

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$
SEBAGAI FOTOKATALIS PADA FOTODEGRADASI
ZAT WARNA REMAZOL GOLDEN YELLOW**

(Tesis)

Oleh

ROMIYATI



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2016**

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ SEBAGAI FOTOKATALIS PADA FOTODEGRADASI ZAT WARNA REMAZOL GOLDEN YELLOW

Oleh

ROMIYATI

Pada penelitian ini, nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dibuat dengan menggunakan metode sol - gel. Persiapan katalis dilakukan dengan melarutkan garam nitrat dari besi dan nikel, dan amonium vanadat dalam larutan pektin dan kemudian campuran diaduk secara menyeluruh dengan menggunakan pengaduk magnetik sampai pH 11 dan kemudian diproses beku keringkan. Sampel kering dikalsinasi pada suhu 600 dan 800°C, kemudian diuji dan karakterisasi dengan menggunakan teknik beberapa tehnik. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa bahan terdiri dari fasa kristal mayoritas spinel $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$. Perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer, membuktikan bahwa ukurannya adalah 34,61 nm untuk katalis dikalsinasi pada 600°C dan 47,84 nm untuk katalis dikalsinasi pada 800°C, analisis TEM membuktikan bahwa ukuran butir spinel ini berada di kisaran 27,02 nm untuk katalis dikalsinasi pada 600°C dan 55,37 nm untuk katalis dikalsinasi pada 800°C. Analisis FTIR menunjukkan bahwa situs asam yang dominan adalah asam Lewis, dan analisis PSA menunjukkan distribusi ukuran partikel katalis kurang dari 20%. Percobaan fotodegradasi dilakukan dengan menggunakan lampu UV dan radiasi sinar matahari, dan kinerjanya dievaluasi dengan mengukur absorbansi pada 407 nm menggunakan spektrometer UV-Vis. Hasil eksperimen menunjukkan bahwa katalis $\text{Ni}_{0,5}\text{V}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang dikalsinasi pada 600°C dan katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{V}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang dikalsinasi pada 800°C masing-masing menunjukkan bahwa konsentrasi *remazol golden yellow* berkurang menjadi 14 dan 20% menggunakan radiasi sinar matahari, 36 dan 43% menggunakan radiasi UV.

Keyword: Nanokatalis, pektin, fotodegradasi, *remazol golden yellow*

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ NANOCATALYSTS FOR PHOTODEGRADATION OF REMAZOL GOLDEN YELLOW DYE

By

ROMIYATI

In this study, $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanocatalyst has been prepared using a sol – gel method. The catalyst was prepared by dissolving nitrate salts of iron and nickel, and ammonium vanadate in pectin solution and then the mixture was stirred thoroughly using magnetic stirrer while adjusting pH to 11, and finally subjected to freeze – drying process. Dried sample was calcined at 600 and 800°C, and then tested and characterized using several techniques. The results of XRD characterization indicated that material consists of a majority crystalline phase of spinel $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$. Crystalite size calculation using Scherrer equation, proved that the size is 34.61 nm for the catalyst calcined at 600°C and 47.84 nm for the catalyst calcined at 800°C, TEM analysis revealed that the grain size of this spinel is approximately 27.02 nm for the catalyst calcined at 600°C and 55.37 nm for the catalyst calcined at 800°C. FTIR analysis implied that the prominent acid sites is Lewis acid, and PSA analysis showed that the particle with nano-size is less than 20%. Photodegradation experiments were conducted using UV lamp and sunlight irradiation, and its performance was evaluated by measuring the absorbance at 407 nm using UV-Vis spectrometer. The experimental results using catalyst $\text{Ni}_{0.5}\text{V}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ calcined at 600°C and catalyst $\text{Ni}_{0.9}\text{V}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ calcined at 800°C, respectively, demonstrated that the concentration of the remazol golden yellow was reduced to 14 and 20% using sunlight irradiation and into 36 and 43% using UV irradiation.

Keyword: *Nanocatalyst, pectin, photodegradation, remazol golden yellow*

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$
SEBAGAI FOTOKATALIS PADA FOTODEGRADASI
ZAT WARNA REMAZOL GOLDEN YELLOW**

Oleh

ROMIYATI

Tesis

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
MAGISTER SAINS

Pada

Program Pascasarjana Magister Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2016**

Judul Tesis

: **SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS
Ni<sub>(1-x)V_xFe₂O₄ SEBAGAI FOTOKATALIS PADA
FOTODEGRADASI ZAT WARNA REMAZOL
GOLDEN YELLOW</sub>**

Nama Mahasiswa

: **Romiyati**

No. Pokok Mahasiswa : 1427011010

Program Studi

: **Magister Kimia**

Fakultas

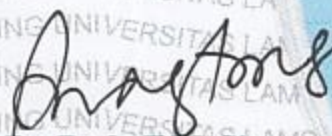
: **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

MENYETUJUI

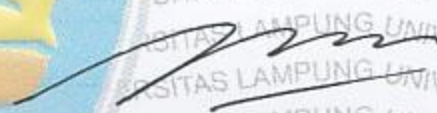
Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Pembimbing II



Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.
NIP 19600616-198811-1 001



Prof. Posman Manurung, Ph.D.
NIP 19590308-199103-1 001

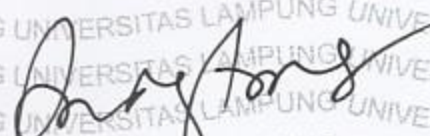
MENGETAHUI

Ketua Jurusan Kimia

Ketua Program Studi



Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705-200003-1 001



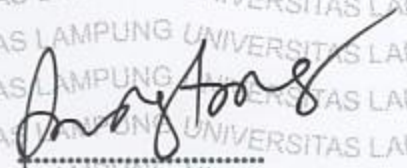
Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.
NIP 19600616-198811-1 001

MENGESAHKAN

1. **Tim Penguji**

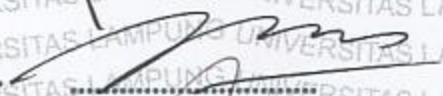
Ketua

: Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.



Sekretaris

: Prof. Posman Manurung, Ph.D.



Penguji

Bukan Pembimbing : Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.

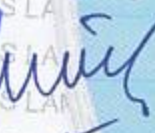


2. **Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.

NIP. 19710212199512 1 001



3. **Direktur Program Pascasarjana**



Prof. Dr. Sudjarwo, M.S.

NIP. 195305281981031 002



Tanggal Lulus Ujian Tesis : 19 Desember 2016

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan dengan sebenarnya bahwa:

1. Tesis dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$ sebagai Fotokatalis pada Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Golden Yellow*” adalah karya saya sendiri dan saya tidak melakukan penjiplakan atas karya penulis lain dengan cara yang tidak sesuai dengan tata etika ilmiah yang berlaku dalam masyarakat akademik atau yang disebut plagiatisme.
2. Hak intelektual atas karya ilmiah ini diserahkan kepada Universitas Lampung.

Atas pernyataan ini, apabila dikemudian hari ternyata ditemukan adanya ketidakbenaran, saya bersedia menanggung akibat dan sanksi yang diberikan kepada saya; saya bersedia dan sanggup dituntut sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Desember 2016
Pembuat Pernyataan



Romiyati
NPM 1427011010

RIWAYAT HIDUP



Penulis lahir bertempat di Tanjung Raya, Muara Dua OKU pada tanggal 09 November 1977 dan diberi nama Romiyati, sebagai anak pertama dari empat bersaudara dari pasangan Dr. Hi. Eddy Sutrisno, M.Sc dan Dra. Hj. Nurpuri S. Pada tahun 2002 penulis menikah dengan Afrizal, S.Kom, M.M dan saat ini telah dikaruniai 3 orang anak yaitu M. Fikri Damar Muchtarom, Faris Irtiza Firjatullah dan Farah Azhara Rizya.

Menyelesaikan pendidikan di SDN 1 Kedaton (1990), SMPN 2 Kedaton (1993), SMAN 5 Tanjungkarang (1996), kemudian penulis melanjutkan pendidikan program Sarjana pada Jurusan Pendidikan MIPA Kimia FKIP Universitas Lampung pada tahun 1996 sampai 2001. Didasari kecintaannya terhadap ilmu kimia dan untuk meningkatkan kompetensi, penulis melanjutkan pendidikan pada Program Studi Magister Kimia Universitas Lampung pada tahun 2014.

Pengalaman mengajar dimulai sebagai Guru Kimia SMA SWADHIPA Natar tahun 1999 – 2013, Guru Biologi di SMP SWADHIPA Natar tahun 2000 - 2007 selanjutnya pada tahun 2003 – 2005 di SMA SWADHIPA Natar dalam program Guru Bantu dan sebagai Guru PNS pada tahun 2005 di SMAN 14 Bandar Lampung hingga sekarang.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dengan menyebut nama Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang segala rasa syukur kepada Allah SWT, aku persembahkan karyaku ini sebagai tanda bakti, cinta, hormat, kasih sayang dan terimakasih ku kepada:

Ayah dan Ibu tercinta, yang senantiasa mendo'akan dengan penuh perjuangan dan pengorbanan untukku sampai bisa seperti ini semoga kasih dan lindungan Allah SWT tak pernah lepas dari setiap langkah kalian.

*Afrizal, S.Kom, M.M pendamping setiaku,
permata hatiku : M. Fikri Damar Muchtarom,
Faris Irtiza Firjatullah, dan Farah Azhara Rizya yang
telah mendoa'kan, mendukung dan memberi semangat penuh penulis dalam
membuat karya ini.*

Almamater tercinta Universitas Lampung

MOTTO

“...Allah akan mengangkat (derajat) orang-orang yang beriman dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat... “
(Al-Mujadila : 11)

“Boleh jadi kamu membenci sesuatu, padahal ia amat baik bagi kamu. Dan boleh jadi kamu mencintai sesuatu, padahal ia amat buruk bagi kamu. Allah Maha mengetahui sedangkan kamu tidak mengetahui.”
(Al-Baqarah : 216)

SANWACANA

Segala Puji bagi Allah, Rabb semesta alam atas nikmat-Nya yang tak terhingga dan kasih sayang-Nya yang tak terbilang, penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul **Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebagai Fotokatalis pada Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Golden Yellow***. Shalawat teriring salam semoga tercurahkan kepada Rasulullah Nabi Muhammad SAW beserta keluarga dan sahabat serta umatnya.

Dengan selesainya tesis ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc. selaku Pembimbing I dan Pembimbing Akademik, atas dedikasinya selama penulis menempuh pendidikan S2, serta untuk semua keikhlasan, bimbingan, dan nasihat yang diberikan hingga penelitian dan tesis ini dapat terselesaikan.
2. Prof. Posman Manurung, Ph.D. selaku Pembimbing II atas bimbingan, saran, nasihat dan motivasinya kepada penulis hingga penelitian dan tesis ini dapat terselesaikan.
3. Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku Pembahas yang telah memberikan banyak ilmu pengetahuan, bimbingan, arahan dan saran beliau sehingga tesis ini dapat terselesaikan.
4. Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

5. Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
6. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh dedikasi dan ilmu yang diberikan selama penulis menempuh perkuliahan.
7. Ibu Tri Winarsih S.Pd, M.Pd selaku Kepala SMAN 14 Bandar Lampung atas pengertian perhatiannya dan dukungannya kepada penulis.
8. Ibu Liza Aprilia, S.Si selaku laboran Kimia anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung, yang telah membantu dan memberi motivasi kepada penulis.
9. Suamiku Afrizal S.Kom, M.M dan anak-anakku tersayang atas bimbingan, motivasi, doa, ketulusan dan keikhlasannya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini.
10. Keluarga tersayang: Ayah Eddy Sutrisno, Ibu Nurpuri S., Emak Rosmiyati, Emak Hasanuri, Adik- adikku Agustina Nursisca, Aprilena Amsari, Glaedy Tri Sulianti, Rodiah Dwi Swartati, Marito Suratman dan Sriatun atas dukungan dan doa-doanya untuk penulis.
11. Teman-teman seperjuangan di Magister Kimia: Iis Holilah, Tini Silvia Sakti, Yuli Anita Dwi Wahyuni, Hapin Afriani, Endah Wahyuningsih, Puteri Amalia, Rahmawati, Hernawan, Hiasinta Rini Utami, Basuki, dan Ratu.
12. Teman-teman Kimia Strata satu FMIPA Kimia, Ana Maria, Febby, Surtini, Dewi Rumonrang dkk, atas segala bantuannya.

13. Pak Gani dan ibu Ani Lestari, atas bantuan yang diberikan kepada penulis.
14. Almamater tercinta, Universitas Lampung.
15. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam penyusunan tesis ini.

Karena tidak ada gading yang tak retak, penulis menyadari bahwa dalam penulisan tesis ini masih terdapat kekurangan dan kesalahan. Semoga tulisan ini bermanfaat dan menjadi sumbangan kecil untuk peningkatan dan pengembangan ilmu pengetahuan khususnya ilmu kimia.

