

Bidang Unggulan: *Material Science and Engineering*
Kode>Nama Rumpun Ilmu: 112/Kimia

LAPORAN AKHIR
PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI
TAHUN II



Pelapis Keramik dari Bentonit-TiO₂ Berkemampuan Fotokatalis;
Sintesis dan Aplikasinya dalam Pengolah Limbah Organik Cair
dan Pembuatan Ruang Steril

Restu Kartiko Widi, S.Si., M.Si., Ph.D (0701057301)
Arief Budhyantoro, S.Si., M.Si. (0718027302)
Emma Savitri, S.T., MSc. (0730127601)

UNIVERSITAS SURABAYA
November, 2015

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Pelapis Keramik dari Bentonit-TiO₂ Berkemampuan Fotokatalis; Sintesis dan Aplikasinya dalam Pengolah Limbah Organik Cair dan Pembuatan Ruangan Steril

Peneliti/Pelaksana
Nama Lengkap : RESTU KARTIKO WIDI S.Si., M.Si., Ph.D.
Perguruan Tinggi : Universitas Surabaya
NIDN : 0701057301
Jabatan Fungsional : Lektor Kepala
Program Studi : Teknik Kimia
Nomor HP : 081615260956
Alamat surel (e-mail) : us6178@yahoo.com; restu@ubaya.ac.id

Anggota (1)
Nama Lengkap : ARIEF BUDHIYANTORO S.Si., M.Si.
NIDN : 0718027302
Perguruan Tinggi : Universitas Surabaya

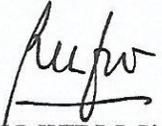
Anggota (2)
Nama Lengkap : EMMA SAVITRI S.T., M.Sc.
NIDN : 0730127601
Perguruan Tinggi : Universitas Surabaya
Institusi Mitra (jika ada) : -
Nama Institusi Mitra : -
Alamat : -
Penanggung Jawab : -
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 2 dari rencana 3 tahun
Biaya Tahun Berjalan : Rp 90.000.000,00
Biaya Keseluruhan : Rp 329.720.000,00

Mengetahui,
Dekan Fakultas Teknik



(Dr. Dra. Amelia, M.T.)
NIP/NIK 193015

Surabaya, 12 - 11 - 2015
Ketua,



(RESTU KARTIKO WIDI S.Si., M.Si., Ph.D.)
NIP/NIK 199024

Menyetujui,
Ketua LPPM



(Dr. Drs. A. J. Tjahjoanggoro, M.Si.)
NIP/NIK 188008

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Pelapis Keramik dari Bentonit-TiO₂ Berkemampuan Fotokatalis; Sintesis dan Aplikasinya dalam Pengolah Limbah Organik Cair dan Pembuatan Ruang Steril

Peneliti/Pelaksana

Nama Lengkap : RESTU KARTIKO WIDI S.Si., M.Si., Ph.D.
Perguruan Tinggi : Universitas Surabaya
NIDN : 0701057301
Jabatan Fungsional : Lektor Kepala
Program Studi : Teknik Kimia
Nomor HP : 081615260956
Alamat surel (e-mail) : us6178@yahoo.com; restu@ubaya.ac.id

Anggota (1)

Nama Lengkap : ARIEF BUDHIYANTORO S.Si., M.Si.
NIDN : 0718027302
Perguruan Tinggi : Universitas Surabaya

Anggota (2)

Nama Lengkap : EMMA SAVITRI S.T., M.Sc.
NIDN : 0730127601
Perguruan Tinggi : Universitas Surabaya

Institusi Mitra (jika ada)

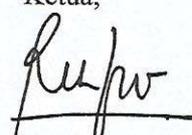
Nama Institusi Mitra : -
Alamat : -
Penanggung Jawab : -
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 2 dari rencana 3 tahun
Biaya Tahun Berjalan : Rp 90.000.000,00
Biaya Keseluruhan : Rp 329.720.000,00

