali molekul-molekul yang telah berikatan TiO_2 . Akibatnya

konsentrasi larutan kembali meningkat yang menyebabkan persentase degradasinya menurun (Setiyawati dkk. 2020).

5.4 Uji COD, Sulfat dan Nitrat Pada Larutan MB dan MO



Gambar 23. Mekanisme degradasi MB (Luan dan Hu, 2011)

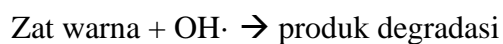
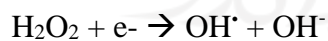
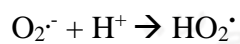
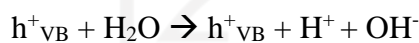
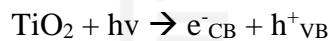
Pada penelitian ini dilakukan pengujian pada larutan MB dan MO dengan konsentrasi 50 ppm sebelum dan sesudah proses degradasi. Pengujian tersebut berupa uji COD, sulfat dan nitrat. Berdasarkan Gambar 23 hasil akhir dari proses fotodegradasi pada MB yaitu CO₂, H₂O, NO₃⁻, SO₄²⁻ dan Cl⁻. Sehingga pada penelitian ini dilakukan uji COD, uji sulfat dan juga uji nitrat.

Selanjutnya larutan MB dan MO di uji menggunakan spektrofotometer UV-Vis *double beam*. Perubahan warna sebelum dan sesudah fotodegradasi dapat dilihat pada gambar berikut.



Gambar 23. Perubahan zat warna yang semakin memudar akibat fotodegradasi (a) MB dan (b) MO

Gambar 23 memperlihatkan bahwa zat warna MB dan MO setelah dilakukan fotodegradasi berubah menjadi bening warnanya. Hal ini disebabkan oleh adanya penyinaran dengan sinar UV sehingga menyebabkan terbentuknya radikal $\bullet\text{OH}$. Semakin banyak foton yang mengenai TiO_2 maka jumlah radikal $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan juga semakin bertambah. Radikal $\bullet\text{OH}$ yang terbentuk akan semakin banyak jika waktu penyinarannya semakin lama. Radikal $\bullet\text{OH}$ ini yang akan menyerang molekul MB dan MO dan menjadikannya menjadi senyawa yang lebih sederhana. Berikut mekanisme dari fotokatalis TiO_2 (Houas dkk., 2001) :



Tabel 6. Hasil uji COD, sulfat dan nitrat pada MB

| MB | | |
|----------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Parameter Uji | Sebelum degradasi (mg/L) | Setelah degradasi (mg/L) |
| COD | 150,1 | 108,5 |
| Sulfat | $18,82 \pm 3,53$ | $23,13 \pm 3,45$ |
| Nitrat | $0,084 \pm 0,017$ | $0,038 \pm 0,013$ |

Tabel 7. Hasil uji COD, sulfat dan nitrat pada MO

| MO | | |
|----------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Parameter Uji | Sebelum degradasi (mg/L) | Setelah degradasi (mg/L) |
| COD | $267,0 \pm 23,8$ | $157,8 \pm 24,5$ |
| Sulfat | $11,15 \pm 2,17$ | $53,49 \pm 3,25$ |
| Nitrat | $0,111 \pm 0,023$ | $0,051 \pm 0,013$ |

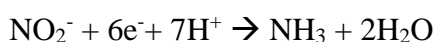
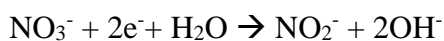
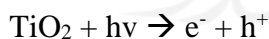
Tabel 6 dan Tabel 7 menunjukkan nilai COD, sulfat dan nitrat sebelum dan sesudah proses degradasi. Uji COD dilakukan untuk mengetahui jumlah oksigen yang dibutuhkan dalam menguraikan seluruh bahan organik yang terdapat pada larutan. Nilai COD mula-mula dari MB dan MO yaitu 150,1 mg/L dan $267,0 \pm 23,8$ mg/L. Setelah mengalami degradasi, konsentrasi keduanya turun menjadi 108,5 mg/L untuk MB dan $157,8 \pm 24,5$ mg/L untuk MO. Berdasarkan hasil tersebut, kandungan COD setelah proses fotodegradasi ternyata menurun dibandingkan dengan sebelum melakukan proses fotodegradasi. Penurunan nilai COD pada zat warna MB dan MO setelah terdegradasi disebabkan oleh banyaknya senyawa organik yang bereaksi dengan radikal $\text{OH}\cdot$ kemudian teroksidasi sehingga membentuk senyawa yang lebih sederhana (Sari dan Agustina, 2019).

Uji yang lain adalah penentuan konsentrasi sulfat dan nitrat dalam larutan MB dan MO hasil degradasi. Konsentrasi sulfat pada MB dan MO mula-mula adalah

18,82 ± 3,53 mg/L dan 11,15 ± 2,17 mg/L. Setelah mengalami degradasi, konsentrasi keduanya naik menjadi 23,13 ± 3,45 mg/L untuk MB dan 53,49 ± 3,25 mg/L untuk MO. Berdasarkan hasil tersebut, kandungan sulfat setelah proses fotodegradasi ternyata meningkat dibandingkan dengan sebelum melakukan proses fotodegradasi. Hal ini dikarenakan hasil akhir dari proses fotodegradasi berupa sulfat sehingga kadar sulfat yang dihasilkan pun naik. Selain itu adanya kenaikan hasil pada uji sulfat menunjukkan bahwa proses fotodegradasi menggunakan bak semen terlapis semen/TiO₂ mampu mengoksidasi kandungan senyawa kompleks (MB dan MO) menjadi senyawa yang lebih sederhana seperti sulfat.

Untuk uji nitrat baik pada zat warna MB maupun MO keduanya mengalami penurunan hasilnya. Nilai nitrat pada zat warna MB dari 0,084 ± 0,017 mg/L menjadi 0,038 ± 0,013 mg/L, sedangkan nilai nitrat pada zat warna MO dari 0,111 ± 0,023 mg/L menjadi 0,051 ± 0,013 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwasanya proses fotodegradasi menggunakan bak semen/TiO₂ telah menurunkan senyawa nitrat yang terkandung pada zat warna MB maupun MO. Kadar nitrat yang tinggi telah menjadi masalah lingkungan yang serius. Kandungan nitrat yang tinggi dalam air dapat menyebabkan pembentukan senyawa organik nitrogen karsinogenik seperti nitrosamin, yang dapat menyebabkan kanker kandung kemih perut dan ovarium. Selain itu dengan adanya nitrogen ini ke lingkungan perairan akan menyebabkan masalah serius seperti transformasi pigmen pembawa oksigen (misalnya hemosianin dan hemoglobin) menjadi bentuk methemoglobin yang tidak mampu membawa oksigen.