Bandar Lampung, Desember 2016

Penulis,

Romiyati

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang dan Masalah	1
B. Tujuan Penelitian	6
C. Manfaat Penelitian	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	7
A. Zat Warna Tekstil	7
B. Remazol Golden Yellow RNL	8
C. Reaksi Fotokatalitik	9
D. Nanopartikel	14
E. Metode Preparasi Katalis	15
1. Sol Gel	15
2. <i>Freeze Drying</i>	16
3. Kalsinasi	18
F. Pektin	19
G. Spinel Ferite	22
H. Karakterisasi Katalis	24
1. Analisis Keasamaan Katalis	24
2. Analisis Stuktur Kristal Katalis	26
3. Analisis Morfologi Permukaan Katalis	29
4. Analisis Ukuran Partikel	30
I. Spektrofotometer UV-Vis	32
III. METODE PENELITIAN	35
A. Tempat dan Waktu Penelitian	35
B. Alat dan Bahan	35
C. Prosedur Kerja	36
1. Pembuatan Nanokatalis	36
a. Proses Gelisasi Prekursor dengan Pektin	36
b. Freezer-dry	37
c. Kalsinasi pada Temperatur 600°C dan 800°C	37
2. Karakterisasi Katalis	37
a. Analisis Struktur Kristal	37

b. Analisis Kuantitatif Kristal	38
c. Analisis Keasaman Katalis	38
d. Analisis Morfologi Permukaan Katalis	39
e. Analisis Ukuran Partikel	40
3. Uji Aktifitas Fotokatalitik	40
a. Preparasi Sampel	40
b. Reaksi Fotokatalitik	40
4. Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis	41
a. Kalibrasi Alat Spektrofotometer UV-Vis	41
b. Pembuatan Larutan Standar	42
c. Menentukan Panjang Gelombang Maximum (maks) serta Konsentrasi Remazol Golden Yellow RNL Terdegradasi	42
5. Diagram Alir Penelitian	42
a. Sintesis dan Karakterisasi Katalis	42
b. Aktivitas Fotokatalitik	44
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	45
A. Preparasi Nanokatalis $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	45
B. Karakterisasi Nanokatalis	48
1. Analisis Keasaman Katalis	48
2. Analisis Struktur Kristal	56
3. Analisis Ukuran Partikel Katalis $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	58
a. Analisis Ukuran Partikel Katalis Metoda <i>Scherrer</i>	58
b. Analisis Morfologi dan Ukuran Partikel Menggunakan TEM ..	60
c. Analisis Ukuran Partikel menggunakan PSA	67
C. Uji Aktivitas Fotokatalitik	69
V. SIMPULAN DAN SARAN	79
A. Simpulan	79
B. Saran	80
DAFTAR PUSTAKA	81
LAMPIRAN	87

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Beberapa penelitian yang menggunakan metode preparasi katalis sol-gel.	19
2. Keasam katalis $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$ pada suhu 600 dan 800°C.	49
3. Puncak-puncak refresentatif masing-masing difraktogram acuan untuk fase kristal $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	57
4. Perubahan nilai <i>FWHM</i> dari data analysis <i>XRD</i>	59
5. Ukuran partikel kristal dihitung menggunakan metoda <i>scherrer</i>	60
6. Ukuran partikel katalis $Ni_{0,9}V_{0,1}Fe_2O_4$ pada suhu kalsinasi 600 °C	63
7. Ukuran partikel katalis $Ni_{0,9}V_{0,1}Fe_2O_4$ pada suhu kalsinasi 800 °C	64
8. Ukuran partikel katalis $Ni_{0,7}V_{0,3}Fe_2O_4$ pada suhu kalsinasi 600 °C	65
9. Ukuran partikel katalis $Ni_{0,7}V_{0,3}Fe_2O_4$ pada suhu kalsinasi 800 °C	65
10. Ukuran partikel katalis $Ni_{0,5}V_{0,5}Fe_2O_4$ pada suhu kalsinasi 600 °C	66
11. Ukuran partikel katalis $Ni_{0,5}V_{0,5}Fe_2O_4$ pada suhu kalsinasi 800 °C	66
12. Distribusi ukuran partikel $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	68
13. Nilai absorbansi larutan standar remazol golden yellow pada panjang gelombang maksimum 407 nm	71

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Warna remazol golden yellow RNL	8
2. Struktur kimia remazol golden yellow RNL	9
3. Skema fotoeksitasi pada permukaan semikonduktor	11
4. Skema proses fotokatalitik	13
5. Struktur pektin	19
6. Struktur asam pektat	20
7. Struktur asam pektinat	20
8. Struktur protopektin	21
9. Struktur kristal spinel ferite	23
10. Konsep kerja spektrofotometer infra merah	25
11. Skema alat XRD	27
12. Proses pembentukan puncak XRD	27
13. Skema kerja dari TEM	30
14. Daerah spectrum UV dan Visible (tampak)	32
15. Skema kerja spektrofotometer UV-Vis	34
16. Diagram alir sintesis dan karakterisasi katalis $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	43
17. Diagram alir aktivitas fotokatalitik $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	44
18. Gel prekursor $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	46
19. Hasil proses <i>freezedry</i> serbuk prekursor $Ni_{(1-x)}V_xFe_2O_4$	47

20. Padatan bubuk $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ setelah proses kalsinasi	48
21. Spektrum inframerah katalis $\text{Ni}_{0,5}\text{V}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 600 dan 800°C	50
22. Spektrum inframerah katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{V}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 600 dan 800°C	52
23. Spektrum inframerah katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{V}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 600 dan 800°C	54
24. Difraktogram nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ kalsinasi 600°C	56
25. Nilai <i>FWHM</i> diperoleh dari program <i>software MATCH</i>	59
26. Hasil analisis TEM nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$	61
27. Katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{V}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada suhu kalsinasi 600 °C	62
28. Distribusi ukuran partikel katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (a) pada suhu 600 °C dan (b) Pada suhu 800°C	68
29. Hasil degradasi dengan suhu kalsinasi (a) 600°C disinari lampu UV, (b) 600°C disinari matahari, (c) 800°C disinari lampu UV, (d) 800°C disinari matahari.	70
30. Panjang gelombang maksimum <i>remazol golden yellow</i>	71
31. Kurva standar larutan <i>remazol golden yellow</i> dengan konsentrasi 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14 ppm	71
32. Hubungan antara waktu (menit) terhadap persentasi degradasi (%) <i>remazol golden yellow</i> untuk katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{V}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 600°C.	72
33. Hubungan antara waktu (menit) terhadap persentasi degradasi (%) <i>remazol golden yellow</i> untuk katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{V}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 600°C	73
34. Hubungan antara waktu (menit) terhadap persentasi degradasi (%) <i>remazol golden yellow</i> untuk katalis $\text{Ni}_{0,5}\text{V}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 600°C.	74
35. Hubungan antara waktu (menit) terhadap persentasi degradasi (%) <i>remazol golden yellow</i> untuk katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{V}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 800°C	75
36. Hubungan antara waktu (menit) terhadap persentasi degradasi (%) <i>remazol golden yellow</i> untuk katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{V}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 800°C	76
37. Hubungan antara waktu (menit) terhadap persentasi degradasi (%) <i>remazol golden yellow</i> untuk katalis $\text{Ni}_{0,5}\text{V}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu 800°C	77

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang dan Masalah

Penanganan limbah cair merupakan masalah utama dalam lingkungan industri terutama industri kecil, karena umumnya tidak dilengkapi dengan unit pengolahan limbah. Salah satu golongan polutan berbahaya yang banyak ditemukan dalam limbah cair adalah zat warna yang digunakan dalam industri tekstil, terutama industri skala rumah tangga. Limbah cair zat warna bersumber dari hasil buangan industri tekstil setelah melalui proses pencelupan bahan tekstil dan pewarnaan limbah cair tersebut jika dibuang ke lingkungan perairan secara langsung tanpa pengolahan terlebih dahulu akan menyebabkan air sungai tercemar, sementara itu lingkungan hanya mempunyai kemampuan terbatas untuk mendegradasi zat warna tersebut. Lingkungan perairan menjadi berwarna dan mengubah kualitas air sehingga tidak sesuai untuk kehidupan biota air.

Pewarna sintetis yang banyak digunakan adalah zat warna reaktif azo yang memiliki kelarutan yang tinggi di dalam air. Zat warna azo mempunyai karakteristik yaitu memiliki ikatan rangkap nitrogen - nitrogen ($-N=N-$) yang menyebabkan pencemaran lingkungan dan berwarna cerah dalam larutannya (Asouhidou *et al.*, 2009). Contoh zat warna yang banyak dipakai industri tekstil adalah remazol black, red dan golden yellow. Dalam pewarnaan, senyawa ini hanya digunakan sekitar 5% sedangkan sisanya sekitar 95% akan dibuang

sebagai limbah. Senyawa ini cukup stabil sehingga sangat sulit untuk terdegradasi di alam dan berbahaya bagi lingkungan apalagi dalam konsentrasi yang besar karena dapat menaikkan Chemical Oxygen Demand (COD) (Suprihatin, 2014). Hal ini tentu saja dapat merusak keseimbangan ekosistem lingkungan yang ditandai dengan matinya organisme perairan di sekitar lokasi pembuangan limbah sehingga perlu pengolahan lebih lanjut agar limbah tekstil yang dibuang aman bagi lingkungan.

Zat warna *remazol golden yellow* adalah zat pewarna yang memiliki rumus empiris $C_{16}H_{16}N_4Na_2O_{10}S_3$ yang termasuk pewarna golongan azo, yang merupakan tepung berwarna kuning terang, digunakan untuk mewarnai bahan tekstil yang berasal dari kapas dan sutra melalui proses pencelupan dan pencetakan. Sisa penggunaan zat warna *remazol golden yellow* pada industri tekstil akhirnya dibuang ke lingkungan sebagai limbah cair. Dengan kandungan zat warna yang tinggi konsentrasinya menjadi sangat berbahaya terhadap lingkungan karena sulit terdegradasi.

Upaya penanganan masalah pencemaran dari zat warna tekstil telah dilakukan dengan berbagai cara. Mulai dari metode konvensional, misalnya adsorpsi menggunakan karbon aktif dan pasir aktif (Sumarni, 2012) atau zeolit (Kamalia, 2013), hingga metode mutakhir seperti biodegradasi (Carliell *et al.*, 1995), klorinasi, ozonolisis (Suparno, 2010), sonolisis (Sofni dkk, 2009), radiasi pengion (Indragini, 2011) ataupun teknologi plasma (Cristiana *et al.*, 2010). Namun kedua metode ini masing-masing mempunyai kelemahan dan kekurangan. Metode konvensional tidak cukup efektif mendegradasi zat pencemar lingkungan,

sedangkan metode mutakhir tidak cukup efisien karena memerlukan biaya yang relatif tinggi. Pada akhirnya metode degradasi fotokatalis dengan menggunakan bahan semikonduktor diharapkan dapat menjadi alternatif pilihan. Fotodegradasi merupakan reaksi pemecahan yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan katalis secara bersamaan. Keunggulan menggunakan metode ini diantaranya: (1) dapat melakukan mineralisasi total terhadap polutan organik, (2) biayanya relatif murah, (3) prosesnya relatif cepat, (4) tidak beracun dan (5) memiliki kemampuan penggunaan jangka panjang.

Fotokatalisis memanfaatkan energi yang berasal dari cahaya (sinar matahari atau lampu UV) untuk mengaktifkan proses katalisis pada suatu permukaan bahan semikonduktor sehingga dihasilkan radikal hidroksil yang akan mendegradasi polutan organik dan zat warna (Nogueira *et al.*, 2005). Beberapa contoh degradasi fotokatalisis menggunakan nanokatalis TiO_2 dengan suhu kalsinasi 400°C dilaporkan mampu mendegradasi metilen biru dengan lampu UV sebesar 90,94% dan sinar matahari sebesar 94,43% selama 75 menit, tetapi konsentrasi limbah masih rendah yaitu 5,21 ppm (Sitohang, 2015). Penelitian menggunakan katalis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ mampu mendegradasi zat warna metilen biru dengan sinar UV dan sinar matahari hingga konsentrasinya menurun menjadi 20% selama 50 menit, yakni dari konsentrasi awal 5 ppm menjadi 1 ppm (Manurung *et al.*, 2015). Penelitian menggunakan nanokatalis S/TiO_2 mampu mendegradasi metilen kuning dengan sinar UV sebesar 77,5% dan sinar matahari sebesar 86% selama 50 menit dengan konsentrasi limbah 33,5 ppm (Setiawan, 2015). Penelitian menggunakan katalis TiO_2 mampu mendegradasi *remazol golden yellow* dengan penyinaran selama 210 menit sebesar 92,98% (Nurdiansyah, 2014). Penelitian menggunakan

Fe_2O_3 -montmorillonit juga mampu mendegradasi zat warna metil orange sebesar 53,55% selama 70 menit dengan penyinaran UV (Dhamayanti dkk, 2005). Penelitian menggunakan katalis Zn-TiO_2 mampu mendegradasi metilen biru dengan waktu penyinaran optimum pada 300 menit sebesar 96,97 % (Ali *et al.*, 2006). Dan penelitian menggunakan katalis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ mampu mendegradasi metanil yellow sebesar 65 % dengan sinar UV dan 68 % dengan sinar matahari pada suhu kalsinasi 800°C (Maharani, 2016).

Beberapa contoh hasil penelitian di atas menunjukkan bahwa katalis yang sudah diteliti belum mampu memberikan hasil yang efisien dan ekonomis. Kelemahan tersebut yang menjadi acuan dalam melakukan penelitian ini menggunakan katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang mengindikasikan bahwa katalis ini memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai fotodegradasi *remazol golden yellow* dengan Sinar UV dan sinar matahari.

Hasil fotodegradasi zat warna dipengaruhi oleh ukuran partikel katalis, komposisi katalis, suhu kalsinasi dan waktu reaksi. Adanya keterkaitan antara ukuran partikel dengan potensi degradasi menjadi alasan untuk pengembangan nanokatalis. Keunggulan yang dimiliki material nano adalah memiliki luas permukaan yang besar dan rasio-rasio dari atomnya tersebar secara merata pada permukaan materialnya. Sifat-sifat ini akan memberikan keuntungan untuk transfer massa di dalam pori-pori, terbukanya situs aktif dan juga penyumbang antar muka yang besar dalam reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren *et al.*, 2003).