Mengetahui,
Dekan Fakultas Teknik



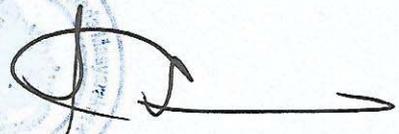
(Dr. Dra. Amelia, M.T.)
NIP/NIK 193015

Surabaya, 12 - 11 - 2015
Ketua,



(RESTU KARTIKO WIDI S.Si., M.Si., Ph.D.)
NIP/NIK 199024

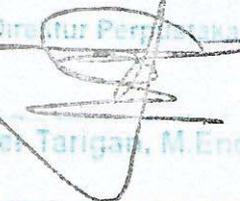
Menyetujui,
Ketua LPPM



(Dr. Drs. A. J. Tjahjoanggoro, M.Si.)
NIP/NIK 188008

Laporan Penelitian ini telah didokumentasikan
di Perpustakaan UBAYA

No RegComp ... (P. TEK - 220)



Agus Tarigan, M.Eng, Ph.D.



DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Daftar Isi	iii
PRAKATA	iv
RINGKASAN	v
BAB I. PENDAHULUAN	1
<i>I.1. Latar Belakang</i>	1
<i>I.2. Tujuan Khusus Penelitian</i>	2
<i>I.3. Keutamaan Penelitian</i>	3
BAB II. STUDI PUSTAKA	4
<i>II.1. Oksida TiO₂</i>	4
<i>II.2. Bentonit alam sebagai padatan pengemban</i>	6
<i>II.3. Reaksi Fotokatalisis</i>	6
<i>II.4. Penelitian yang pernah dilakukan dan keterkaitan dengan Rencana Induk Penelitian</i>	7
BAB III. METODE PENELITIAN	11
Penelitian Tahun II	11
<i>A. Optimalisasi sintesis Nanopartikel Fotokatalis TiO₂ – F₃O₄ Pada Lempung Bentonit</i>	11
<i>B. pelapisan material fotokatalis pada keramik</i>	11
<i>C. Uji aktivitas fotokatalisis</i>	11
<i>A.4. Analisa logam Fe dan Ti yang teremban dalam bentonit</i>	12
BAB IV. Hasil dan Pembahasan	
<i>A.1. Pengaruh rasio Ti Fe</i>	13
<i>A.2. Pengaruh suhu kalsinasi</i>	14
<i>B.1. Pengaruh konsentrasi awal basic blue</i>	17
<i>B.2 Pengaruh preparasi material</i>	20
<i>C. Uji photodegradasi Phenol</i>	21
BAB V. Rencana tahapan selanjutnya	26
DAFTAR PUSTAKA	26

PRAKATA

Penelitian tahun kedua yang berjudul “Pelapis Keramik dari Bentonit-TiO₂ Berkemampuan Fotokatalis; Sintesis dan Aplikasinya dalam Pengolah Limbah Organik Cair dan Pembuatan Ruang Steril”, hingga penulisan laporan akhir ini dapat terlaksana sesuai dengan rencana.

Ucapan terimakasih yang setinggi-tingginya sehubungan dengan penulisan proposal, pelaksanaan penelitian, hingga penyusunan laporan kemajuan penelitian tahun pertama ini kami sampaikan kepada yang terhormat:

1. Direktur Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Departemen Pendidikan dan Kebudayaan.
2. Rektor Universitas Surabaya
3. Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat Universitas Surabaya
4. Dekan Fakultas Teknik Universitas Surabaya
5. Ketua Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Surabaya
6. Semua pihak yang membantu kelancaran penelitian ini.

Meskipun ada beberapa kendala kecil dalam pelaksanaa peneltian ini, kami bersyukur karena dapat mengatasinya dan melaksanakan penelitian sesuai rencana. Kritik dan saran sehubungan dengan penyempurnaan laporan kemajuan penelitian ini dengan senang hati akan dipertimbangkan.

Semoga laporan akhir penelitian ini bermanfaat.