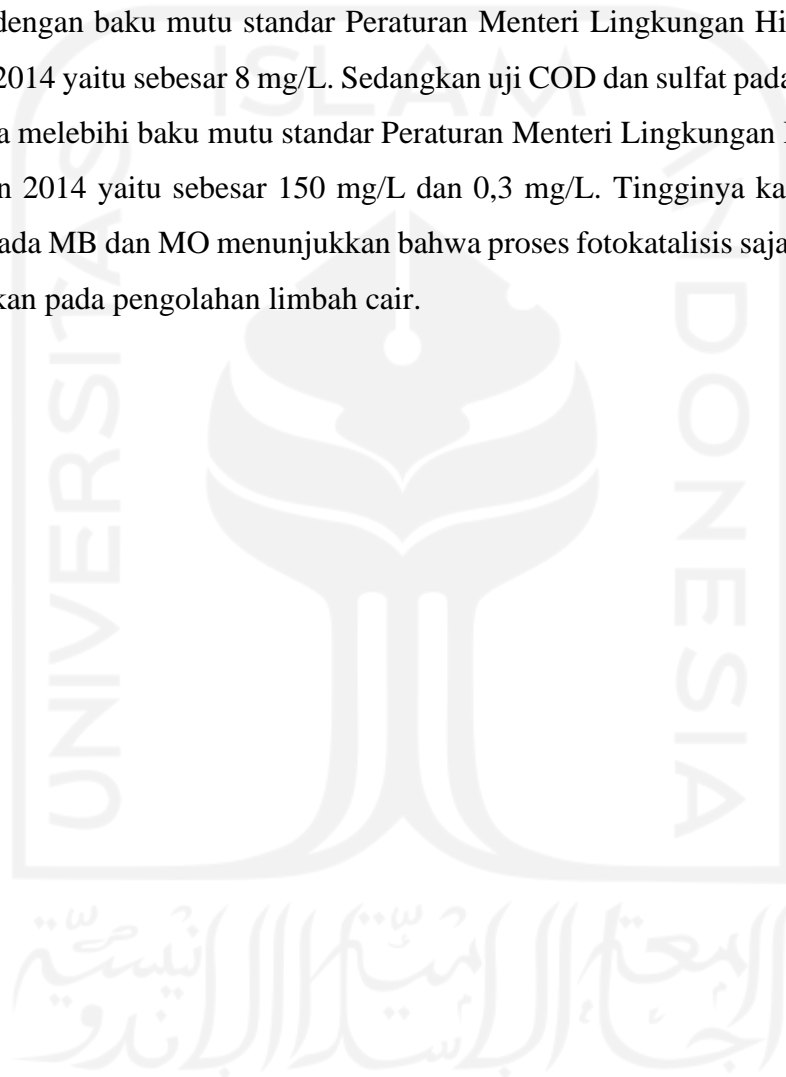
Menurut Shaban dkk. (2016), proses reduksi nitrat dapat dinyatakan sebagai berikut:



Proses denitrifikasi merupakan proses reduksi nitrat menjadi gas dinitrogen (N₂). Gas nitrogen yang dihasilkan dari proses denitrifikasi akan dilepas ke

atmosfer, sehingga tidak ada lagi unsur zat nitrogen yang mencemari lingkungan (Herlambang dan Marsidi 2003). Adanya proses denitrifikasi menyebabkan kadar nitrat pada penelitian ini menurun dikarenakan nitrat nya mengalami reduksi menjadi gas dinitrogen.

Hasil uji nitrat untuk MB dan MO setelah terdegradasi telah terpenuhi atau sesuai dengan baku mutu standar Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 5 Tahun 2014 yaitu sebesar 8 mg/L. Sedangkan uji COD dan sulfat pada MB dan MO hasilnya melebihi baku mutu standar Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 5 Tahun 2014 yaitu sebesar 150 mg/L dan 0,3 mg/L. Tingginya kadar COD dan sulfat pada MB dan MO menunjukkan bahwa proses fotokatalisis saja belum cukup digunakan pada pengolahan limbah cair.



BAB VI

PENUTUP

6.1 Kesimpulan

1) Pembuatan bak lapis semen/TiO₂ pada penelitian ini menggunakan metode *smear*, yaitu metode sistem oles campuran semen/TiO₂.

2) Hasil karakterisasi material semen, TiO₂ dan semen/TiO₂ sebagai berikut:

a. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan puncak-puncak yang utama dari semen yaitu 29,75°, 32,53°, 34,68°, 41,61°, 51,13°, 51,42° dan 51,60°, puncak-puncak TiO₂ yaitu 27,91°, 54,77°, 36,56°, 41,71° dan 63,20°, dan puncak-puncak semen/TiO₂ yaitu 29,97°, 41,79°, 51,47°, 51,80°, 27,16°, 54,83° dan 36,65°.

b. Hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa senyawa dengan konsentrasi tertinggi yang terkandung di dalam semen yaitu CaO (47,8%); senyawa dengan konsentrasi tertinggi yang terkandung di dalam material TiO₂ yaitu TiO₂ (94,28%) dan senyawa dengan konsentrasi tertinggi yang terkandung di dalam material semen/TiO₂ yaitu TiO₂ (33,27%) dan CaO (13,46%).

c) Hasil SEM menunjukkan bahwa TiO₂ yang berbentuk bulat kecil dan beraglomerasi (menggumpal) telah berhasil menempel secara merata pada permukaan semen yang berbentuk bongkahan-bongkahan besar. Sedangkan hasil EDX menunjukkan bahwa pada material semen/TiO₂ mengandung unsur Ti, Ca dan CO. Unsur Ti berasal dari senyawa TiO₂ yang terdapat dalam material TiO₂, unsur Ca dan CO berasal dari senyawa CaCO₃.

d) Hasil karakterisasi FTIR pada material semen menunjukkan adanya ikatan C-O. Pada TiO₂ menunjukkan adanya ikatan Ti-O, dan pada material semen/TiO₂ mengandung ikatan C-O dan Ti-O.

3) Pada degradasi MB dan MO diketahui % degradasi tertinggi sama-sama berada pada konsentrasi 50 ppm dengan % degradasi berturut-turut sebesar 100% dan 98,12 % pada menit ke-90. Secara umum, MB lebih mudah didegradasi daripada MO. Seiring dengan meningkatnya konsentrasi, % degradasi semakin menurun. Penurunan yang drastis ditunjukkan oleh larutan MO 150 ppm yang pada menit ke-

120 mencapai 63,10% sedangkan MB 250 ppm pada menit yang sama mencapai 96,97%.

4) Pada larutan MB diperoleh hasil pada uji COD, sulfat dan nitrat sebelum terdegradasi berturut-turut sebesar 150,1 mg/L, $18,82 \pm 3,53$ mg/L, $0,084 \pm 0,017$ mg/L, setelah terdegradasi hasilnya berturut-turut sebesar 108,5 mg/L, $23,13 \pm 3,45$ mg/L, $0,038 \pm 0,013$ mg/L. Sedangkan pada larutan MO diperoleh hasil pada uji COD, sulfat dan nitrat sebelum terdegradasi berturut-turut sebesar $267,0 \pm 23,8$ mg/L, $11,15 \pm 2,17$ mg/L, $0,111 \pm 0,023$ mg/L, setelah terdegradasi hasilnya berturut-turut sebesar $157,8 \pm 24,5$ mg/L, $53,49 \pm 3,25$ mg/L, dan $0,051 \pm 0,013$ mg/L.