Metode pembuatan katalis juga mempengaruhi hasil ukuran suatu katalis dan karakteristiknya. Sehingga metode preparasi yang dilakukan adalah metode sol gel yang merupakan suatu suspensi koloid dari partikel yang digelkan ke bentuk padatan. Keunggulan metode ini adalah kemurnian tinggi, baik homogenitas kimia, serta ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih seragam dari produk. Selain itu, metode sol-gel memungkinkan kontrol yang lebih baik untuk menyesuaikan karakteristik permukaan produk, seperti luas permukaan, volume pori, dan distribusi ukuran pori, untuk meningkatkan kesesuaian produk untuk aplikasi khusus. Begitu pula dengan pemilihan pelarut dalam proses preparasi katalis juga menentukan hasil akhir yang didapatkan (Maensiri *et al.*, 2007). Pelarut yang digunakan adalah senyawa organik yang mempunyai atom-atom dengan pasangan elektron bebas seperti oksigen, nitrogen, dan lainnya (Lou *et al.*, 2009). Salah satu pelarut yang dapat digunakan adalah pektin yang merupakan polisakarida kompleks tersusun atas polimer asam D-galakturonat yang terikat melalui ikatan 1,4-glikosidik. Pektin banyak digunakan sebagai pembentuk gel dan sebagai stabilisator (Srivastava *et al.*, 2011). Suhu kalsinasi ternyata mempengaruhi ukuran suatu katalis, dimana semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin besar ukuran partikel yang dihasilkan (Nugroho, 2011).

Berdasarkan pemanfaatan katalis yang dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan metode sol gel. Selanjutnya prekursor dikalsinasi pada suhu 600 dan 800°C serta karakterisasi padatan dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terbentuk, analisis *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui distribusi ukuran partikel, analisis *Fourier*

Transform Infra Red (FTIR) untuk mengidentifikasi situs asam bahan katalis, dan analisis *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk analisis morfologi, serta analisis spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui aktivitas katalitik nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada fotodegradasi *remazol golden yellow*.

B. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mempelajari sintesis nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan metode sol gel yang menggunakan pektin sebagai pengemulsi.
2. Mempelajari proses fotodegradasi serta mengidentifikasi potensi kerja nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$
 - a. Mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik fotokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$
 - b. Mempelajari proses fotodegradasi menggunakan sinar matahari dan lampu UV

C. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumbangan terhadap perkembangan ilmu pengetahuan khususnya dibidang nanokatalis dan memberikan informasi tentang proses pembuatan nanokatalis serta fotodegradasi zat warna *remazol golden yellow* dengan menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Zat Warna Tekstil

Zat warna merupakan gabungan dari zat organik yang tidak jenuh, kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat antara warna dengan serat. Secara lebih luas zat warna tersusun dari hidrokarbon tak jenuh, kromofor, auksokrom dan zat aditif. Kromofor berasal dari kata Chromophore yang berasal dari bahasa Yunani yaitu chroma yang berarti warna dan phoros yang berarti mengemban (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Dahulu kala zat-zat warna bersumber dari zat warna alami yang diekstrak dari tumbuhan dan produk hewani. Zat warna alam digunakan hingga pertengahan abad ke-19. Karena variasi warna alami makin sedikit, maka dibuat berbagai zat warna sintetis yang spektrumnya lebih luas. Suatu senyawa dapat dikatakan sebagai zat warna bila senyawa tidak luntur atau dapat terikat kuat pada suatu materi, misalnya kain. Proses timbulnya warna adalah akibat adanya adsorpsi radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu pada spektrum sinar tampak oleh suatu zat (Yahdiana, 2011). Zat warna pada umumnya adalah senyawa organik berwarna yang dapat memberikan warna kepada objek lain, sedangkan zat warna merupakan senyawa aromatik yang terdiri dari cincin aril yang mengandung sistem elektron terdelokalisasi. Senyawa organik dengan sistem ikatan rangkap terkonjugasi dapat menyerap warna pada panjang

gelombang tertentu karena adanya transisi elektron. Makin panjang konjugasi rantai karbon maka makin kecil energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron, dan panjang gelombang penyerapan cahaya makin besar (penggeseran batokromik). Penggeseran batokromik juga terjadi apabila senyawa organik mengandung gugus ausokrom yang terikat pada suatu gugus kromofor yang akan mempertinggi intensitas penyerapan (Hartanto, 1978).

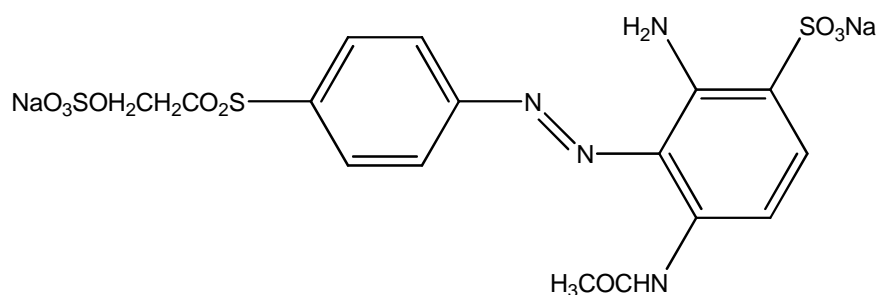
B. *Remazol Golden Yellow RNL*

Remazol Golden Yellow RNL adalah zat warna sintetis berbentuk serbuk berwarna kuning orange terang, larut dalam air, umumnya digunakan sebagai pewarna tekstil dan cat. *RGY RNL* adalah senyawa kimia azo aromatik amin dengan berat molekul 566.49 g/mol, dan memiliki rumus empiris $C_{16}H_{16}N_4Na_2O_{10}S_3$ (Merck Index, 2006). Warna dari *RGY RNL* dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Warna remazol golden yellow RNL.

Zat warna sintetis dengan penampakan fisik berwarna kuning orange terang memiliki struktur seperti Gambar 2.



Gambar 2. Struktur kimia remazol golden yellow RNL.

C. Reaksi Fotokatalitik

Reaksi fotokatalitik adalah reaksi yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan katalis secara bersama-sama. Katalis ini mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan tereksitasinya, atau fotoproduk utamanya, yang bergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut.

Secara umum, fotokatalitik terbagi menjadi dua jenis, yaitu fotokatalik homogen dan fotokatalik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah reaksi fotokatalitik dengan bantuan oksidator seperti ozon dan hydrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan teknologi yang didasarkan pada irradiasi sinar UV pada semikonduktor. Fotokatalitik merupakan suatu proses yang dapat mempercepat fotoreaksi dengan penambahan suatu katalis (Qodri, 2011).

Dalam teori pita padatan, elektron-elektron tersusun pada tingkat energi yang dapat diperlakukan sebagai pita energi. Tingkat energi atau pita yang ada terbagi menjadi dua macam yaitu pita valensi *valence band* (VB) dan pita konduksi *conduction band* (CB). Elektron-elektron sangat terikat erat pada tingkat VB, tetapi mempunyai keleluasaan yang tinggi pada tingkat CB. Di

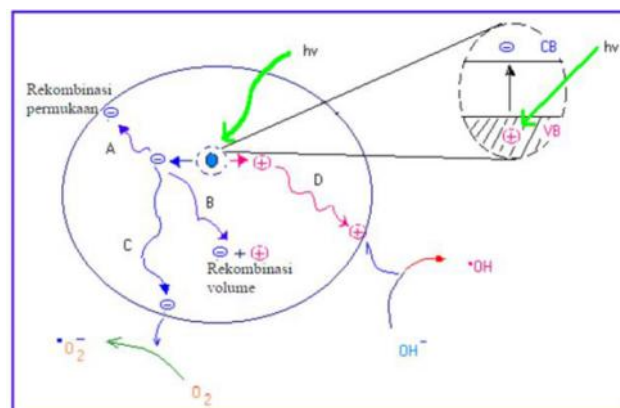
antara dua pita ini adalah suatu energi terlarang (*energi band gap*, E_g) dimana tidak ada elektron sama sekali. Apabila elektron berada pada VB maka suatu padatan akan bersifat isolator, sedangkan jika elektron menempati CB maka padatan akan bersifat konduktor. Padatan semikonduktor mempunyai energi terlarang antara VB dan CB yang sangat tipis. Oleh karena itu hanya dengan sedikit penambahan energi, maka elektron dapat berpindah dari VB ke CB.

E_g terjadi karena adanya overlapping orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal ini menjadikan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar E_g yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi reduksi yang diinduksi oleh cahaya, apabila terjadi penyerapan cahaya oleh E_g di antara kedua pita tersebut. Pada saat terjadi eksitasi yang melewati E_g diperlukan tenggang waktu dalam skala nanosekon untuk menghasilkan pasangan elektron lubang sebagai hasil eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi (Hoffman, *et al.*, 1995).

Di daerah VB orbital tertinggi yang ditempati elektron pada suhu nol absolute disebut tingkat Fermi, yang terletak di sekitar tengah-tengah *band*. Apabila temperatur naik atau dengan adanya eksitasi optik (cahaya) dengan energi yang melebihi energi E_g , elektron akan naik ke CB meninggalkan VB, maka terjadilah lubang atau muatan positif pada VB. Pada TiO_2 energi lubangnya sebanding dengan radiasi cahaya 388 nm (3,23 eV) yaitu pada daerah UV dekat (Noqueira, *et al.*, 1993).

Fotokatalitik adalah suatu proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan materi katalis padat. Proses fotokatalitik menggunakan semikonduktor pada penyinaran yang sesuai (misalnya TiO_2 , penyinaran lampu UV pada panjang gelombang dibawah 365 nm) telah dipahami menjadi proses yang lebih maju dan menarik perhatian luas dalam berbagai aplikasi lingkungan untuk mendekomposisi kontaminan organik menjadi spesies anorganik yang lebih sederhana (Hoffman, et al., 1995). Fotokatalisis telah sukses digunakan untuk mengoksidasi banyak polutan-polutan organik menunjukkan dapat terdegradasi dan akhirnya dimineralisasi secara komplet dibawah penyinaran dengan sinar UV pada katalis TiO_2 (Habibi, *et al.*, 2006).

Semikonduktor mempunyai daerah energi kosong yang dibatasi oleh pita valensi yang terisi elektron dan pita konduksi yang kosong yang disebut band gap. Absorpsi cahaya dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi gap semikonduktor tersebut menyebabkan elektron tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Gambar 3 menunjukkan fotoeksitasi dan deeksitasi elektron.



Gambar 3. Skema fotoeksitasi pada permukaan semikonduktor.

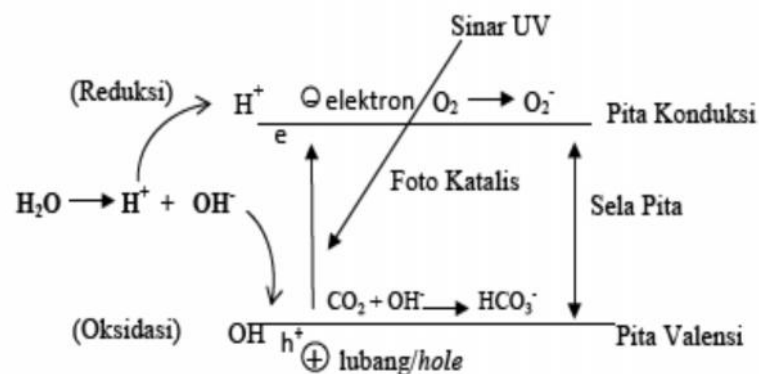
Jika suatu semikonduktor tipe n dikenai cahaya dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) akan pindah dari pita valensi ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif ($hole^+$, disingkat h^+) pada pita valensi. Sebagian pasangan e^- dan h^+ akan berekombinasi kembali, baik di permukaan (proses A) atau di dalam *bulk* partikel (proses B). Sementara sebagian pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor (proses C dan D), dimana h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor (Linsebigler, *et al.*, 1995). *Hole/lubang* merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Sebagian besar reaksi fotodegradasi senyawa organik menggunakan kekuatan lubang untuk mengoksidasi baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga untuk mempertahankan muatan perlu ditambahkan spesies lain yang dapat tereduksi oleh elektron. Oleh karena itu tingkat keefektifan semikonduktor meningkat dengan modifikasi permukaan semikonduktor dengan logam tertentu, dan kombinasi semikonduktor atau bahan matrik lainnya (Hoffman, *et al.*, 1995).

Penambahan logam pada semikonduktor akan menyebabkan perubahan distribusi elektron, sehingga permukaan semikonduktor juga mengalami perubahan sifat. Akibatnya efisiensi reaksi fotokatalitik meningkat, yang dapat terjadi dengan penambahan jumlah produk yang dihasilkan atau kecepatan reaksi yang semakin besar. Selain itu, penambahan logam juga dapat mengubah hasil reaksi. Mekanisme migrasi elektron pada permukaan semikonduktor yang

termodifikasi logam dimulai dari proses eksitasi. Setelah tereksitasi, elektron akan bermigrasi dan terperangkap di dalam logam, sehingga rekombinasi elektron-lubang terhalangi. Kemudian lubang akan bebas berdifusi menuju permukaan semikonduktor, sehingga reaksi oksidasi senyawa organik dapat terjadi (Linsebigler, *et al.*, 1995).