Surabaya, November 2015
Peneliti

**Pelapis Keramik dari Bentonit-TiO₂ Berkemampuan Fotokatalis;
Sintesis dan Aplikasinya dalam Pengolah Limbah Organik Cair dan Pembuatan
Ruangan Steril
Restu Kartiko Widi, S.Si., M.Si., Ph.D (0701057301), Arief Budhyantoro, S.Si., M.Si.
(0718027302), Emma Savitri, S.T., MSc. (0730127601)**

RINGKASAN

Kebutuhan akan pengolahan limbah cair terutama terhadap senyawa organik, dengan metode yang lebih sederhana, cepat, efektif dan tidak menimbulkan efek polusi sekunder pada dekade terakhir ini semakin besar. Hal serupa juga terjadi pada kebutuhan akan ruangan steril terutama pada bidang layanan kesehatan yang semakin meningkat. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian untuk membuat material dan menyusun metode yang dapat menyederhanakan permasalahan tersebut. Penelitian yang diajukan ini direncanakan dibagi menjadi tiga tahap penelitian selama tiga tahun.

Pada tahun ke-I, telah dilakukan sintesis bahan fotokatalis berbasis oksida (TiO₂ dan Fe₃O₄) dengan pengemban bentonit yang diharapkan mampu mendegradasi bahan organik (fenol), zat warna dan bersifat anti bakteri. Material yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, BET dan SEM/TEM dan selanjutnya diuji aktivitas fotokatalisisnya pada reaksi degradasi senyawa organik (*methylen blue* dan *phenol*) dalam sistem *batch*. Pada tahun I ini juga telah dilakukan kajian awal metode pelapisan material pada keramik.

Sedangkan pada tahun II, akan disempurnakan metode pelapisan (*coating*) keramik kasar dengan material fotokatalis hasil sintesis pada tahun ke-I. Metode pelapisan pada permukaan keramik kasar menggunakan metode pelapisan komposit dengan perekat (*binder*). Binder yang digunakan adalah cat dinding. Keramik didesain dan disusun sedemikian rupa sehingga menyerupai bak, yang selanjutnya dilapisi cat dinding. Sebelum cat dinding benar-benar mengering, diatas lapisan cat tersebut ditaburi dengan material fotokatalis dalam jumlah tertentu. Bak tersebut dipergunakan sebagai prototype bak pengolah limbah. Hingga disusunnya laporan ini, degradasi dilakukan terhadap larutan buatan zat warna basic blue dengan sistem batch.

Uji degradasi dilakukan terhadap beberapa variasi konsentrasi zat warna, dan variasi material fotokatalis. Zat warna yang diletakkan dalam prototype bak tersebut dimasukkan ke dalam box dan disinari dengan lampu merkuri 125 W sebagai sumber sinar UV. Pembacaan kadar zat warna menggunakan alat spektroskopi UV-Vis dengan pengambilan sampel setiap 15 menit. Hasil yang diperoleh adalah terjadi proses degradasi zat warna pada tingkat yang berbeda. Selain itu juga telah dilakukan uji aktifitas terhadap photodegradasi phenol.

Rencana selanjutnya untuk penelitian tahun III adalah, uji degradasi senyawa organik menggunakan prototype pengolah limbah dengan system kontinyu, serta uji antibakteri dan pembuatan ruang steril menggunakan material keramik terlapis material fotokatalis.

Luaran penelitian tahun II telah diterbitkan 2 artikel di jurnakl internasional terindeks Scopus dan *draft* naskah paten.

BAB I. PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Saat ini metode yang digunakan untuk menghilangkan senyawa organik dalam suatu limbah baik limbah cair maupun limbah padat adalah menggunakan metode adsorpsi. Metode ini hanya efektif pada waktu tertentu berdasarkan kapasitas adsorpsi adsorben, sehingga harus dilakukan penggantian terhadap adsorben tersebut. Hal ini tentu akan meningkatkan biaya operasional perusahaan. Selain itu juga berpotensi menimbulkan suatu masalah baru yaitu bagaimana membuang polutan yang telah terserap dalam adsorben. Apakah akan menimbulkan permasalahan pencemaran lingkungan yang baru/ pencemaran sekunder? Adanya fenomena ini menunjukkan bahwa penggunaan adsorben sebagai metode pengolahan limbah kurang efisien, sebab saat ini masih sangat jarang penggunaan teknologi regenerasi adsorben yang memanfaatkan polutan terserap menjadi sesuatu yang bermanfaat dan tidak berbahaya bagi lingkungan dan manusia.