6.2 Saran

Pembuatan bak lapis semen/TiO₂ masih memerlukan penelitian lebih lanjut. Hal ini dikarenakan masih sangat jarang peneliti yang menggunakan bak lapis semen/TiO₂ pada proses fotodegradasi zat warna, padahal bak lapis semen/TiO₂ memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan TiO₂ itu sendiri. Selain itu alangkah lebih baiknya gunakan bak semen/TiO₂ yang baru untuk setiap limbah yang akan dilakukan proses degradasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin dan Khairurrijal, 2008, Karakterisasi Nanomaterial, *Jurnal Nanoscience dan Teknologi*, 2(1), 1–7.
- Andari, N. D. dan Wardhani, S., 2014, Fotokatalis TiO₂-Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru, *Chemistry Progress*, 7(1), 9–14.
- Baunsele, A. B. dan Missa, H., 2020, Kajian Kinetika Adsorpsi Metilen Biru Menggunakan Adsorben Sabut Kelapa, *Akta Kimia Indonesia*, 5(2), 76–85.
- Bunroek dan Sooksaeen, 2019, Development of Nano TiO₂ Coated Cement Surface Degradation Properties by the Photocatalytic, *ICMENS*, 1(1), 1-6
- Cárdenas, C., Tobon, J., Garcia, C., dan Vila, J., 2012, Functionalized Building Materials: Photocatalytic Abatement Of No_x By Cement Pastes Blended With TiO₂ Nanoparticles, *Construction, and Building Materials*, 36, 820–825.
- Darsono, N., Agustina, T.E., Aristian, N.E., dan Pratama, Y., 2017, Pengaruh Jumlah Triton X-100, Suhu Dan Waktu Tahan Kalsinasi Terhadap Sintesis Powder Zirkonia Dan Aplikasinya Dalam Mendegradasi, *Jurnal Teknik Kimia*, 23(2), 87–94.
- Dwijayanti, U., Gunawan, Widodo, D.S., Haris, A., Suyati, A., dan Lusiana, R.A., 2020, Adsorpsi *Methylene Blue* (Mb) Menggunakan Abu Layang Batubara Teraktivasi Larutan NaOH, *Analytical and Environmental Chemistry*, 5(1), 1-14.
- Feng, S., Liu, F., Fu, X., Zhu, Q., dan Zeng, Q., 2019, Photocatalytic Performances And Durability Of TiO₂/Cement Composites Prepared By A Smear Method For Organic Wastewater Degradation, *Ceramics International*, 45(17), 23061–23069.
- Handayani, L.W., Riwayati, I., dan Ratnani, R.D., 2015, Adsorpsi Pewarna Biru Metilena Menggunakan Senyawa Xanthat Pulpa Kopi, *Momentum*, 11, 19–23.
- Hikmawati, D. I., 2018, Studi Perbandingan Kinerja Serbuk dan Arang Biji Salak Pondoh (*Salacca zalacca*) pada Adsorpsi Metilen Biru', *Chimica et Natura Acta*, 6(2), 85–92.
- Houas, A., Lachheb, H., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C., dan Herrmann, J.M.,

- 2001, Photocatalytic Degradation Pathway Of Methylene Blue In Water, *Environmental*, 145-157.
- Jafari, H. dan Afshar, S., 2016, Improved Photodegradation of Organic Contaminants Using Nano-TiO₂ and TiO₂-SiO₂ Deposited on Portland Cement Concrete Blocks, *Photochemistry, and Photobiology*, 92(1), 87–101.
- Janus, M., Zajac, K., dan Stephan, D., 2019, Photocatalytic Activity And Mechanical Properties Of Cements Modified With TiO₂/N, *Materials*, 12(22), 1–12.
- Jadhav dan Debnath, 2011, Computation Of X-Ray Powder Diffractograms Of Cement Components And Its Application To Phase Analysis And Hydration Performance Of OPC Cement, *Indian Academy of Sciences*, 34(5), 1137-1150.
- Khopkar, S., 1984, *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI- Press.
- Kroschwitz, J., 1990, *Polymer Characterization, and Analysis*. Canada: John Wiley and Sons.
- Luan dan Hu, 2012, Synthesis, Property Characterization, and Photocatalytic Activity of Novel Visible Light-Responsive Photocatalyst Fe₂BiSbO₇, *International Journal of Photoenergy*, 1-11.
- Maddu, A., Palupi, E., dan Indro, M.N., 2009, Pengaruh Konsentrasi Awal Dan Penambahan H₂O₂ Terhadap Efektivitas Degradasi Fotokatalisis *Methylene Blue* Pada Film TiO₂, *Jurnal Purifikasi*, 10(01), 71–78.
- Mulja, M. dan Suharman, 1995, *Analisis Instrumental*. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Ngapa, Y. dan Ika, Y., 2020, Adsorpsi Pewarna Biru Metilena dan Jingga Metil Menggunakan Adsorben Zeolit Alam Ende – Nusa Tenggara Timur (NTT), *Indonesian Journal of Chemical Science*, 8, 6–14.
- Novianti, N. F., 2021, Isolasi Lignin Dari Ampas Tebu Dan Sintesis Lignin Aminasi Sebagai Adsorben Ion Logam Kromium (Cr), *Jurnal Akademika Kimia*, 1(2), 1-11.
- Nurillahi, R., Halimah, D.N., Apriliani, D.G., dan Fatimah, I., 2020, Pengolahan Limbah Batik Cair Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Abu Vulkanik Desa