Fotodegradasi juga dapat dilakukan dengan memanfaatkan sinar matahari dengan bantuan fotokatalis semikonduktor seperti TiO_2 , ZnS , CdS atau ZnO . Dengan adanya pemanasan oleh cahaya matahari, elektron suatu semikonduktor akan mengalami perpindahan dari pita valensi ke pita konduksi dengan meninggalkan lubang VB, yang bersifat oksidator kuat. Akibatnya senyawa organik akan lebih mudah teroksidasi. (Kormann, *et al.*, 1989).

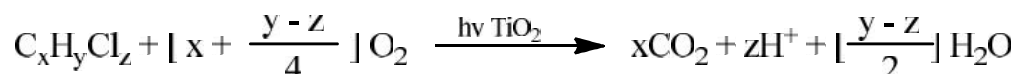
Berikut skema proses fotokatalitik pada Gambar 4.



Gambar 4. Skema proses fotokatalitik.

Metode ini sangat efisien karena memanfaatkan sinar matahari yang keberadaannya melimpah. Hasil akhirnya adalah air dan gas yang tidak berbahaya, sehingga tidak akan menimbulkan masalah baru.

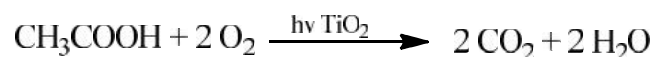
Penggunaannya telah diteliti untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang sangat beracun, baik di dalam air baku maupun limbah. Sebagai contoh adalah oksidasi fotokatalis heterogen dari hidrokarbon terklorinasi, dengan stoikiometri secara umum sebagai berikut (Hofmann, *et al.*, 1995):



atau mineralisasi metilen biru secara total dengan persamaan reaksi:



sedangkan fotodegradasi asam asetat dengan semi konduktor TiO_2 terjadi melalui reaksi:



D. Nanopartikel

Nanopartikel dapat memiliki sifat atau fungsi yang berbeda dari material sejenis dalam ukuran besar (bulk). Dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar yaitu karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain dan ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Abdullah dkk., 2008).

Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomena-fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Fenomena lain adalah perubahan rasio jumlah atom yang menempati permukaan terhadap jumlah total atom. Fenomena ini berimbas pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Perubahan-perubahan tersebut diharapkan dapat menjadi keunggulan nanopartikel dibandingkan dengan partikel sejenis dalam keadaan bulk (Abdullah dkk., 2008).

E. Metode Preparasi Katalis

Karakteristik katalis sangat dipengaruhi oleh tiap langkah preparasi yang dilakukan. Tujuan utama dari pemilihan metode preparasi katalis adalah mendapatkan struktur definit, stabil, mempunyai luas permukaan yang besar dan situs aktif yang lebih terbuka serta ukuran yang kecil. Sedangkan penggunaan pendukung dilakukan untuk lebih memberikan peluang kepada fasa aktif dalam reaksi dan mendistribusikan secara homogen pada permukaan penyangga. Dalam hal ini diharapkan terbentuk dispersi yang tinggi untuk mendapatkan luas permukaan spesifik yang besar dan aktivitas yang maksimal.

1. Sol Gel

Sol gel adalah suatu suspensi koloid partikel yang digelkan ke bentuk padatan. Sol adalah suspensi dari partikel koloid pada suatu cairan atau

larutan molekul polimer (Rahaman, 1995). Di dalam sol ini terlarut partikel halus dari senyawa hidroksida atau senyawa oksida logam. Proses tersebut kemudian dilanjutkan dengan proses gelasi dari sol tersebut untuk membentuk jaringan dalam suatu fasa cair yang kontinyu, sehingga terbentuk gel (Sopyan, *et al.*, 1997). Proses sol-gel melibatkan transisi pada sistem dari fasa sol menjadi fasa gel yang didasarkan pada kemudahan memasukkan satu atau dua logam aktif secara bersamaan dalam prekursor katalis

Keunggulan metode sol-gel dibandingkan dengan metode lain adalah:

- a. Dispersi yang tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis.
- b. Tekstur porinya memberikan kemudahan difusi reaktan untuk masuk ke dalam situs aktif.
- c. Luas permukaan katalis cukup tinggi.
- d. Peningkatan stabilitas termal (Lecloux and Pirard, 1998; Lambert and Gonzalez, 1998)

2. *Freeze drying*

Freeze Dryer merupakan suatu alat pengeringan yang termasuk kedalam *Conduction Dryer/ Indirect Dryer* karena proses perpindahan panas terjadi secara tidak langsung yaitu antara bahan yang akan dikeringkan (bahan basah) dan media pemanas terdapat dinding pembatas sehingga air dalam bahan basah / lembab yang menguap tidak terbawa

bersama media pemanas. Hal ini menunjukkan bahwa perpindahan panas terjadi secara hantaran (konduksi), sehingga disebut juga *Conduction Dryer/ Indirect Dryer* (Liapis *et al.*, 1994). *Freeze drying* adalah suatu proses yang telah umum dikenal dalam bidang biologi, farmasi dan makanan. Metode ini cocok untuk senyawa yang sensitif terhadap panas, virus dan mikroorganisme.

Pengeringan beku (*freeze drying*) adalah salah satu metode pengeringan yang mempunyai keunggulan dalam mempertahankan mutu hasil pengeringan, khususnya untuk produk-produk yang sensitif terhadap panas. Keunggulan pengeringan beku, dibandingkan metoda lainnya, antara lain adalah:

1. dapat mempertahankan stabilitas produk (menghindari perubahan aroma, warna, dan unsur organoleptik lain)
2. dapat mempertahankan stabilitas struktur bahan (pengkerutan dan perubahan bentuk setelah pengeringan sangat kecil)
3. dapat meningkatkan daya rehidrasi (hasil pengeringan sangat berongga dan lyophile sehingga daya rehidrasi sangat tinggi dan dapat kembali ke sifat fisiologis, organoleptik dan bentuk fisik yang hampir sama dengan sebelum pengeringan).

Keunggulan-keunggulan tersebut tentu saja dapat diperoleh jika prosedur dan proses pengeringan beku yang diterapkan tepat dan sesuai dengan karakteristik bahan yang dikeringkan. Kondisi operasional tertentu yang

sesuai dengan suatu jenis produk tidak menjamin akan sesuai dengan produk jenis lain.

3. Kalsinasi

Proses kalsinasi merupakan pemanasan zat padat dibawah titik lelehnya untuk menghasilkan keadaan dekomposisi termal dari transisi fasa lain selain fasa lelehan. Kalsinasi diperlukan sebagai penyiapan serbuk untuk proses lebih lanjut dan memperoleh ukuran partikel yang optimum dengan menggunakan senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida, membentuk fase kristal.

Peristiwa yang terjadi pada proses kalsinasi yaitu:

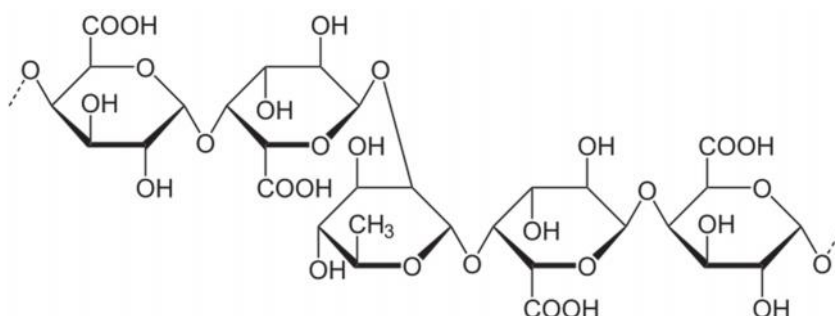
- a. Dekomposisi komponen prekursor pada pembentukan spesi oksida. Proses pertama terjadi pelepasan air bebas (H_2O) dan terikat (OH) yang berlangsung pada suhu diantara $100^{\circ}C$ dan $300^{\circ}C$.
- b. Pelepasan gas CO_2 berlangsung pada suhu sekitar $600^{\circ}C$, akan terjadi pengurangan berat secara berarti dan terjadi reaksi antara oksida yang terbentuk dengan penyangga.
- c. Sintering komponen prekursor. Pada proses ini struktur kristal sudah terbentuk namun ikatan di antara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas (Pinna, 1998).

Tabel 1. Beberapa penelitian yang menggunakan metode preparasi katalis sol-gel

No	Nama Peneliti	Metode Preparasi	Katalis	Ukuran partikel (nm)	Tahun Penelitian
1.	Ghasemi	Sol – gel	NiZnFe ₂ O ₄	500 - 4000	2013
2.	Setiawan	Sol – gel	S/TiO ₂	6 - 8	2015
3.	Djayasinga	Sol - gel	Ni _(1-x) Cu _x Fe ₂ O ₄	8 – 24	2015
4.	Sulistyo	Sol – gel	Ni _(1-x) Co _x Fe ₂ O ₄	9 – 18	2015
5.	Situmeang <i>et al</i>	Sol - gel	Ni _x Fe _(3-x) O ₄	33 – 61	2015

F. Pektin

Pektin merupakan segolongan polimer heterosakarida yang diperoleh dari dinding sel tumbuhan darat. Pektin berwujud bubuk berwarna putih hingga coklat terang. Pektin banyak dimanfaatkan pada industri pangan sebagai bahan perekat dan penstabil (Ridley *et al.*, 2001). Pektin merupakan polisakarida kompleks tersusun atas polimer asam D-galakturonat yang terikat melalui ikatan 1,4-glikosidik. Pektin terkandung di dalam dinding sel primer yaitu di antara selulosa dan hemiselulosa (Nelson *et al.*, 1977). Kandungan pektin kurang lebih sepertiga berat kering dinding sel tanaman (Toms and Harding, 1998; Walter, 1991). Struktur pektin ditunjukkan pada Gambar 5 berikut ini

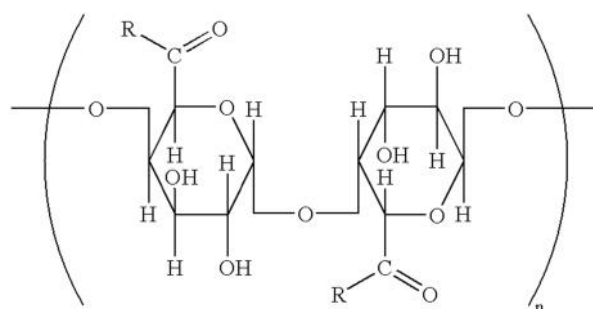


Gambar 5. Struktur pektin.

Senyawa pektin terdiri atas asam pektat, asam pektirat dan protopektin.

1. Asam pektat

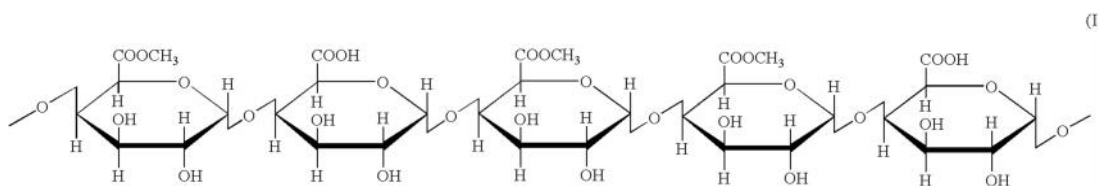
Suatu senyawa asam galakturonat yang bersifat koloid dan bebas dari kandungan metil ester. Struktur asam pektat ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur asam pektat.

2. Asam pektinat

Suatu asam poligalakturonat yang bersifat koloid dan mengandung metil ester. Metil ester dan derajat netralisasi asam pektinat pada pektin berbeda-beda. Struktur asam pektinat ditunjukkan pada Gambar 7.

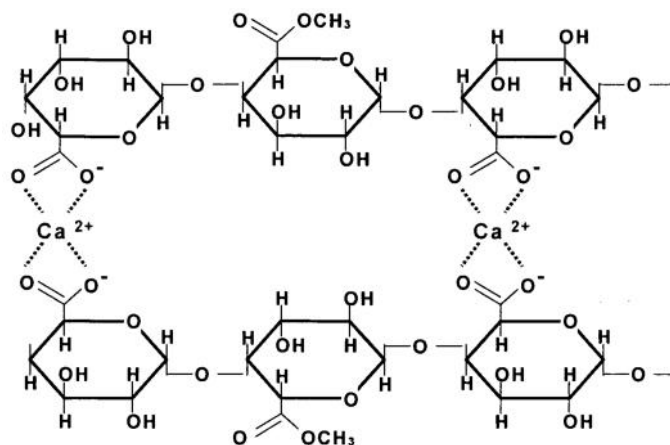


Gambar 7. Struktur asam pektinat.

3. Protopektin

Suatu substansi pekat yang tidak larut dalam air, terdapat pada tanaman, apabila dihidrolisis akan menghasilkan asam pektinat (Klavons *et al.*, 1995).

Protopektin tidak larut dalam air karena berada pada bentuk garam-garam kalsium-magnesium pektinat. Pertukaran ion kalsium dan magnesium oleh ion hidrogen akan mengubah protopektin menjadi pektin. Struktur protopektin ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Struktur protopektin.