Salah satu cara untuk mengatasi permasalahan tersebut adalah dengan mensintesis suatu material yang mampu berperan sebagai adsorben yang memiliki kapasitas adsorpsi tinggi, mudah diregenerasi, dan memberikan nilai tambah berupa kemampuan mendegradasi polutan berbahaya menjadi senyawa yang relatif aman bagi lingkungan. Di antara metode degradasi tersebut adalah menggunakan prinsip fotokatalis yaitu mendegradasi polutan menggunakan material yang memanfaatkan energi radiasi sebagai sumber energi katalisisnya. Penggunaan metode fotokatalis juga berkembang pada pengembangan bahan anti bakteri atau anti virus yang memiliki kemampuan untuk mendeaktivasi pertumbuhan bakteri atau virus.

Saat ini telah dikembangkan bahan-bahan fotokatalis berbasis oksida TiO_2 menggunakan teknik sintesis metode sol-gel dan *coating* pada padatan pengemban. Sebagian besar TiO_2 yang digunakan dalam bentuk oksida tunggal sehingga secara ekonomis material dihasilkan memiliki harga yang mahal. Oleh karena itu perlu dipikirkan sebuah gagasan untuk membuat material fotokatalis yang murah yaitu dengan menggabungkan oksida TiO_2 dan Fe dalam Fe_3O_4 dan diimbangkan pada sebuah padatan pengemban berbasis lempung (*clay*) bentonit alam. Teknik sintesis ini diharapkan dapat mengefisienkan penggunaan logam Ti dan memperluas bidang kontak proses fotokatalisis dengan target, sehingga kemampuan fotokatalisisnya meningkat.

TiO_2 dan Fe_3O_4 merupakan oksida yang memiliki kemampuan sebagai fotokatalis karena kedua oksida tersebut memiliki *band gap* sebesar 3,2 eV yang merupakan daerah

charging dan *conductive* bagi elektron jika dikenai cahaya UV, sehingga apabila elektron teraktivasi oleh cahaya dapat bereaksi dengan oksigen membentuk radikal bebas yang sangat reaktif. Radikal bebas yang terbentuk akan dapat bereaksi dengan senyawa organik dan mengakibatkan reaksi degradasi (peruraian) yang berantai. Faktor lain adalah bahwa keberadaan *magnetite* (Fe_3O_4) sebagai doping oksida dalam material ini juga berfungsi sebagai pengontrol ukuran kristal fasa *anatase* dari TiO_2 yang memiliki kemampuan fotokatalisis lebih besar dibandingkan fasa *rutile* dari TiO_2 . Perubahan fasa ini biasanya disebabkan oleh pengaruh temperatur tinggi pada saat proses pembuatan oksida tersebut.

Penggunaan **bentonit** sebagai padatan pengemban didasarkan pada beberapa alasan, antara lain, dengan adanya bentonit maka luas permukaan interaksi pada katalis akan lebih besar, sehingga penggunaan oksida fotokatalis akan semakin efisien. Selain itu karena bentonit merupakan material berpori dengan ukuran nano maka diharapkan partikel oksida yang terbentuk berukuran nano. Material dengan partikel berukuran nano ini akan memiliki kemampuan fotokatalisis yang lebih tinggi karena energi yang dihasilkan lebih efisien dalam proses eksitasi dan relaksasi elektron. Bentonit juga memiliki sifat adsorpsi yang sangat baik sehingga penggunaan bentonit sebagai padatan pengemban akan memudahkan dan mempercepat proses transfer massa adsorbat sehingga kontak antara oksida logam fotokatalis dengan senyawa organik lebih mudah terjadi dan reaksi akan lebih cepat berlangsung. Pemanfaatan bentonit ini juga didasari oleh beberapa hasil penelitian yang telah dilakukan pengusul sebelumnya seperti tertulis pada bagian II.4.