- Wukirsari Yogyakarta, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 1–8.
- Palebangan, G. M., 2020, Perbandingan Profil Fukoidan Dalam Ekstrak Air Panas Dan Air Dingin Alga Coklat (*Sargassum Sp.*) Dengan Metode Ftir Dan Spektrofotometri UV-Vis, *Jurnal Akademika Kimia*, 1(1), 1-10.
- Pérez-Nicolás, M., Balbuena, J., Yusta, M.C., dan Sanchez, L., 2015, Photocatalytic NO_x Abatement By Calcium Aluminate Cements Modified With TiO₂: Improved NO₂ Conversion, *Cement and Concrete Research*, 70(2), 67–76.
- Pratiwi, S. W., Sari, S.N., Nurmalasari, R., dan Indriani, M., 2020, Utilization of Nata De Coco as Adsorben in Methyl Orange Adsorption, *EduChemia (Jurnal Kimia dan Pendidikan)*, 5(2), 197–209.
- Ramadhani, S. U., Destiarti, L. dan Syahbanu, I., 2017, Degradasi Bahan Organik Pada Air Gambut Dengan Fotokatalis TiO₂ Lapis Tipis, *Jkk*, 6(1), 50–56.
- Rizki, A., Syahputra, E., Pandia, S., dan Halimatuddahila, 2019, Pengaruh Waktu Kontak dan Massa Adsorben Biji Asam Jawa (*Tamarindus indica*) dengan Aktivator H₃PO₄ terhadap Kapasitas Adsorpsi Zat Warna *Methylene Blue*, *Jurnal Teknik Kimia USU*, 08(2), 54–60.
- Rokayah, Asri, A., Malino, M.B., dan Lapanporo, P., 2019, Fotodegradasi Air Sungai Landak dengan Polimer Polipropilena Berfotokatalis Semikonduktor TiO₂, *Positron*, 9(1), 13–20.
- Ruot, B., Plassais, A., Olive, F., Guillot, L., dan Bonafous, L., 2009, TiO₂-Containing Cement Pastes And Mortars: Measurements Of The Photocatalytic Efficiency Using A Rhodamine B-Based Colourimetric Test, *Solar Energy*, 83(10), 1794–1801.
- Saraswati, I.G.A.A., Diantariani, N.P. dan Suarya, P., 2015, Fotodegradasi Metilen Biru Dengan Sinar Ultraviolet Dan Katalis ZNO, *Jurnal Kimia*, 9(2), 175–182.
- Sari, R.K., 2016, Potensi Mineral Batuan Tambang Bukit 12 Dengan Metode Xrd, Xrf Dan Aas, *EKSAKTA*, 2, 13–23.
- Shaban, S., 2020, Developing a New Model for Description of Micro Size Particles in SEM Images for Safeguards Purposes, *Arab Journal of Nuclear Sciences and Applications*, 53(4), 64–71.

- Sugrañez, R., Akvarez, J., Yusta, M.C., dan Vila, J., 2013, Enhanced photocatalytic degradation of NO_x gases by regulating the microstructure of mortar cement modified with titanium dioxide, *Building, and Environment*, 69, 55–63.
- Sumari, Prakasa, Y.F., Asrori, M.R., dan Baharintasari, D.R., 2020, Analisis Kandungan Mineral Pasir Pantai Bajul Mati Kabupaten Malang Menggunakan XRF dan XRD, *Fullerene Journal of Chemistry*, 5(2), 58–62.
- Suryanarayana, C. dan Norton, M., 1998, *X-Ray Diffraction*. New York: Plenum Press.
- Suseno dan Firdausi, 2008, Rancang Bangun Spektroskopi FTIR untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi', *Berkala Fisika*, 11(1), 23–28.
- Sutisna, Rokhmat, M., Wibowo, E., dan Abdullah, M., 2017, Aktivitas Fotokatalitik TiO₂ yang Dilapiskan pada Polipropilena Berbentuk Lembaran dan Butiran', *Jurnal Matematika dan Sains*, 22(1), 42–45.
- Vulic, T., Rudic, O., Radeka, M., dan Ranogajec, J., 2013, Improvement Of Cement-Based Mortars By Application Of Photocatalytic Active Ti-Zn-Al Nanocomposites, *Cement and Concrete Composites*, 36(1), 121–127.
- Wardhani, S., Bahari, A. dan Misbah Khunur, M., 2016, Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO₂-N/Zeolit-Kitosan Pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembangan, Sumber Sinar Dan Lama Penyinaran), *Journal of Enviromental Engineering and Sustainable Technology*, 3(2), 78–84.
- Yang, J., Wang, G., Wang, D., Dan Liu, C., 2017, A self-cleaning coating material of TiO₂ porous microspheres/cement composite with high-efficient photocatalytic depollution performance, *Materials Letters*, 200, 1–11.
- Yuningrat, Y., Elystia, S. dan Andesgur, I., 2016, Fotodegradasi *Methyl Orange* Dalam Reaktor Fixed Bed Batu Apung-Semen, *Jurnal Sains dan Teknologi*, 5, 692–701.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan Induk *Methylene Blue* (MB) dan *Methyl Orange* (MO) 1000 ppm dalam 1 liter

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{x}{1 \text{ L}}$$

$$= 1000 \text{ mg}$$

$$x = 1 \text{ gram}$$

2. Pengenceran Larutan Induk MB dan MO 1000 ppm Menjadi 100 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \times V_1 = 100 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

3. Pengenceran Larutan Induk MB dan MO 100 ppm Menjadi 10 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

4. Pembuatan Larutan Standar MB dan MO

a. 2 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

c. 6 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

b. 4 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

d. 8 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

Lampiran 2. Perhitungan % Degradasi Larutan MB dan MO

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_e}{C_e} \times 100 \%$$

A. Larutan MB

1. 50 ppm

1 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 25,48}{50} \times 100 \% \\ &= 46,63 \% \end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 20,70}{50} \times 100 \% \\ &= 56,65 \% \end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 12,37}{50} \times 100 \% \\ &= 74,09 \% \end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 6,98}{50} \times 100 \% \\ &= 85,37 \% \end{aligned}$$

30 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 3,92}{50} \times 100 \% \\ &= 91,78 \% \end{aligned}$$

45 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 0,77}{50} \times 100 \% \\ &= 98,39 \% \end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 0,70}{50} \times 100 \% \\ &= 98,54 \% \end{aligned}$$

75 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{50 - 0,58}{50} \times 100 \% \\ &= 98,80 \% \end{aligned}$$

90 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-0,44}{50} \times 100 \% \\ &= 99,12 \%\end{aligned}$$

120 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-0}{50} \times 100 \% \\ &= 100 \%\end{aligned}$$

2. 75 ppm

1 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-73,88}{75} \times 100 \% \\ &= 1,37 \%\end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-73,88}{75} \times 100 \% \\ &= 11,41 \%\end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-66,35}{75} \times 100 \% \\ &= 28,46 \%\end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-11,74}{75} \times 100 \% \\ &= 84,33 \%\end{aligned}$$

30 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-4,09}{75} \times 100 \% \\ &= 94,53 \%\end{aligned}$$

45 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-3,25}{75} \times 100 \% \\ &= 95,67 \%\end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-1,86}{75} \times 100 \% \\ &= 97,51 \%\end{aligned}$$

75 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-1,18}{75} \times 100 \% \\ &= 98,42 \%\end{aligned}$$

90 menit

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{75-0,48}{75} \times 100 \%$$

$$= 99,36 \%$$

120 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{75-0,07}{75} \times 100 \% \\ &= 99,91 \% \end{aligned}$$

3. 150 ppm

1 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-132,72}{150} \times 100 \% \\ &= 11,25 \% \end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-107,02}{150} \times 100 \% \\ &= 28,44 \% \end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-78,18}{150} \times 100 \% \\ &= 47,72 \% \end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-27,72}{150} \times 100 \% \\ &= 81,46 \% \end{aligned}$$

30 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-10,03}{150} \times 100 \% \\ &= 93,29 \% \end{aligned}$$

45 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-7,48}{150} \times 100 \% \\ &= 95 \% \end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-5,88}{150} \times 100 \% \\ &= 96,07 \% \end{aligned}$$

75 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-4,49}{150} \times 100 \% \\ &= 97 \% \end{aligned}$$

90 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-3,04}{150} \times 100 \% \\ &= 97,97 \% \end{aligned}$$