Kandungan metoksi pada pektin mempengaruhi kelarutannya. Pektin dengan kadar metoksi tinggi (7-9%) akan mudah larut di dalam air sedangkan pektin dengan kadar metoksi rendah (3-6%) mudah larut di dalam alkali dan asam oksalat. Pektin tidak larut di dalam alkohol dan aseton. Kadar metoksi merupakan jumlah metanol di dalam 100 mol asam galakturonat. Kadar metoksi berperan dalam menentukan sifat fungsional dan mempengaruhi struktur serta tekstur dari gel pektin. Pembentukan gel pada pektin terjadi melalui ikatan hidrogen antara gugus karbonil bebas dengan gugus hidroksil. Pektin dengan kandungan metoksi tinggi membentuk gel dengan gula dan asam pada konsentrasi gula 58-70% sedangkan pektin dengan metoksi rendah

tidak mampu membentuk gel dengan asam dan gula tetapi dapat membentuk gel dengan adanya ion-ion kalsium.

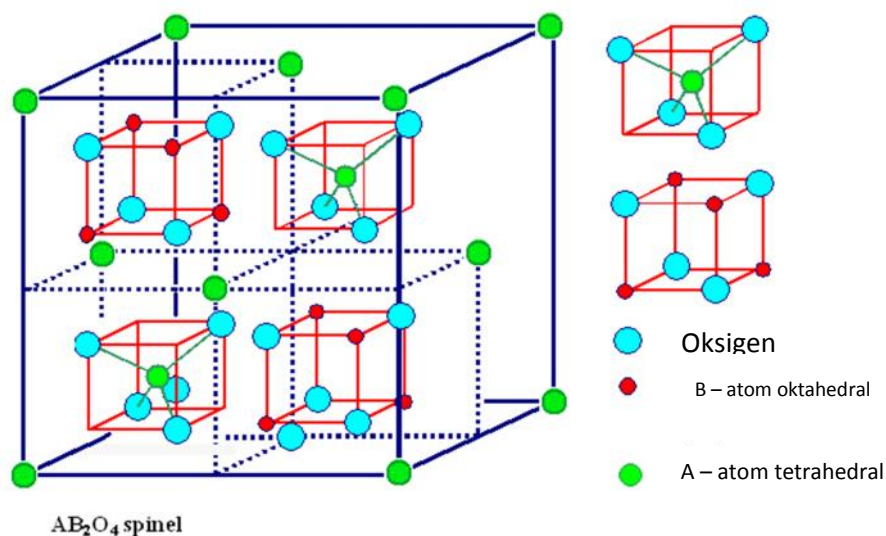
Pektin banyak digunakan sebagai komponen fungsional pada industri makanan karena kemampuannya dalam membentuk gel dan menstabilkan protein (May, 1990). Penambahan pektin pada makanan akan mempengaruhi proses metabolisme dan pencernaan pada adsorpsi glukosa dan kolesterol (Baker, 1994). Pektin berfungsi sebagai pemberi tekstur yang baik pada roti dan keju, bahan pengental dan stabilizer pada minuman sari buah. Towle dan Christensen (1973) menyatakan bahwa pektin sebagai penyembuh diare dan dapat menurunkan kolesterol dalam darah. Selain itu, melalui pembuluh darah pektin dapat memperpendek waktu koagulasi darah untuk mengendalikan pendarahan (Hoejgaard, 2004). Di bidang farmasi, pektin digunakan sebagai emulsifier pada preparat cair dan sirup, obat diare pada bayi dan anak-anak, bahan kombinasi untuk memperpanjang kerja hormon dan antibiotik, bahan pelapis perban untuk menyerap kotoran dan jaringan yang rusak sehingga luka tetap bersih dan cepat pulih serta sebagai bahan injeksi untuk mencegah pendarahan.

Sumber pektin komersil paling utama yaitu pada buah-buahan seperti kulit jeruk dengan kandungan sekitar 25-30%, kulit apel kering 15-18%, bunga matahari 15-25% dan bit gula 10-25% (Ridley *et al.*, 2001).

G. Spinel Ferite

Spinel ferite adalah katalis yang memiliki rumus umum AB_2O_4 di mana A adalah kation-kation bervalensi 2 seperti Fe, Ni, Co dan lain-lain yang menempati posisi

tetrahedral dalam struktu kristalnya dan B adalah kation-kation bervalensi 3 seperti Fe, Mn, Cr dan lain-lain yang menempati posisi oktahedral dalam struktur kristalnya, serta terdistribusi pada lattice *fcc* yang terbentuk oleh ion O^{2-} (Iftimie *et al.*, 2006). Struktur kristal spinel ferite dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Struktur kristal spinel ferite.

Kation-kation yang terdistribusi dalam struktur spinel terdapat dalam tiga bentuk yaitu normal, terbalik (*inverse*) dan diantara normal dan terbalik. Pada posisi normal ion-ion logam bervalensi 2 terletak pada posisi tetrahedral (posisi A) atau dapat dituliskan $(M^{2+})_A[M_2^{3+}]_BO_4$, pada posisi terbalik (*inverse*) ion-ion logam bervalensi 2 terletak pada posisi oktahedral (posisi B) atau dapat dituliskan $(M^{3+})_A[M^{2+}M^{3+}]_BO_4$ dan posisi di antara normal dan terbalik, setengah dari ion-ion logam bervalensi 2 dan 3 menempati posisi tetrahedral dan oktahedral atau dapat dituliskan $(M^{2+}M^{3+})_A[M_{1-x}^{2+}M_{2-3x}^{3+}]_BO_4$ (Manova *et al.*, 2005).

Nikel ferite (NiFe_2O_4) merupakan salah satu material spinel ferite yang sangat penting. Nikel ferite ini memiliki struktur spinel terbalik (*inverse*) dimana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral (posisi A) dan sisanya menempati posisi pada oktahedral (posisi B) hal ini dapat dituliskan dengan rumus $(\text{Fe}^{3+}_{1,0}) [\text{Ni}^{2+}_{1,0}\text{Fe}^{3+}_{1,0}]\text{O}^{2-}_4$ (Kasapoglu *et al.*,2007; Maensiri *et al.*,2007). NiFe_2O_4 telah banyak digunakan sebagai katalis untuk benzoilasi toluen dengan benzil klorida dan kemampuan sebagai sensor gas klorin pada konsentrasi rendah (Ramankutty and Sugunan, 2001; Reddy *et al.*, 1999; Iftimie *et al.*, 2006) untuk reaksi hidrogenasi ($\text{CO}_2 + \text{H}_2$) menjadi senyawa alkohol (Situmeang *et al.*, 2010).

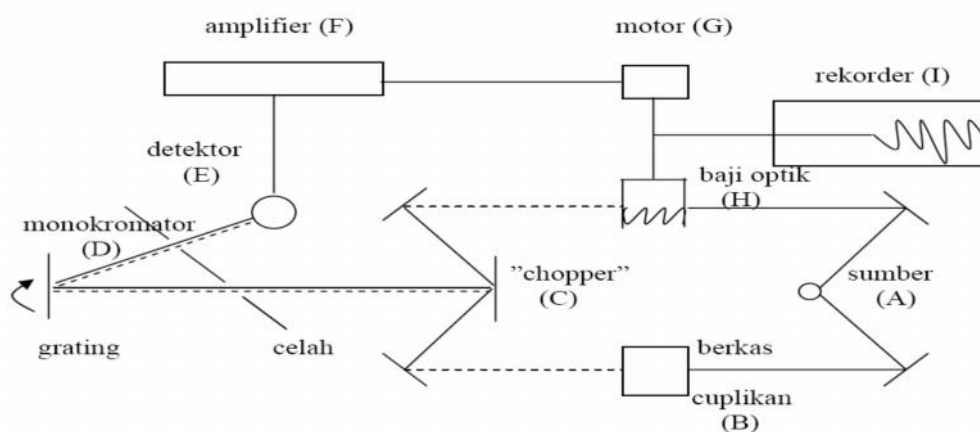
H. Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis meliputi sifat fisik dan sifat kimia. Karakterisasi fisik antara lain adalah keasaman katalis, luas permukaan, volum pori, diameter pori, kekerasan dan distribusi logam. Tujuan karakterisasi adalah untuk mengontrol kualitas katalis setelah preparasi.

1. Analisis Keasaman katalis

Analisis keasaman katalis dilakukan untuk mengetahui jumlah dan jenis situs asam. Jumlah situs asam ditentukan melalui metode gravimetri melalui adsorpsi basa dalam fasa gas pada permukaan katalis (ASTM, 2005). Jenis situs asam yang terikat pada katalis dapat ditentukan dengan menggunakan FTIR dari katalis yang telah mengadsorpsi suatu basa (Seddigi, 2003).

Spektroskopi inframerah adalah metode analisis yang didasarkan pada absorpsi radiasi inframerah oleh sampel yang akan menghasilkan perubahan keadaan vibrasi dan rotasi dari molekul sampel. Berdasarkan Gambar 10 prinsip kerja FTIR adalah sebagai berikut:



Gambar 10. Konsep kerja spektrofotometer infra merah.

sinar dari sumber (A) dibagi menjadi dua berkas, yakni satu berkas (B) melalui cuplikan (berkas cuplikan) dan satu berkas lainnya (H) sebagai baku. Kedua berkas itu dipantulkan oleh *chopper* (C) yang berupa cermin berputar (~ 10 x per detik). Hal ini menyebabkan berkas cuplikan dan berkas baku dipantulkan secara bergantian ke kisi difraksi (D). Kisi difraksi berputar lambat, dan setiap frekuensi dikirim ke detektor (E) yang mengubah energi panas menjadi energi listrik.

Jika pada suatu frekuensi cuplikan menyerap sinar, detektor akan menerima intensitas berkas baku yang besar dan berkas cuplikan yang lemah secara bergantian. Hal ini menimbulkan arus bolak-balik dalam detektor lalu akan diperkuat oleh *amplifier*. Arus bolak-balik yang terjadi

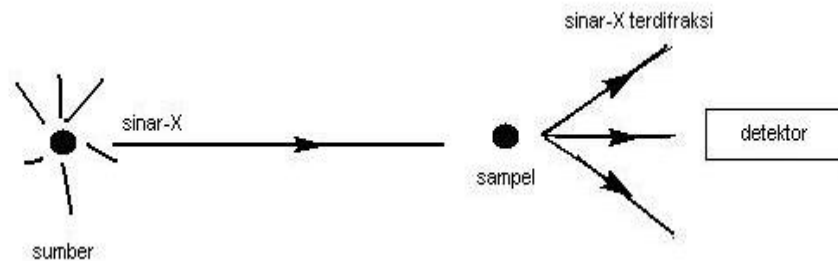
digunakan untuk menjalankan suatu motor (G) yang dihubungkan dengan suatu alat penghalang berkas sinar yang disebut baji optik (H). Gerakan baji dihubungkan pena alat rekorder (I) sehingga gerakan baji ini merupakan pita serapan pada spektra (Sudjadi, 1983).

Berdasarkan puncak-puncak serapan yang dihasilkan maka jenis situs asam dapat diketahui. Pada penggunaan piridin sebagai basa teradsorpsi, situs asam Brønsted-Lowry akan ditandai dengan puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1485–1500, ~1620, dan ~1640 cm^{-1} . Sedangkan untuk situs asam Lewis ditandai dengan puncak-puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1447–1460, 1488–1503, ~1580, dan 1600–1633 cm^{-1} (Tanabe, 1981).

2. Analisis Struktur Kristal Katalis

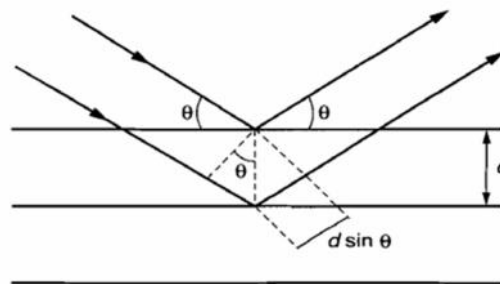
Karakterisasi struktur dan fasa partikel dapat ditentukan dengan alat XRD. Metode XRD didasarkan pada fakta bahwa pola difraksi sinar-X untuk masing-masing material kristalin adalah karakteristik. Dengan demikian, bila pencocokan yang tepat dapat dilakukan antara pola difraksi sinar-X dari sampel yang tidak diketahui dengan sampel yang telah diketahui, maka identitas dari sampel yang tidak diketahui itu dapat diketahui (Skoog dan Leary, 1992). Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan dan sebagian lagi dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan analog dengan pola difraksi cahaya pada permukaan air yang

menghasilkan sekelompok pembiasan. Skema alat XRD ditunjukkan pada Gambar 11.



Gambar 11. Skema alat XRD.

Proses terjadinya pembentukan puncak-puncak difraksi pada XRD ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Proses pembentukan puncak XRD

Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg (Bragg *et al.*, 1913):

$$2d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \quad (2.1)$$

dimana: d adalah jarak antara dua bidang kisi (nm), θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal dan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm).

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang sama terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu puncak bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Bayliss, 1976).