Untuk memudahkan proses pengolahan limbah, perlu dipikirkan agar material berkemampuan fotokatalis tersebut dapat dilapiskan (*coating*) pada keramik, yang untuk selanjutnya keramik tersebut dijadikan sebagai material (bahan) dasar bangunan pengolah limbah cair maupun ruangan steril bebas bakteri.

1.2. Tujuan Khusus Penelitian

Tujuan khusus penelitian ini adalah (1) dihasilkannya sebuah metode sintesis material berkemampuan fotokatalis berbasis oksida TiO_2 dengan *doping* Fe_3O_4 menggunakan padatan pengemban bentonit alam untuk mengontrol ukuran kristal oksida yang terbentuk dalam ukuran nanopartikel. Keberadaan magnetite (Fe_3O_4) juga akan meningkatkan kemampuan fotokatalis dan efisiensi penggunaan oksida TiO_2 yang mahal harganya. Harapan yang diinginkan adalah material yang dihasilkan lebih ekonomis/ murah daripada hanya menggunakan oksida TiO_2 saja sebagai aktif katalisnya. Selain itu bentonit alam banyak terdapat di Indonesia dan merupakan bahan yang harganya murah jika digunakan

sebagai padatan pengemban. Kombinasi bahan additif yang murah tersebut akan mendorong agar material fotokatalis yang dihasilkan memiliki harga yang relatif murah.

Melalui penelitian ini diharapkan nilai ekonomis bentonit alam menjadi semakin tinggi, sehingga akan berpengaruh terhadap taraf hidup para penambang tradisional yang biasanya melakukan penambangan bentonit alam tersebut.

(2) Dihasilkannya sebuah metode pembuatan keramik dengan pelapisan material bahan fotokatalis hasil sintesis. Proses pelapisan dilakukan agar penggunaan material fotokatalis tersebut lebih efisien. Selain itu perlu dilakukan kajian penggunaan jenis-jenis binder untuk fotokatalis dengan keramik. Hal ini perlu dilakukan karena proses perlekatan material fotokatalis berpengaruh terhadap aktivitas katalis. Keberhasilan membuat keramik berkemampuan fotokatalis akan ditindak lanjuti dengan mengembangkan teknologi pengolahan limbah senyawa organik terlarut, khususnya zat warna dan fenol. Metode pengolahan limbah yang akan dikembangkan adalah sistem kontinu dalam bak-bak pengolahan limbah. Harapannya proses pengolahan limbah yang dilakukan menjadi lebih sederhana dan lebih cepat. Selain itu juga mengembangkan kemampuan material fotokatalis tersebut dalam mendeaktivasi bakteri yang diaplikasikan pada pembuatan ruang steril.

1.3. Keutamaan Penelitian

Pembuatan bahan fotokatalis untuk proses pengolahan limbah senyawa organik terlarut dalam air sangat penting pada tahun-tahun mendatang. Hal ini disebabkan tuntutan untuk penggunaan teknologi yang sederhana dan tidak menimbulkan efek sekunder dari proses pengolahan limbah industri tersebut. Seperti yang terjadi pada instalasi pengolahan limbah yang menggunakan adsorben sebagai komponennya, maka akan muncul masalah sekunder. Masalah sekunder tersebut adalah adanya permasalahan proses regenerasi adsorben yang tentunya tidak sedikit biaya yang dibutuhkan. Selain itu penyediaan ruang steril yang sederhana dan praktis juga sangat penting terhadap pemberian layanan kesehatan atau keperluan lainnya.