120 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{150-1,65}{150} \times 100 \% \\ &= 98,89 \% \end{aligned}$$

4. 200 ppm

1 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-182,50}{200} \times 100 \% \\ &= 10,86 \%\end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-157,83}{200} \times 100 \% \\ &= 22,91 \%\end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-125,80}{200} \times 100 \% \\ &= 38,56 \%\end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-65,21}{200} \times 100 \% \\ &= 68,15 \%\end{aligned}$$

30 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-22,30}{200} \times 100 \% \\ &= 89,11 \%\end{aligned}$$

45 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-14,15}{200} \times 100 \% \\ &= 93,09 \%\end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-10,65}{200} \times 100 \% \\ &= 94,80 \%\end{aligned}$$

75 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-7,93}{200} \times 100 \% \\ &= 96,13 \%\end{aligned}$$

90 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-7,83}{200} \times 100 \% \\ &= 96,17 \%\end{aligned}$$

120 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{200-5,50}{200} \times 100 \% \\ &= 97,31 \%\end{aligned}$$

5. 250 ppm

1 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-242,44}{250} \times 100 \% \\ &= 9,35 \%\end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-241,47}{250} \times 100 \% \\ &= 241,47 \%\end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-194,62}{250} \times 100 \% \\ &= 27,23 \%\end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-131,15}{250} \times 100 \% \\ &= 50,96 \%\end{aligned}$$

30 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-48,02}{250} \times 100 \% \\ &= 82,04 \%\end{aligned}$$

45 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-20,35}{250} \times 100 \% \\ &= 92,39 \%\end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-16,47}{250} \times 100 \% \\ &= 93,84 \%\end{aligned}$$

75 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-15,13}{250} \times 100 \% \\ &= 94,34 \%\end{aligned}$$

90 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-11,13}{250} \times 100 \% \\ &= 95,84 \%\end{aligned}$$

120 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{250-8,09}{250} \times 100 \% \\ &= 96,97 \%\end{aligned}$$

B. Larutan MO**1. 50 ppm****1 menit**

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-40,13}{50} \times 100 \% \\ &= 0,39 \%\end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-39,13}{50} \times 100 \% \\ &= 2,87 \%\end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-37,99}{50} \times 100 \% \\ &= 5,71 \%\end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-29,58}{50} \times 100 \% \\ &= 26,58 \%\end{aligned}$$

30 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-21,69}{50} \times 100 \% \\ &= 46,16 \%\end{aligned}$$

45 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-12,63}{50} \times 100 \% \\ &= 68,64 \%\end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-5,83}{50} \times 100 \% \\ &= 85,53 \%\end{aligned}$$

75 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-2,28}{50} \times 100 \% \\ &= 94,34 \%\end{aligned}$$

90 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-0,76}{50} \times 100 \% \\ &= 98,12 \%\end{aligned}$$

120 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{50-0,29}{50} \times 100 \% \\ &= 99,29 \%\end{aligned}$$

2. 75 ppm

1 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-44,71}{75} \times 100 \% \\ &= 1,78 \%\end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-45,50}{75} \times 100 \% \\ &= 0,04 \%\end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-45,12}{75} \times 100 \% \\ &= 0,87 \%\end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-45,18}{75} \times 100 \% \\ &= 0,74 \%\end{aligned}$$

30 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-44,07}{75} \times 100 \% \\ &= 3,18 \%\end{aligned}$$

45 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-44,14}{75} \times 100 \% \\ &= 3,02 \%\end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-41,16}{75} \times 100 \% \\ &= 9,58 \%\end{aligned}$$

75 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-33,61}{75} \times 100 \% \\ &= 26,16 \%\end{aligned}$$

90 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-26,58}{75} \times 100 \% \\ &= 41,60 \%\end{aligned}$$

120 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{75-12,25}{75} \times 100 \% \\ &= 73,10 \%\end{aligned}$$

3. 150 ppm

1 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-134,80}{150} \times 100 \% \\ &= 1,98 \%\end{aligned}$$

3 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-131,69}{150} \times 100 \% \\ &= 4,25 \%\end{aligned}$$

5 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-126,63}{150} \times 100 \% \\ &= 7,93 \%\end{aligned}$$

15 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-125,85}{150} \times 100 \% \\ &= 8,49 \%\end{aligned}$$

30 menit

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{150-113,01}{150} \times 100 \%$$

$$= 17,83\%$$

45 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-108,73}{150} \times 100 \% \\ &= 20,94 \%\end{aligned}$$

60 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-97,05}{150} \times 100 \% \\ &= 29,43 \%\end{aligned}$$

75 menit

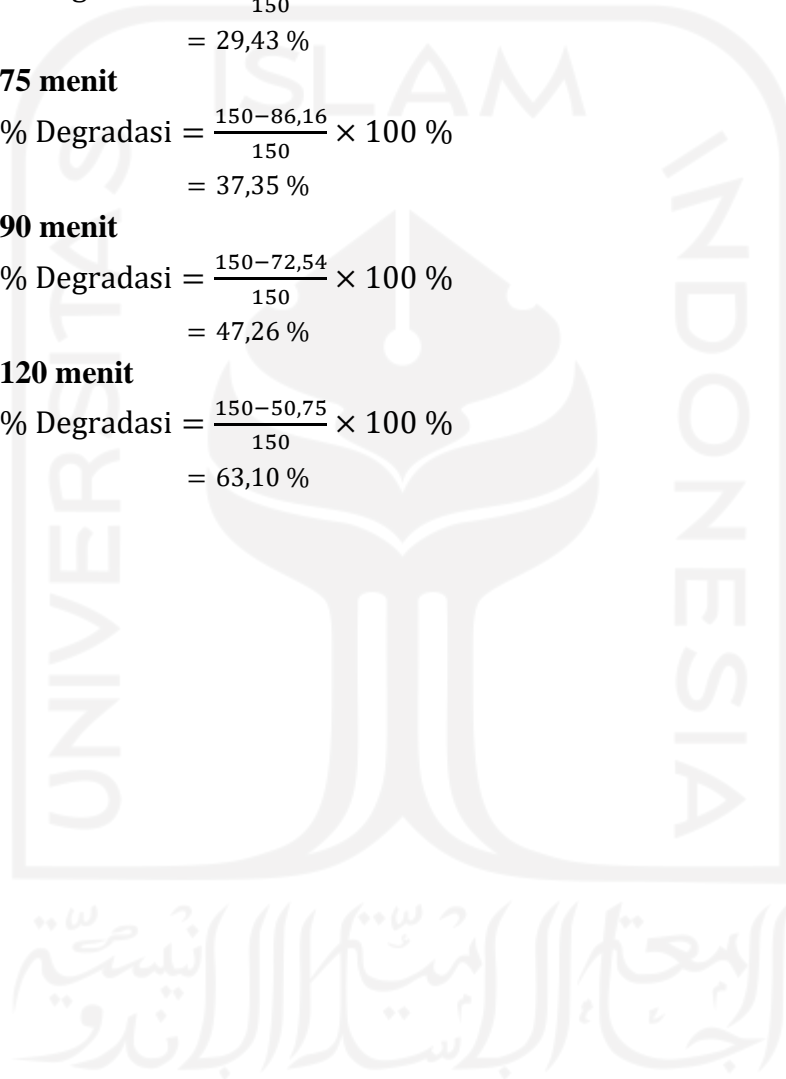
$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-86,16}{150} \times 100 \% \\ &= 37,35 \%\end{aligned}$$