Selanjutnya, suatu kristal mineral dapat ditentukan strukturnya secara kualitatif dengan cara membandingkan pola difraksi yang dihasilkan dengan pola difraksi mineral acuan atau baku. Dari hasil difraksi dapat diperoleh nilai *full width at half maximum* (FWHM), selanjutnya FWHM dapat dimasukkan ke persamaan *Scherrer*, untuk memperoleh ukuran partikel (Cullity, 1978). Adapun persamaan *Scherrer* dapat dituliskan sebagai berikut:

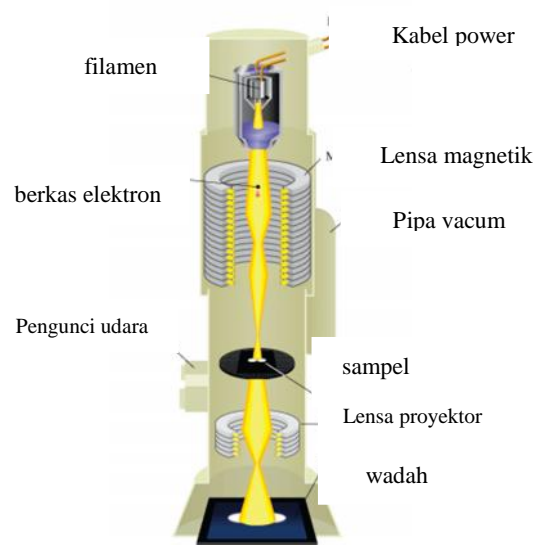
$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \dots\dots\dots (2.2)$$

Dimana: D adalah ukuran Kristal, $k = 0,94$, $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$, $\beta = \text{FWHM}$
(radian) serta $\theta = \text{Sudut Bragg } (^{\circ})$

3. Analisis Morfologi Permukaan Katalis

Untuk mengamati bentuk, struktur, serta distribusi pori padatan digunakan alat TEM. Prinsip kerja TEM sama seperti proyektor *slide* dimana elektron ditransmisikan ke dalam obyek pengamatan dan hasilnya diamati melalui layar. Mekanisme kerja dari TEM yaitu pistol elektron berupa lampu tungsten dihubungkan dengan sumber tegangan tinggi (100–300 kV) ditransmisikan pada sampel yang tipis, pistol akan memancarkan elektron secara termionik maupun emisi medan magnet ke sistem vakum. Interaksi antara elektron dengan medan magnet menyebabkan elektron bergerak sesuai aturan tangan kanan, sehingga memungkinkan elektromagnet untuk memanipulasi berkas elektron.

Penggunaan medan magnet akan membentuk sebuah lensa magnetik dengan kekuatan fokus variabel yang baik. Selain itu, medan elektrostatik dapat menyebabkan elektron didefleksikan melalui sudut yang konstan. Dua pasang defleksi yang berlawanan arah dengan *intermediate gap* akan membentuk arah elektron yang menuju lensa yang selanjutnya dapat diamati melalui layar pospor (Jie *et al.*, 2003). Skema kerja dari TEM ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13. Skema kerja dari TEM. (sumber: *hk-phy.org*)

4. Analisis Ukuran Partikel

Untuk menganalisis ukuran partikel digunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) menggunakan *Laser Diffraction* (LAS). Metode ini dinilai lebih akurat bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan (*sieve analyses*), terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer maupun submikron. PSA dengan metode LAS bisa dibagi dalam dua metode:

- a. Metode basah: metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.
- b. Metode kering: metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke sensing zone. Metode

ini baik digunakan untuk ukuran kasar, dimana hubungan antarpartikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil.

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submikron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Rawle, 2010).

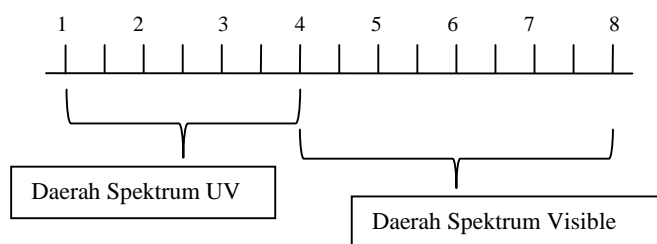
Keunggulan penggunaan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel:

- a. Lebih akurat, pengukuran partikel dengan menggunakan PSA lebih akurat jika dibandingkan dengan pengukuran partikel dengan alat lain seperti XRD ataupun SEM. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*.
- b. Hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.
- c. Rentang pengukuran dari 0,6 nanometer hingga 7 mikron

I. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer sinar tampak dan ultraviolet (UV-Vis) merupakan suatu alat yang melibatkan spektra energi dan spektrofotometri. Panjang gelombang cahaya UV-Vis bergantung pada mudahnya promosi elektron. Senyawa yang menyerap cahaya pada daerah tampak (yaitu senyawa yang berwarna) mempunyai elektron yang lebih mudah dipromosikan daripada senyawa yang menyerap pada panjang gelombang UV yang lebih pendek.

Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm yang diperlihatkan pada Gambar 14. Pengukuran menggunakan spektrofotometer melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan sampel bisa ditentukan dengan mengukur absorbansi sinar oleh sampel pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Rohman, 2007).



Gambar 14. Daerah spektrum UV dan Visible (tampak)

Hukum Lambert-Beer menyatakan hubungan linieritas antara absorbansi dengan konsentrasi larutan analit dan berbanding terbalik dengan transmittan. Dalam hukum Lambert-Beer terdapat beberapa batasan, yaitu:

- a. Sinar yang digunakan dianggap monokromatis.
- b. Penyerapan terjadi dalam suatu volume yang mempunyai penampang yang sama.
- c. Senyawa yang menyerap dalam larutan tersebut tidak tergantung terhadap yang lain dalam larutan tersebut.
- d. Tidak terjadi fluoresensi atau fosforisensi.
- e. Indeks bias tidak tergantung pada konsentrasi larutan.

Hukum Lambert-Beer dinyatakan dalam rumus sebagai berikut:

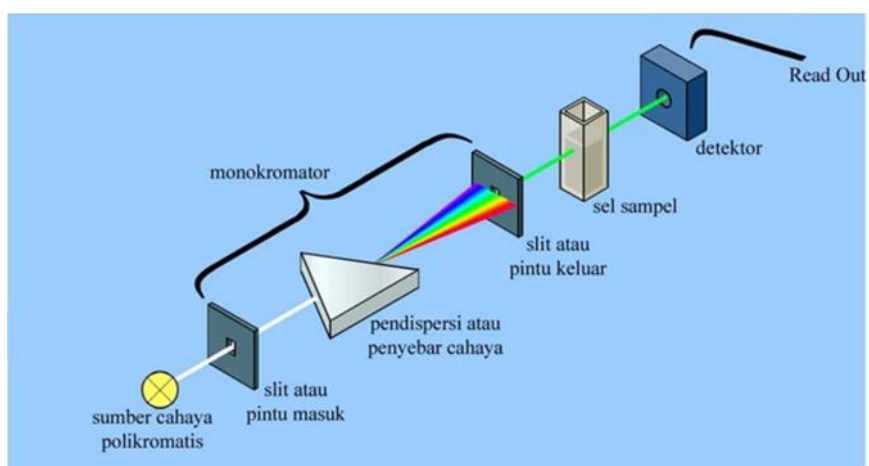
$$A = E \cdot b \cdot c \dots\dots\dots (2.4)$$

dimana: A = absorbansi, E= absorptivitas molar, b = tebal kuvet (cm) dan

c = konsentrasi.

Adapun prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis yaitu cahaya lampu yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa deuterium menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan

menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif dengan membandingkan absorbansi sampel dan kurva standar. Skema kerja dari spektrofotometer UV-Vis ditunjukkan dalam Gambar 15.



Gambar 15. Skema kerja spektrofotometer UV-Vis.

III. METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik / Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung pada bulan Januari sampai Juni 2016. Analisis ukuran partikel dilakukan di laboratorium Polimer biomass FMIPA Unila, dan struktur kristal dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) Batan Serpong, analisis morfologi permukaan dilakukan di Laboratorium TEM Jurusan Kimia FMIPA UGM, analisis keasaman dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik / Fisik dan Laboratorium Biomassa Universitas Lampung. Uji aktivitas katalis dan analisis hasil uji aktivitas dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik / Fisik Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang akan digunakan pada penelitian ini adalah UV-Vis, XRD, TEM, FTIR, *freeze drying*, *furnace*, oven, lampu UV, desikator, *hot plate*, *magnetic stirrer*, neraca analitik, dan peralatan gelas laboratorium.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, feri nitrat $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), nikel nitrat $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%),

Amonium metavanadat NH_4VO_3 (Merck, 99%), Pektin, Amonia, Remazol golden yellow, Piridin dan akuades.

C. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Nanokatalis

a. Proses gelisasi prekursor dengan pektin

Pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (variabel $x = 0.1 - 0.5$) dilakukan dengan cara melarutkan 8 g pektin dalam 400 ml aquades. Larutan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian larutan pektin diberi amoniak hingga pH menjadi 11 dan larutan dibagi menjadi 3 bagian yaitu pada tabung pertama terdiri dari 120 mL aquades dan 2,351 g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, tabung ke dua terdiri dari 400 mL aquades dan 6,8994 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan tabung ketiga terdiri dari 80 mL aquades dan 0,0999 g NH_4VO_3 (untuk $x = 0,1$). Kemudian masing-masing campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2 jam pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Setelah itu, masing-masing campuran larutan dicampur menjadi satu dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2 jam pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian, campuran dipanaskan menggunakan hot plate pada suhu 80°C sampai terbentuk padatan prekursor $\text{Ni}_{0,9}\text{Fe}_2\text{V}_{0,1}\text{O}_3$.

b. Freezer-dry

Freezer-dry digunakan untuk menghilangkan uap air dalam rongga bahan nanokatalis tanpa merusak jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut. Keseimbangan antara panas yang diadsorpsi oleh sampel untuk menguapkan air dan memindahkan panas dari kondensor untuk mengubah uap air menjadi es adalah inti dari proses *freezer-dry*.

c. Kalsinasi pada temperatur 600 °C dan 800 °C

Mula-mula katalis dipanaskan sampai temperatur 120 °C dengan laju kenaikan temperatur 2°C/menit, ditahan selama 3 jam. Kemudian temperatur dinaikkan sampai 350°C dengan laju kenaikan temperatur 2°C /menit, ditahan selama 2 jam. Dan terakhir temperatur dinaikkan sampai 600°C, ditahan selama 3 jam. Setelah 3 jam, temperatur dibiarkan kembali ke temperatur ruang. Untuk kalsinasi pada temperatur 800°C, prosedur kerja sama dengan kalsinasi pada temperatur 600°C, yang berbeda hanya pada suhu akhir, yaitu dinaikkan sampai 800°C.

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (XRD). Prosedur analisis ini disesuaikan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Maiti *et al.*, (1973). Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuK (1,5425 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200

mA. Rentang difraksi yang diukur (2θ) dalam rentang $10 - 80^\circ$, dengan ukuran langkah $0,02^\circ/\text{menit}$. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program PCPDF-win 1997 (Drbohlavova *et al.*, 2009).

b. Analisis Kuantitatif Kristal

Analisis kuantitatif kristal dilakukan dengan metode penghalusan data XRD menggunakan software Rietveld. Salah satu software penghalusan data XRD yaitu program bernama *retica*. Menjalankan program *rietveld* bernama *retica* dilakukan langkah-langkah berikut:

1. Menyiapkan tiga buah file dengan baik yakni: file data (hasil data XRD), file input (program dibuat sendiri) berisi panjang gelombang yang digunakan XRD, pengambilan sudut difraksi 2θ dan File output.
2. Menjalankan software *retica* untuk menghitung data kalkulasi.
3. Mendapatkan hasil olahan data dari *retica* dengan analisis jika 4 maka file input yang dibuat dikatakan cukup berhasil.

c. Analisis Keasaman Katalis

Penentuan jumlah situs asam nanomaterial dilakukan dengan metode gravimetri (ASTM, 2005). Sebanyak 0,25 gram katalis dimasukkan ke dalam wadah diletakkan ke dalam desikator bersama basa piridin, ditutup dan dibiarkan selama 24 jam. Setelah 24 jam katalis yang telah mengadsorpsi basa piridin dikeluarkan dan dibiarkan di tempat terbuka

selama 2 jam. Selanjutnya sampel ditimbang dan jumlah situs asam dari nanokatalis ditentukan menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Keasaman (mmol/gram)} = \frac{(w_3 - w_2)}{(w_2 - w_1)BM} \times 1000$$

Dimana, w_1 = Berat wadah kosong

w_2 = Berat wadah + cuplikan

w_3 = Berat wadah + cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Bobot molekul piridin

Penentuan jenis situs asam katalis, dilakukan secara kualitatif menggunakan spektroskopi inframerah. Sampel katalis yang dianalisis dicampur dengan KBr kemudian dimasukkan ke dalam wadah sampel, lalu dilakukan pengukuran. Kemudian dilakukan analisis dari spektra yang didapat pada daerah bilangan gelombang $1200 - 2100 \text{ cm}^{-1}$ (Rodiansono dkk., 2007).

d. Analisis Morfologi Permukaan Katalis

Analisis morfologi permukaan nanomaterial dilakukan menggunakan TEM. sampel katalis ($\pm 5 \text{ mg}$) yang akan dianalisis ditempatkan pada wadah sampel dengan dengan ukuran 3 mm dan ketebalan 300 μm . Sampel ditetaskan methanol untuk mencegah aglomerasi. Kemudian sampel tersebut ditembakkan dengan ion argon sampai berlubang. Pada bagian yang tipis ini ditembakkan berkas elektron sehingga menembus sampel kemudian hasil dari tembusan elektron tersebut yang ditangkap detektor yang diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

e. Analisis Ukuran Partikel

Analisis ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan *particle size analyzer* (PSA) yang bekerja berdasarkan prinsip *Laser Diffraction*. Pengukuran partikel Nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (variabel $x = 0.1 - 0.5$) dengan menggunakan metode kering metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Pengukuran sampel dilakukan beberapa kali, hingga diperoleh dua data yang memiliki selisih kurang dari $0,0120 \mu\text{m}$. Dari kedua data tersebut kemudian diolah secara bertahap dalam menentukan hasil terbaik.