Target akhir penelitian ini adalah menciptakan teknologi pembuatan keramik berkemampuan fotokatalis dan mendesain teknologi pengolahan limbah organik cair menggunakan proses fotokatalisis dengan sistem kontinu/ *flow*. Dalam hal ini senyawa organik polutan akan dipecah menjadi senyawa-senyawa yang lebih kecil dan tidak berbahaya. Dengan metode ini proses pengolahan limbah akan menjadi lebih sederhana dan tidak menimbulkan efek sekunder terhadap pencemaran lingkungan. Fotokatalis akan

dapat digunakan dalam jangka waktu yang sangat lama dan tidak cepat untuk diganti. Rencana pemanfaatan keramik berkemampuan fotokatalis ini dilakukan dalam instalasi pengolahan limbah cair industri adalah dengan memasang batako berbentuk batang dan balok berlubang/berbentuk flat-flat seri. Sehingga proses pengolahan limbah cair dapat berlangsung dalam sistem kontinyu/ flow. Target lainnya adalah bahwa keramik berkemampuan fotokatalis tersebut digunakan dalam desain teknologi pembuatan ruang steril bebas bakteri.

BAB II. STUDI PUSTAKA

II.1. Oksida TiO₂

Pada penelitian ini akan disintesis material fotokatalis campuran oksida logam TiO₂ dan Fe₃O₄ dengan padatan pengemban bentonit *clay* alam. Ada beberapa syarat fotokatalis ideal yaitu stabil, tidak mahal, tidak beracun dan memiliki fotoaktivitas tinggi. Kriteria utama lainnya adalah degradasi senyawa organik yang memiliki potensial redoks dari gabungan H₂O/•OH terletak dalam band gab konduktor ($\text{OH}^- \rightarrow \bullet\text{OH} + e^-$; $E^0 = -2,8 \text{ eV}$). Beberapa semikonduktor memiliki energi *band gap* tertentu untuk mengkatalisis sebuah reaksi kimia dalam selang yang lebar. Semikonduktor tersebut antara lain TiO₂, WO₃, α -Fe₂O₃, ZnO dan ZnS (Aruna and Patil, 1996; Howe, 1998).

Beberapa penelitian sintesis oksida TiO₂ sebagai fotokatalis dan pemanfaatannya dalam proses degradasi senyawa organik dan bahan anti bakteri telah banyak dilakukan oleh peneliti. Namun demikian TiO₂ yang digunakan kebanyakan masih dalam bentuk oksida tunggal maupun gabungan dengan oksida lainnya. Sedikit sekali penelitian dan pemanfaatan oksida TiO₂ yang diembankan kedalam suatu padatan pendukung dan pemanfaatannya dalam proses fotokatalisis.

Reddy et al (2007), memodifikasi zeolit L dan zeolit A dengan AgCl sebagai fotokatalis. Pada peneltian ini zeolit L atau zeolit A di lekatkan pada permukaan plat emas dengan perekat (*binder*) thiolalkoxysilane, sisi lainnya dilapisi AgCl. Material yang dihasilkan meningkatkan kapabilitas oksidasi air menjadi oksigen.

Menurut Beydoun (2000), pengontrolan fasa kristal TiO₂ sebagai fotokatalis ditekankan pada pembentukan fasa *anatase* daripada fasa *rutile*. Hal ini disebabkan struktur permukaan *anatase* banyak mengandung gugus hidroksil (OH) yang dapat memiliki kemampuan untuk mengikat polutan lebih tinggi daripada *rutile*. Selain itu juga memiliki kemampuan mengadsorpsi oksigen sebagai O²⁻ dan ion O⁻ dan memiliki

kemampuan dalam mengontrol laju rekombinasi *electron-hole* lebih rendah. Namun demikian jika dalam bentuk fasa anatase murni TiO₂ memiliki kemampuan fotokatalis yang tidak terlalu baik dibandingkan jika bercampur dengan fasa rutil.

Ismat Shah, et al (2003), mensintesis TiO₂ nanopartikel menggunakan metode pengendapan uap kimia metal-organic. Selain itu Shah juga melakukan doping ion logam terhadap oksida TiO₂ nanopartikel menggunakan ion logam Pd²⁺, Pt⁴⁺, Nd³⁺ dengan jumlah ion doping ~1 % dan efek fotokatalis diamati terhadap reaksi degradasi senyawa klorophenol dengan sinar UV. Hasil penelitian menunjukkan bahwa oksida TiO₂ terdoping logam transisi tersebut memiliki aktivitas fotokatalis lebih tinggi daripada TiO₂ murni.