90 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-72,54}{150} \times 100 \% \\ &= 47,26 \%\end{aligned}$$

120 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ Degradasi} &= \frac{150-50,75}{150} \times 100 \% \\ &= 63,10 \%\end{aligned}$$



Lampiran 4. Perhitungan Ukuran Kristal

TiO₂

| 2θ | θ (rad) | $\text{Cos } \theta$ | FWHM (deg) | β (rad) | K | λ (nm) | D (nm) |
|-----------|----------------|----------------------|------------|---------------|------|----------------|--------|
| 27,91 | 0,2436 | 0,9705 | 0,3269 | 0,0057 | | | 26,15 |
| 36,56 | 0,3190 | 0,9495 | 0,2842 | 0,0050 | 0,94 | 0,15406 | 30,77 |
| 41,71 | 0,3190 | 0,9495 | 0,2734 | 0,0048 | | | 31,96 |
| 54,77 | 0,4780 | 0,8880 | 0,25 | 0,0044 | | | 37,38 |
| 60,05 | 0,5240 | 0,8658 | 0,1467 | 0,0026 | | | 65,33 |

Semen

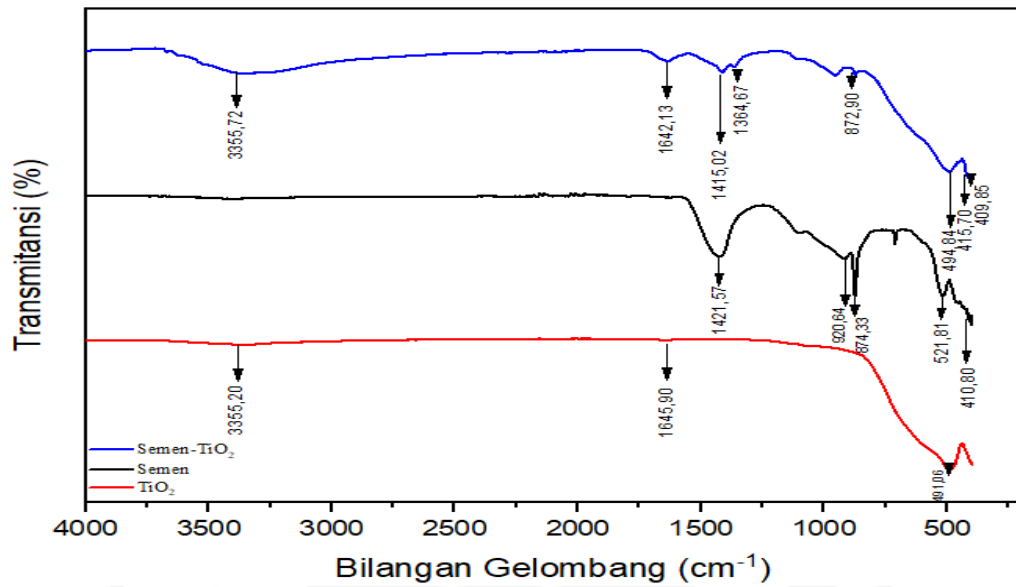
| 2θ | θ (rad) | $\text{Cos } \theta$ | FWHM (deg) | β (rad) | K | λ (nm) | D (nm) |
|-----------|----------------|----------------------|------------|---------------|------|----------------|--------|
| 29,75 | 0,2596 | 0,9665 | 0,1687 | 0,0029 | | | 50,89 |
| 32,53 | 0,2839 | 0,9600 | 0,1523 | 0,0026 | | | 56,75 |
| 34,68 | 0,3026 | 0,9546 | 0,1438 | 0,0025 | | | 60,45 |
| 41,61 | 0,3631 | 0,9348 | 0,1914 | 0,0023 | 0,94 | 0,15406 | 46,37 |
| 51,13 | 0,4462 | 0,9021 | 0,1027 | 0,0018 | | | 89,56 |
| 51,42 | 0,4487 | 0,9010 | 0,0533 | 0,0009 | | | 172,78 |
| 51,60 | 0,4503 | 0,9003 | 0,13 | 0,0023 | | | 70,89 |

Semen/TiO₂

| 2θ | θ (rad) | $\text{Cos } \theta$ | FWHM (deg) | β (rad) | K | λ (nm) | D (nm) |
|-----------|----------------|----------------------|------------|---------------|------|----------------|--------|
| 29,97 | 0,2615 | 0,9660 | 0,2526 | 0,0044 | | | 34,00 |
| 41,79 | 0,3647 | 0,9342 | 0,213 | 0,0037 | | | 41,70 |
| 51,47 | 0,4492 | 0,9008 | 0,1 | 0,0017 | 0,94 | 0,15406 | 92,10 |
| 51,80 | 0,4520 | 0,8995 | 0,16 | 0,0028 | | | 57,65 |
| 27,16 | 0,2370 | 0,9720 | 0,09 | 0,0016 | | | 94,84 |
| 54,83 | 0,4785 | 0,8877 | 0,2065 | 0,0036 | | | 45,26 |

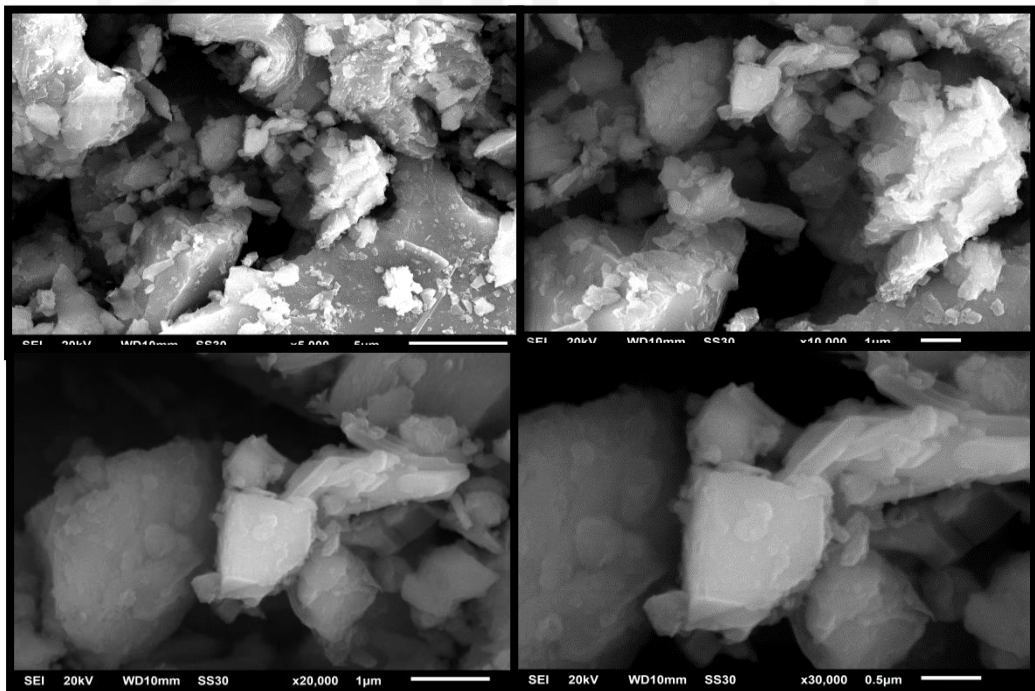
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi

a. Data Hasil Karakterisasi FTIR

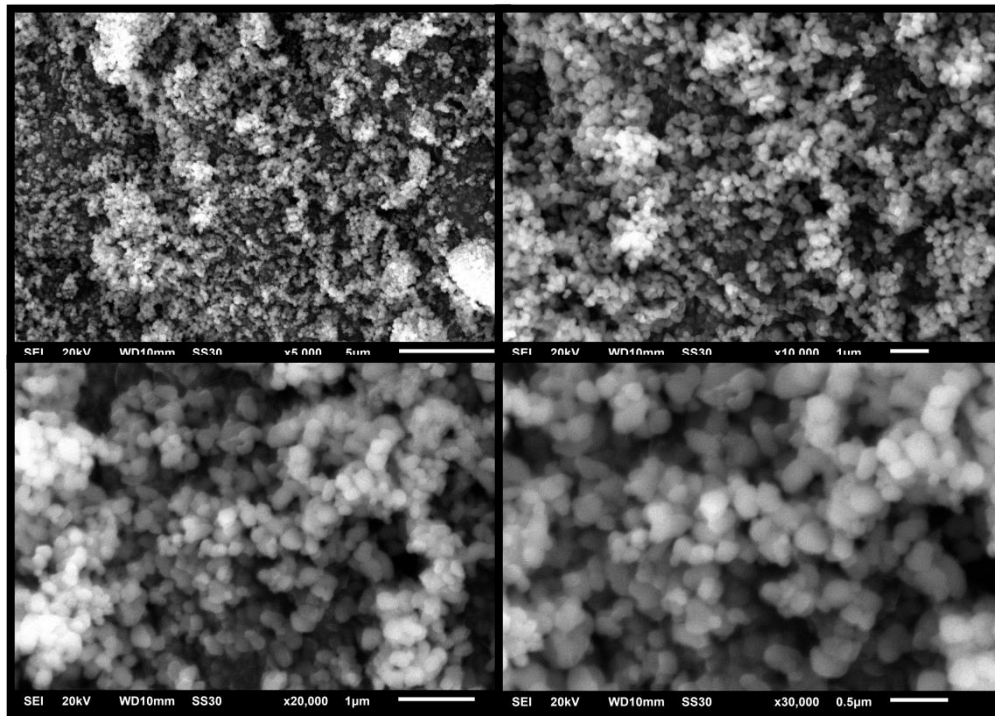


Hasil FTIR semen, TiO₂ dan semen/TiO₂

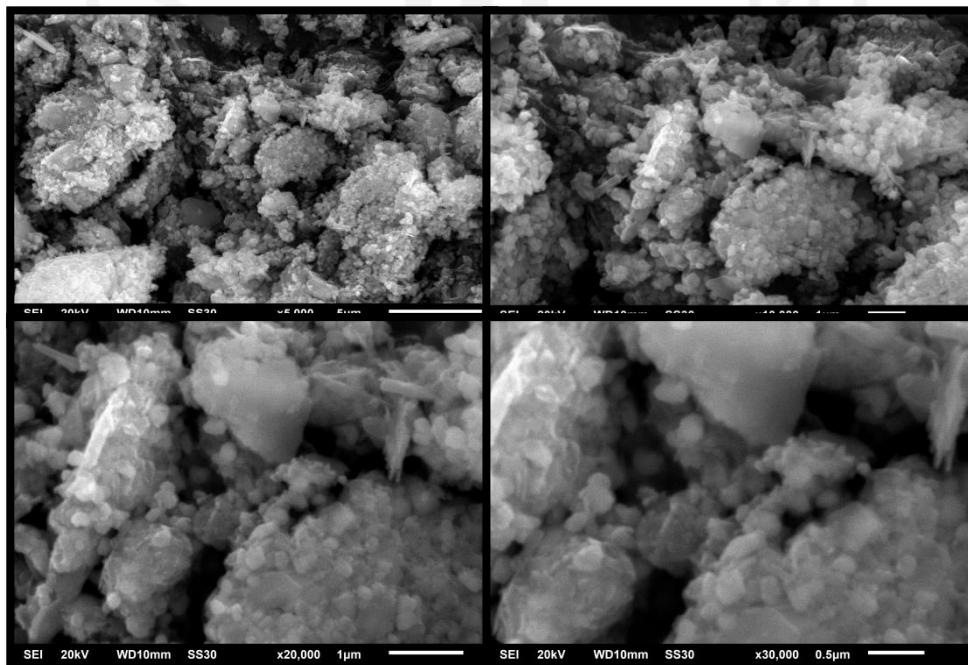
b. Data Hasil Karakterisasi SEM



Hasil SEM semen dengan perbesaran 5000x; 10.000x; 20.000x dan 30.000x



Hasil SEM TiO₂ dengan perbesaran 5000x; 10.000x; 20.000x dan 30.000x

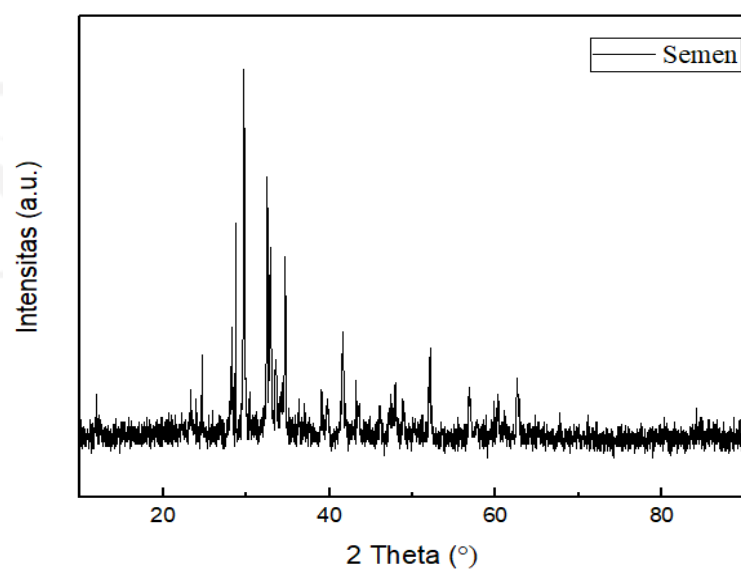


Hasil SEM semen/TiO₂ dengan perbesaran 5000x; 10.000x; 20.000x dan 30.000x

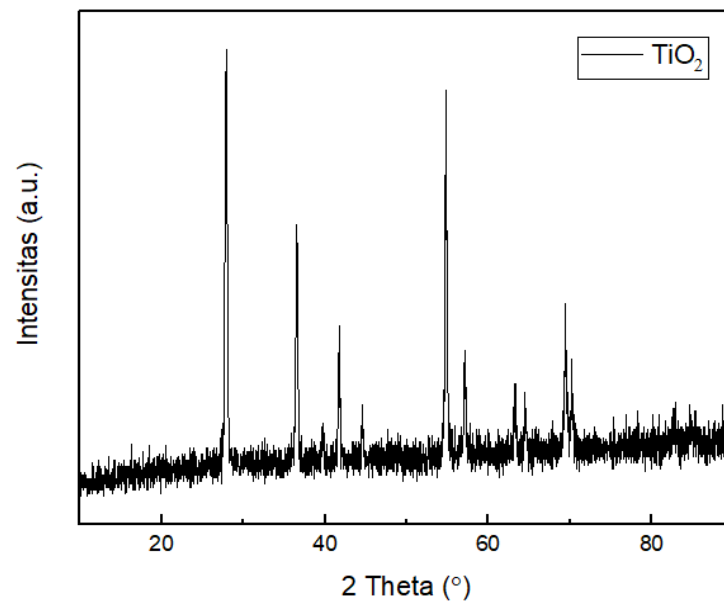
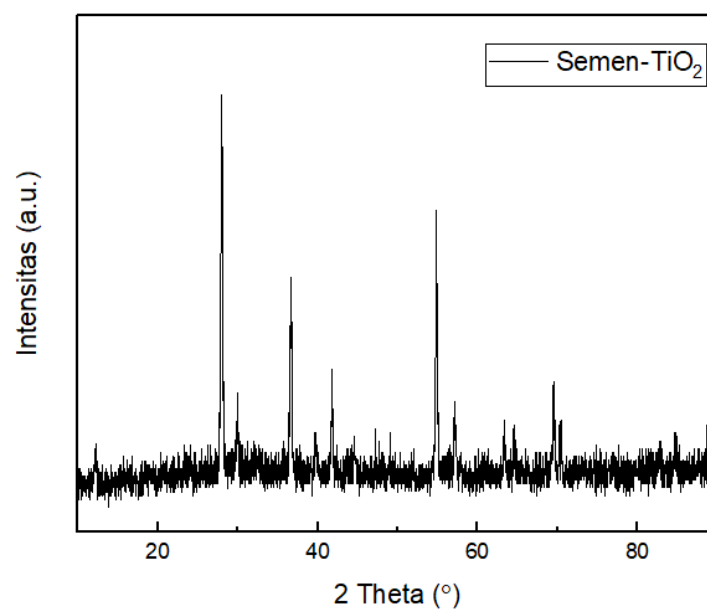
C. Data Hasil Karakterisasi XRF

| Komposisi kimia (% b) | Semen | TiO ₂ | Semen/TiO ₂ |
|--------------------------------|--------|------------------|------------------------|
| Al ₂ O ₃ | 3,78 | 1,27 | 1,24 |
| SiO ₂ | 16,12 | 0,77 | 3,46 |
| P ₂ O ₅ | 0,0942 | 0,0875 | 0,0806 |
| SO ₃ | 1,90 | - | 0,420 |
| K ₂ O | 1,08 | 0,05 | 0,29 |
| CaO | 47,8 | - | 13,46 |
| TiO ₂ | 0,27 | 94,28 | 33,27 |
| Fe ₂ O ₃ | 2,86 | - | 0,774 |
| ZnO | 0,0272 | 0,0649 | 0,0280 |
| SrO | 0,282 | - | 0,00945 |
| Rh ₂ O ₃ | 0,1788 | - | - |
| ZrO ₂ | - | 0,450 | 0,153 |
| Nb ₂ O ₅ | - | 0,0463 | 0,0147 |
| <i>Balance</i> | 25,87 | 2,98 | 46,80 |

D. Data Hasil Karakterisasi XRD



Difraktogram semen

Difraktogram TiO_2 Difraktogram Semen/ TiO_2

Lampiran 6. Hasil Uji COD, Sulfat dan Nitrat MO

| No | Nama Sampel | Parameter | Hasil Uji | Satuan | Metode |