3. Uji Aktivitas Fotokatalitik

a. Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebanyak 0,1 g dan *remazol golden yellow* 10 ppm.

b. Reaksi Fotokatalitik

Uji aktifitas fotokatalitik pada nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan terhadap senyawa *remazol golden yellow* dengan mencampurkan sebanyak 0,1 g nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ke dalam 30 mL *remazol golden yellow* dengan konsentrasi 10 ppm ke dalam gelas kimia, kemudian dihomogenkan. Setelah itu campuran disinari oleh lampu UV dengan jarak 30 cm selama 10 menit kemudian dipipet sebanyak 20 mL. Dilakukan hal yang sama dengan berbagai variasi waktu yaitu 20;

30; 40 dan 50 menit. Setelah itu di uji dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat laju absorbansi dari *remazol golden yellow*.

Kemudian pada reaksi fotokatalitik untuk cahaya tampak, sebanyak 0,1 g nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dimasukkan kedalam 30 mL *remazol golden yellow* 10 ppm dalam gelas kimia. Kemudian dihomogenkan, setelah itu campuran tersebut diletakkan dibawah sinar matahari selama 10 menit pada rentang waktu pukul 11.00 WIB – 13.00 WIB, selanjutnya dipipet sebanyak 20 mL. Dilakukan hal yang sama dengan berbagai variasi waktu yaitu 20; 30; 40 dan 50 menit dan di uji dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat laju absorbansi dari *remazol golden yellow*.

4. Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis

a. Kalibrasi Alat Spektrofotometer UV-Vis

Alat spektrofotometer dinyalakan selama ± 15 menit untuk menstabilkan sumber cahaya dan fotodetektor. Lalu siapkan larutan blangko (aquades), masukkan ke dalam kuvet yang telah dibersihkan sebelumnya dengan menggunakan tisu. Pilih menu aplikasi *wavelength scan*. Kemudian kalibrasi dengan menggunakan larutan blangko (minimal 2 kali dengan menekan tombol *autozero*). Atur nilai absorbansi = 0 dan nilai transmitansi = 100 % (artinya larutan tidak mengabsorpsi cahaya yang diberikan).

b. Pembuatan Larutan Standar

Membuat larutan standar *Remazol golden yellow* dengan konsentrasi 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 dan 14 ppm.

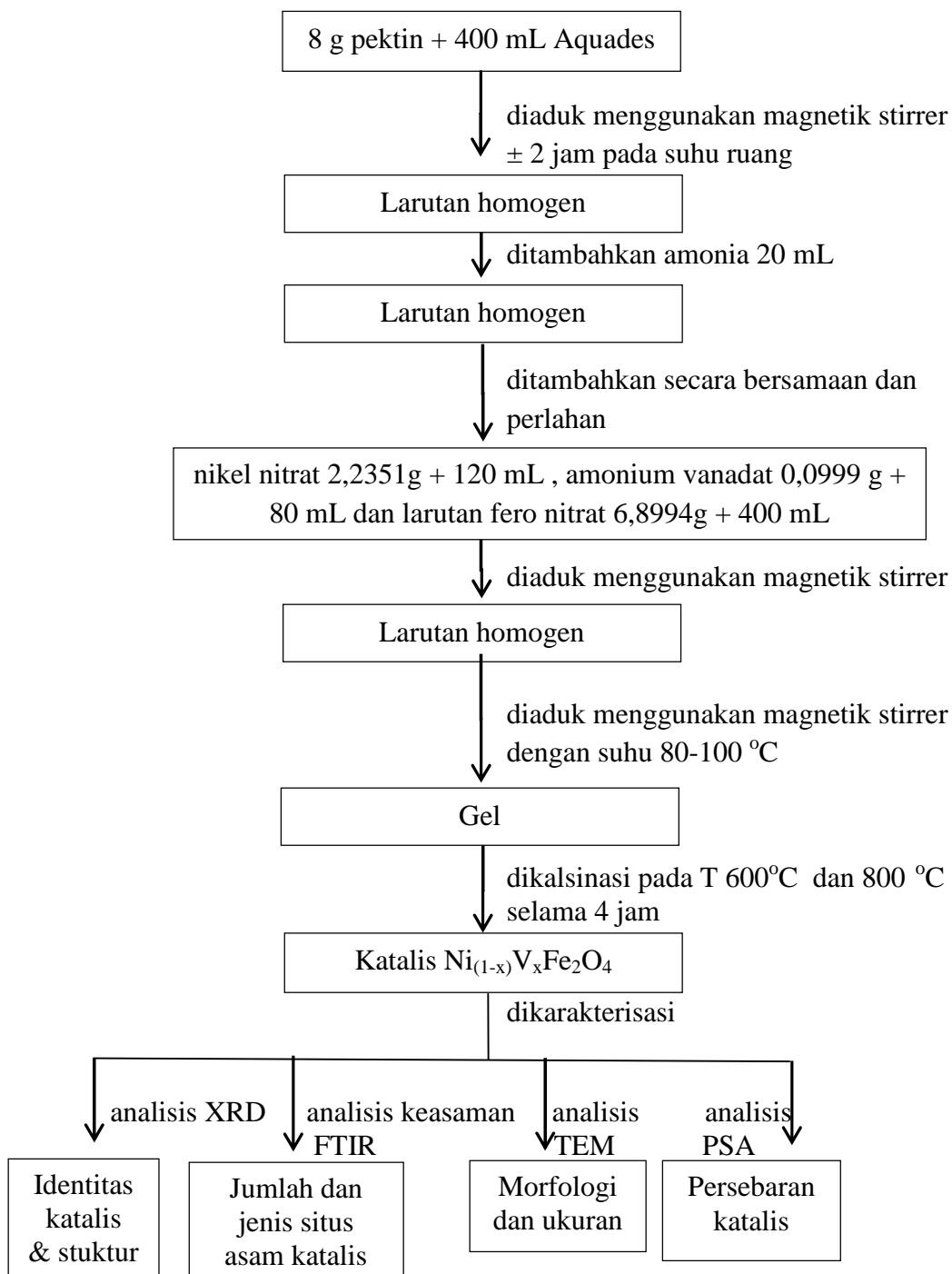
c. Menentukan Panjang Gelombang Maximum (maks) serta Konsentrasi Remazol Golden Yellow RNL Terdegradasi

Pertama di tentukan rentang panjang gelombang yang akan digunakan (untuk sampel yang berwarna, gunakan rentang panjang gelombang 200 – 800 nm). Masukkan masing-masing larutan standar ke dalam kuvet yang kering dan bersih dan di lakukan selisir panjang gelombang maksimum untuk sampel *remazole golden yellow* hingga dihasilkan nilai maks (Panjang gelombang yang menghasilkan absorbansi paling besar atau paling tinggi disebut maks) dan membuat grafik hubungan antara nilai absorbansi sebagai fungsi panjang gelombang. Selanjutnya mengukur absorbansi terdegradasi yang akan ditentukan konsentrasinya, lalu setelah di dapatkan absorbansinya, nilai absorbansinya dimasukkan pada grafik standar yang telah di buat sebelumnya. Sehingga konsentrasi terdegradasi dapat di hitung dengan Hukum Lambert-Beer.

5. Diagram Alir Penelitian**a. Sintesis dan Karakterisasi Katalis**

Pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (variabel $x = 0,1 - 0,5$) diawali dengan menyiapkan bahan-bahannya terlebih dahulu setelah itu disintesis.

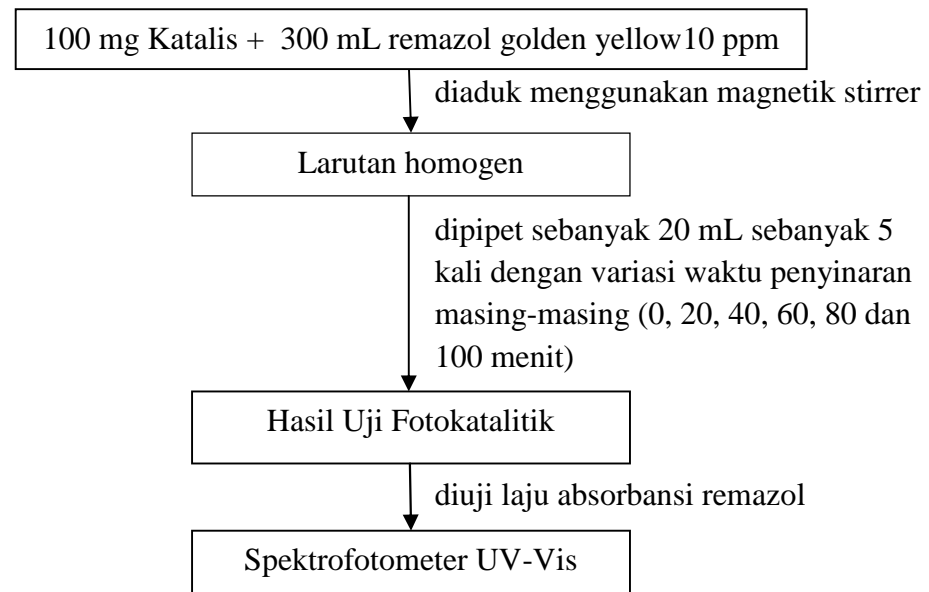
Kemudian dikalsinasi pada suhu 600 dan 800 °C baru setelah itu katalis yang dihasilkan dikarakterisasi seperti yang diperlihatkan pada gambar diagram alir berikut.



Gambar 16. Diagram alir sintesis dan karakterisasi katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$.

b. Aktivitas Fotokatalitik

Setelah nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang dikalsinasi pada 600 dan 800 °C disintesis dan dikarakterisasi, kemudian dilakukan uji fotokatalik dengan cara seperti yang diperlihatkan pada gambar diagram alir berikut.



Gambar 17. Diagram alir aktivitas fotokatalitik $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$.

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa:

1. Penelitian ini menghasilkan katalis dengan ukuran partikel skala nano dengan menggunakan metode sol gel yang menggunakan pektin sebagai agen pengemulsi dengan ukuran rata-rata partikel yang didapat berdasarkan persamaan Scherrer dengan suhu 600 dan 800°C yaitu sebesar 34,31 nm dan 47,84 nm.
2. Katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu kalsinasi 600°C memiliki jumlah situs asam yang lebih besar dibandingkan katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu kalsinasi 800°C.
3. Hasil analisis dari FTIR kedua katalis memperlihatkan pita serapan yang menunjukkan situs asam Lewis lebih dominan dibandingkan situs asam Brønsted-Lowry.
4. Hasil analisis difraksi XRD menunjukkan terbentuknya struktur katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan fasa kristalin NiFe_2O_4 , FeFe_2O_4 , FeV_2O_4 , NiVO_3 , V_3O_4 , NiO dan Fe_2O_3 sebagai produk samping.
5. Hasil analisis TEM menunjukkan bahwa nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ bersuhu kalsinasi 600 dan 800°C memiliki morfologi permukaan yang

seragam dan merata.

6. Ukuran rata-rata partikel katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang dianalisis dengan TEM pada kalsinasi 600°C sebesar 27,02 nm dan pada kalsinasi 800°C sebesar 55,37nm.
7. Hasil analisis PSA menunjukkan persebaran distribusi ukuran partikel katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada kalsinasi 600 dan 800°C sebesar $< 20\%$.
8. Hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis menyatakan bahwa fotodegradasi zat warna *remazol golden yellow* menggunakan katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{V}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ bersuhu kalsinasi 600 dan 800°C lebih baik dilakukan dengan sinar lampu UV dibandingkan dengan sinari matahari, hal ini berdasarkan hasil uji pada sinar matahari dapat terdegradasi paling tinggi hingga 14 dan 20 % dan dengan sinar lampu UV paling tinggi hingga 36 dan 43 %.

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk:

1. Melakukan uji fotodegradasi dengan variasi konsentrasi *remazol golden yellow*.
2. Menambahkan katalis yang digunakan untuk menghasilkan fotodegradasi yang maksimal.
3. Melakukan uji fotodegradasi terhadap senyawa zat warna lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., V. Yudistira, Nirmin dan Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Vol. 1, Pp. 33–36.
- Ali, R., and Siew, O.B. 2006. Photodegradation New Methylene Blue in Aqueous Solution Using Zinc Oxide and Titanium Dioxide as Catalyst. *Journal Teknologi Unyversity of Teknologi Malaysia*. Malaysia, pp. 31-42.
- Asouhidou, D.D., Triantafyllidis, K.S., Lazaridis, N.K., Matis, K.A., Su Kim.S., dan Pinnavaia T,J, 2009, Sorption of Reactive Dyes from Aqueous Solutions by Order Hexagonal and Disordered Mesoporous Carbons, *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 117, Hal. 257-267
- ASTM D4824-03. 2005. *Test Method For Determination of Catalyst Acidity by Ammonia Chemisorption*. Manual Book of ASTM. 1–3.
- Baker, R. A. 1994. *Pectin*. Carbohydrate Polymer. 12. 133 – 138.
- Banat, I.M., P. Nigam, D. Singh, dan R. Marchant. 1996. Microbial Decolorization of Textile-Dye Containing Affluents: a Review. *Bioresource Technology*. Vol. 58, pp. 217-227.
- Bayliss, P. 1976. X-ray Diffraction Powder Data. *American Mineralogist*. Vol. 61, 334-336.
- Bendersky, L. A. and F. W. Gayle. 2001. *Electron Diffraction Using Transmission Electron Microscopy*. National Institute of Standards and Technology. Gaithersburg. MD 20899-8554.
- Cullity, B. D. 1978. *Element of X-ray Diffraction 2nd edition*. Addison-Wesley Publishng Company, Inc. Philippines. Pp 397-398.
- Dhamayanti, Y. Wijaya dan I. Tahir. 2005. Fotodegradasi Zat Warna *Methyl Orange* menggunakan Fe₂O₃-Montmorillonit dan Sinar Ultra Violet. *Proseding Seminar Nasional DIES ke 50 FMIPA UGM*. hal. 1.
- Drbohlavova, J., R. Hrdy, V. Adam, R. Kizek, O. Schneeweiss, and J. Hubalek. 2009. *Preparation and Properties of Various Magnetic Nanoparticles*. *Sensors*, **9**, 2352 – 2362.