Li et al, 2006, mensintesis TiO₂ dengan doping oksida SnO₂ menggunakan metode sol-gel dan suhu kalsinasi divariasikan pada 200-700 °C. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa terjadi perubahan fasa kristal sebagai fungsi suhu kalsinasi dimana pada suhu hingga 300°C fasa kristal dominan adalah anatase. Jika suhu kalsinasi ditingkatkan diatas 300 hingga 700°C terjadi proses perubahan fasa kristal dari anatase menjadi rutil hingga pada suhu 700°C didominasi oleh fasa rutil. Sedangkan hasil uji aktivitas fotokatalis dalam reaksi degradasi senyawa *methyl orange* diperoleh hasil bahwa fotokatalis hasil kalsinasi pada suhu 400°C konversi *methyl orange* yang diberikan dalam reaksi tersebut sebesar ~95 %. Komposisi material ini memberikan dampak fotokatalis yang sangat tinggi dibandingkan dengan fotokatalis TiO₂ murni dan fotokatalis komersial P-25 TiO₂.

Nagaveni et al (2004), mensintesis nanopartikel TiO₂ dengan metode pembakaran sebagai katalis degradasi senyawa organik phenol, *p*-nitrophenol, dan asam salicylat dibawah sinar UV dan cahaya matahari. Laju degradasi phenol dengan fotokatalis hasil sintesis 2 kali lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis komersial dan juga tidak dihasilkannya hidroquinon dan katekol sebagai produk reaksinya.

Benedix et al (2000), mensintesis fotokatalis TiO₂ sebagai bahan *self-cleaning* material. Bahan ini dilapiskan (*coating*) pada keramik dengan metode *spray* dan metode sedimentasi. Kemampuan material untuk membersihkan permukaan keramik dari pengotor terutama yang terlarut oleh air disebabkan oleh adanya sifat fotokatalis yang memunculkan sifat superhidrofobik material tersebut. Pada aplikasinya butiran air/pelarut yang terjatuh dari permukaan material akan mengikat kotoran yang menempel pada permukaan material. Hal ini dikenal sebagai efek Lotus (Barthlott dan Neihuis, 1997).

Jiunn Shieh et al (2006) mensintesis film tipis fotokatalis TiO_x melalui teknik *radio*

frequency sputter yang memiliki kemampuan mendeaktivasi bakteri E. Coli sangat tinggi di bawah sinar UV. Namun demikian lapisan film tersebut tidak cukup efektif dalam membunuh bakteri.

II.2. Bentonit alam sebagai padatan pengembangan

Lempung merupakan polimer silika-alumina yang tersusun atas struktur lapisan-lapisan. Lapisan-lapisan tersebut tersusun atas tetrahedral silikat (SiO_4) pada bagian luar dan octahedral AlO_6 pada bagian dalamnya. Adanya struktur polimer silika-alumina menyebabkan lempung (*clay*) memiliki muatan permukaan negatif sehingga memiliki kemampuan untuk mengikat kation dan molekul air. Selain itu lempung juga mampu mengikat molekul organik melalui proses entrapment dan interaksi van der Waals biasa. Namun demikian adanya struktur lapisan pada lempung mengakibatkan lempung memiliki sifat swelling yaitu kemampuan untuk mengembang dan mengempis berdasarkan ukuran molekul yang masuk kedalam struktur antar lapisannya.

Long dan Yang, 1999; Palinko dkk, 1997, memanfaatkan logam Ti dan Fe sebagai pemilar struktur lapisan dari lempung. Dari hasil penelitian yang dilakukan pilar-pilar tersebut dapat memberikan efek peningkatan jarak antar lapisan lempung. Hal ini menguntungkan karena dengan jarak lapisan yang besar maka molekul organik akan semakin mudah masuk dan berinteraksi dengan oksida TiO_2 sehingga mudah dikatalisis.