|----|----------------|-----------------|---------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 1 | COD sebelum | COD | 267,0 ± 23,8 | mg O ₂ /L | SNI 6989.2:2019 |
| 2 | COD sesudah | COD | 157,8 ± 24,5 | mg O ₂ /L | SNI 6989.2:2019 |
| 3 | Sulfat sebelum | SO ₄ | 11,15 ± 2,17 | mg/L | SNI 6989.20:2019 |
| 4 | Sulfat sesudah | SO ₄ | 53,49 ± 3,25 | mg/L | SNI 6989.20:2019 |
| 5 | Nitrat sebelum | NO ₃ | 0,111 ± 0,023 | mg N-NO ₃ /L | APHA 4500-NO ₃ -E 2017 |
| 6 | Nitrat sesudah | NO ₃ | 0,051 ± 0,013 | mg N-NO ₃ /L | APHA 4500-NO ₃ -E 2017 |

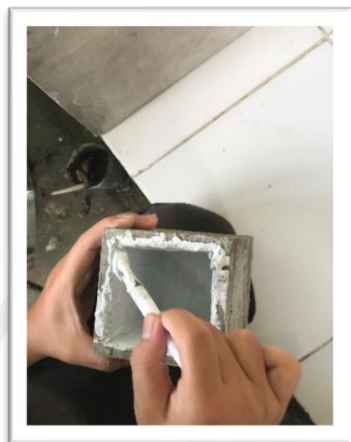
Lampiran 7. Hasil Uji COD, Sulfat dan Nitrat MB

| No | Nama Sampel | Parameter | Hasil Uji | Satuan | Metode |
|----|----------------|-----------------|---------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 1 | COD sebelum | COD | 150,1 | mg O ₂ /L | SNI 6989.2:2019 |
| 2 | COD sesudah | COD | 108,5 | mg O ₂ /L | SNI 6989.2:2019 |
| 3 | Sulfat sebelum | SO ₄ | 18,82 ± 3,53 | mg/L | SNI 6989.20:2019 |
| 4 | Sulfat sesudah | SO ₄ | 23,13 ± 3,45 | mg/L | SNI 6989.20:2019 |
| 5 | Nitrat sebelum | NO ₃ | 0,084 ± 0,017 | mg N-NO ₃ /L | APHA 4500-NO ₃ -E 2017 |
| 6 | Nitrat sesudah | NO ₃ | 0,038 ± 0,013 | mg N-NO ₃ /L | APHA 4500-NO ₃ -E 2017 |

Lampiran 8. Foto Pelaksanaan

1. Pembuatan bak semen/TiO₂





الجمهورية اللبنانية
الجامعة اللبنانية
الكلية الهندسية