- Duguet, E. 2000. Introduction to hybrid organic-inorganic materials. University Bordeaux. Pp 12-15.
- Fessenden, R.J. and Fessenden, J.S. 1982. *Organic Chemistry*. Third Edition. University of Montana California 940 Massachuset. USA. Pp. 436–438.
- Gaidai. N.A., A. L. Lapidus, N. V. Nekrasov., L. A. Tishkova, Y. A. Agafonov and T. N. Myshenkova. 2006. Mechanism of Carbon Dioxide Hydrogenation Over Copper and Nikel Catalysts. *Synthesis Gas Chemistry*. p. 1
- Hartanto, N. S. 1978. *Teknologi Tekstil*. PT. Praduya Paramita. Jakarta.
- Haeuseler and Deiseroth, J. 2003. Preparation, Structure and Vibrational Spectroscopy of Tetraperoxo Complexes of Cr, V, Nb and Ta. Disertation. Universitat Siegen. Siegen. 467-523.
- Hanawalt, J. D. and Rinn, H. W. 1936. Identification of Crystalline Materials, Classification and Use of X-ray Diffraction Patterns, *Ind. Eng. Chem.* (1), 2-7.
- Hoejgaard, S. 2004. Pectin chemistry, functionality and applications. Diakses melalui <http://www.cpkelco.com/Ptalk/ptalk.htm>. Di dalam Hariyati, M. N. 2006. Ekstraksi dan karakterisasi pektin dari limbah proses pengolahan jeruk pontianak (citrus nobilis var microcarpa). Skripsi. IPB. Bogor. 12.
- Hoffman, M. R., S. T. Martin, W. Choi, and D.W Bahnemann, 1995, Enviromental Application of Semiconductor Photocatalysis, *Chemical Reviews*, Vol. 95, No. 1, W, pp.69-96.
- Hong, Y., A. Ren, Y. Jiang, J. He, L. Xiao and W. Shi. 2015. Sol-gel Synthesis of Visible-Light-Driven $Ni_{(1-x)}Cu_{(x)}Fe_2O_4$. Photocatalysts for Degradation of Tetracycline. *Science Direct Ceraics Iternational*. Vol. 41. pp. 1477-1485
- Iftimie, N., E. Rezlescu, P. D. Popa, and N. Rezlescu. 2006. Gas Sensitivity of Nanocrystalline Nickel Ferrite. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*. Vol. 8, pp. 1016 - 1018.
- Indragini. 2011. Degradasi 4,4-Dikloro Bifenil dengan Kombinasi Proses Fotokatalis dan Radiasi Gamma Menggunakan Nanokomposit Karbon Aktif Zeolit Alam TiO_2 . Tesis. UI. Depok.
- Israel, E.W. 1995. Infrared spectroscopy of supported metal oxide catalysts. *Physicochem and Eng Asp*. Pp 143-149.
- Jie, Wei, Li Yubao. 2003. Tissue Engineering Scaffold Material of Nano-apatite Crystals and Polyamide Composite. *European Polymer Journal*, Vol. 40. Pp. 509–515.

- Kamalia, L. 2013. Adsorpsi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Zeolit dari Abu Dasar Batubara. Skripsi. UIN Sunan Kalijaga. Yogyakarta.
- Kasapoglu, N., A. Baykal, M. S. Toprak, Y. Koseoglu, and H. Bayrakdar. 2007. Synthesis and Characterization of NiFe_2O_4 Nano-Octahedrons by EDTA- Assisted Hydrothermal Method. *Turk. J. Chem.* **31**, 659-666.
- Klavons, J.R., Bennet, D. and Vanner, H. H. 1995. Physical/chemical nature pectin associated with commercial orange juice cloud. *Journal Food Science.* 39: 1546–1548.
- Lambert, C.K and R.D, Gonzalez. 1998. The Importance of Measuring the Metal Content of Supported Metal Catalysts Prepare by sol-gel Method. *Applied Catalyst A. Elsevier*, 172, pp. 233-239.
- Lecloux A.J., J.P. Pirard. 1998. Section 4. Catalysts. Surface Function High-Temperature Catalysts Through Sol–Gel Synthesis. *Journal of Non-Crystalline Solids* 225. pp. 146–152.
- Liapis A.I. and R. Bruttini. 1994. A Theory for the Primary and Secondary Drying Stages of the Freeze-drying of Pharmaceutical Crystalline and Amorphous Solutes: Comparison between Experimental Data and Theory. *International Journal of Heat and Mass Transfer.* **48**, 1675 – 1687
- Linsebigler, A.L., G. Lu, J.T Yates. 1995. Photochemicalysis on TiO_2 Surface: Principles, Mechanism, and Selected Result. *Chemical Review.*,95, p.735-758.
- Lou, J. C., H. W. Yang and C. H. Lin. 2009. Preparation copper/manganese catalyst by sol-gel process for catalytic incineration of VOCs. *Aerosol and Air Quality Research.* Vol. 9 : 435–440.
- Maensiri, S., C. Masingboon, B. Bonochoom and S. Seraphin. 2007. A Simple Route to Synthesize Nickel Ferrite (NiFe_2O_4) Nanoparticles Using Egg White. *Journal Scripta Materialia.* Vol. 56 , pp. 797–800.
- Maiti, G. C., M. L. Kundu, S. K. Ghosh, and B. K. Banerjee. 1973. *Crystallite Size Measurements and Phase Transformation of Fe_2O_3 , Cr_2O_3 and $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{Cr}_2\text{O}_3$ System by X-Ray Diffraction Method.* Physical Research Wing. Fertilizer Corporation of India Limited. p. 496 – 505.
- Manova, E., T. Tsoncheva, Cl. Estournes, D. Paneva, K. Tenchev, I. Mitov, L. Petrov. 2005. Nanosized Iron and Iron – Cobalt Spinel Oxides as Catalysts for Methanol Decomposition. *Journal Apcata.* 11, p. 5.
- Metcalf and Eddy, Inc. 1991. Wastewater Engineering; Treatment Disposal, Reuse, 3rd.ed., Mc Graw-Hill Book Co., New York.

- Manurung, P., R. Situmeang, E. Ginting and I. Pardede. 2015. Synthesis and Characterization of Titania-Rice Husk Silica Composites as Photocatalyst. *Indonesia Jurnal Chemistry*. Vol 15(1), pp. 38-40.
- Murthy, Y. L. M., I. V. K. Viswanath., T. K. Rao and R. Singh. 2009. Synthesis and Characterization of Nickel Copper Ferrite. *International Journal of ChemTech Research*. Vol.1, No.4, pp. 1308-1309.
- May, C. D. 1990. *Industrial pectins: sources, production and application*. Carbohydrate polymer. 12: 79–84.
- Nelson, D. B., Smith, C.J.B. and Wiles. 1977. *Commeicially Important Pectic Substance*. Inc. Wesport. Connecticut.
- Nogueira, R.F.P and Jardim, W.F. 1993. Photodegradation of Methylene Blue Using Solar Light and Semiconductor (TiO₂). *Journal of Chemical Education*. 70. P. 861-862.
- Nurdiansyah, A. 2014. Pengaruh Penambahan TiO₂ pada Kitosan Terhadap Degradasi Larutan Zat Warna Remazol Golden Yellow RNL. Skripsi. Undip. Semarang.
- Pinna, F. 1998. Supported metal catalyst preparation. *B.Catal Today*.41, pp 29-137.
- Prambasto. S. B. U. 2013. Sintesis Fotokatalis M/TiO₂ dan Aplikasinya untuk Dekomposisi Air. *Skripsi*. Universitas Negri Semarang. hal. 12–15
- Qodri, A. A. 2011. Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow FG dengan Fotokatalis Komposit TiO₂/SiO₂. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret Surakarta. hal. 7-8.
- Rahman, M.N. 1995. *Ceramics Processing and Sintering*. Departement of Ceramics. M. Dekker. hal 214-219.
- Ramos, J.M., Cruz, M.T.D. M, Costa, A.C, Versiane, O. Soto, C.A.T. 2011. Fourier Transform infrared Spectrum: Vibrational Assignments Using Density Functional Theory and Natural Bond Orbital Analysis of the bis (guanidoacetate) nickel (II) Complex. *Science Asia*. 37: 247-255.
- Rawle, A. (2010). *Basic Principles of Particle Size Analysis – Technical Paper of Malvern Instruments*. Worcesstershire, United Kingdom.
- Richardson, T. James. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York and London. hal. 171.

- Ridley, B.L., O'Neill, M. A. and Mohnen, D. 2001. *Pectins: Structure, Biosynthesis and Oligogalacturonide-Related Signaling*. *Phytochem.* 57: 929– 967.
- Rodiansono, W., Trisunaryanti, dan Triyono. 2007. Pembuatan, Karakterisasi dan Uji Aktifitas Katalis NiMo/Z dan NiMo/Z-Nb₂O₅ pada Reaksi Hidrorengkah Fraksi Sampah Plastik Menjadi Fraksi Bensin. *Berkala MIPA*. Vol. 17, pp. 44 – 54.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Cetakan I. Yogyakarta. Penerbit Pustaka Pelajar. Hal. 255.
- Safni, Loekman, U. Febrianti, F. Maizatisna. dan Sakai, T. 2008. Degradasi Zat Warna Sudan I secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO₂ Anatase. *J.Ris. Kim.* Vol 1, No. 2.
- Seddigi, Z. S. 2003. Acidic Properties of HZSM-5 Using Acetylacetone, TPD Ammonia, and FTIR of Adsorbed Pyridine. *The Arabian Journal for Science and Engineering*, Vol. 27, pp. 149–156.
- Setiawan, D. A. 2015. Preparasi dan Karakterisasi Nanokatalis S/TiO₂ Serta Uji Aktivitasnya untuk Fotodegradasi Metanil Yellow. *Skripsi*. Universitas Lampung. hal. 50
- Sihotang, J. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis dari Titanium Isopropoksida sebagai Fungsi Konsentrasi CaCl₂. *Skripsi*. Universitas Lampung. Hal 54-67.
- Silvester, R., Webster, F., Kiemle, D. 2005. Spectrometric Identification of Organic Compounds 7th Ed. *State University of New York*. Pp. 12-13.
- Situmeang, R dan N. Fansisca. 2011. Study of Co₃O₄/NiFe₂O₄ Catalyst For Glucose Conversion In The Low Temperature. *Jurnal kimia FMIPA Universitas Lampung*. Hal. 4-5
- Situmeang, R., Wibowo, S., Simanjuntak, W and Supryanto, R. 2015. Characteristic of Nanosize Spinel Ni_xFe_{3-x}O₄ Prepared by Sol-gel Method Using Egg White as Emulsifying Agent. *Indones. J. Chem.* Vol.15 (2), 116 - 122
- Skoog, D. A. dan J. J. Leary. 1992. *Principle of Instrument Analysis 4th Ed.* Saunders College Pub.
- Sopyan, I., Winarto, D. A. and Sukartini. 1997. Pembuatan Bahan Keramik Melalui Teknologi Sol Gel. *Bidang Pengembangan Teknologi BPPT*. 137– 143.

- Srivastava, P and R. Malviya. 2011. Sources of Pectin, Extraction and Applications In Pharmaceutical Industry-An Overview. *Indian Journal of Natural Products and Resources*. Vol. 2 (1) : 10-18.
- Sudjadi. 1983. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Ghalia Indonesia. Jakarta.
- Suprihatin, H. 2014. Kandungan Organik Limbah Cair Industri Batik Jetis Sidoharjo dan Alternatif Pengolahannya. *Pusat PenelitianLingkungan Hidup Universitas Riau*. Pp. 130-138.
- Swoboda, A. R. dan G. W. Kunze. 2006. Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Montmorillonite Surface. *Texas Agricultural Experiment Station*. Pp. 277-288.
- Tanabe, K., 1981. Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Science and Technology. John R. Anderson and Michael Boudart. *Springer-Link*. Vol. 2, pp. 231–273.
- Tombs, M. P. and Harding, S. E. 1998. *An Introduction to Polysaccharide Biotechnology*. London, UK: Taylor and Francis. Chapter 2.
- Towle, G. A. and O. Christensen. 1973. Pectin. Di dalam R.L Whistler (ed.). *Industrial Gum*. *Academic Press*. New York.
- Widegren, J. A.; Finke, R. G., and J. Mol. 2003. Preparation of a Multifunctional Core-shell Nanocatalyst and Its Characterization by HRTEM. *Catalysis A Chemistry*. 191, p.187.
- Xia Y., Xiong Y., Lim B., Skrabalak S.E. 2009. Shape-Controlled Synthesis of Metal Nanocrystals: Simple Chemistry Meets Complex Physics. *Angewandte Chemie International Edition*, England. **48** (1): 60-103.
- Yahdiana. 2011. Studi Degradasi Zat Warna Tekstil Congo Red dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Suspensi TiO₂. *Skripsi*. Universitas Indonesia. Hal. 4-8.