II.3. Reaksi Fotokatalisis

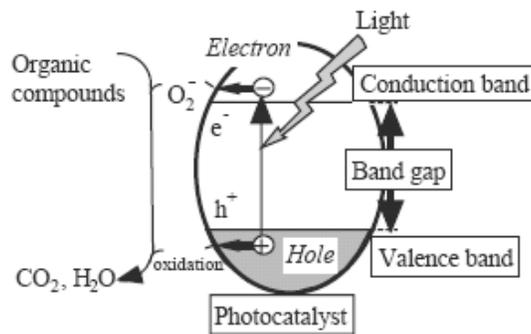
Band gap TiO_2 tipe anatase adalah 3,2 eV, yang ekuivalen pada panjang gelombang 388 nm. Absorpsi cahaya ultraviolet lebih pendek dari panjang gelombang diatas mengakibatkan terjadinya proses reaksi. Fotokatalis TiO_2 tidak membutuhkan cahaya ultraviolet pada level energi sebesar 254 nm dan membahayakan manusia. Energi yang dibutuhkan adalah cahaya ultraviolet dekat dengan panjang gelombang relatif besar yang terdapat dalam sinar matahari dan diemisikan oleh lampu fluorescen.

Tabel 1 : Karakteristik pengukuran Cahaya Ultraviolet di Lingkungan (Three Bond Technical News, 2004)

Lokasi Pengukuran		Intensitas cahaya ultraviolet	Keterangan
Outdoor	Sinar matahari langsung	4 s/d 5 mw/cm^2	Cuaca cerah
		2 s/d 2.5 mw/cm^2	Sedikit mendung
		0.7 s/d 0.8 mw/cm^2	Berawan
Dalam kendaraan	Melalui kaca jendela belakang	150 s/d 350 $\mu\text{w/cm}^2$	Cuaca cerah s/d sedikit mendung
	Melalui kaca jendela samping	90 s/d 300 $\mu\text{w/cm}^2$	
	Melalui kaca jendela depan	0.5 s/d 2.0 $\mu\text{w/cm}^2$	
	Dibelakang kursi (terlindungi)	10 s/d 30 $\mu\text{w/cm}^2$	

	Permukaan lantai	2 s/d 4 $\mu\text{w}/\text{cm}^2$	
Dalam rumah	Dibawah lampu fluoresens	2 s/d 3 $\mu\text{w}/\text{cm}^2$	

Jika fotokatalis TiO_2 menyerap radiasi sinar ultraviolet (UV)* dari cahaya matahari atau disinari dengan sumber lampu fluoresens, maka akan dihasilkan pasangan elektron dan ruang kosong. Elektron pada pita valensi TiO_2 tereksitasi ketika disinari cahaya UV. Kelebihan energi dari eksitasi elektron mempromosikan elektron ke pita konduksi TiO_2 karena menghasilkan pasangan elektron negatif dan lubang positif (h^+). Keadaan ini disebut sebagai keadaan semikonduktor foto-eksitasi. Perbedaan energi antara pita valensi dan pita konduksi diketahui sebagai *band gap*. Panjang gelombang cahaya yang berguna untuk foto-eksitasi adalah 388 nm sebanding dengan energi sebesar 3,2 eV. Pada gambar 1 diberikan diagram proses reaksi fotokatalisis (Beydoun, 2000).



Gambar 1. Mekanisme reaksi fotokatalisis senyawa organik (Beydoun, 2000).

Lubang positif dari TiO_2 memecah molekul air untuk membentuk gas hidrogen dan radikal hidroksi ($\bullet\text{OH}$). Elektron-negatif bereaksi dengan oksigen untuk membentuk super anion oksida. Radikal yang terbentuk akan bereaksi dengan molekul organik sehingga akan terjadi reaksi redoks. Selama proses penyinaran siklus reaksi tersebut akan berlangsung terus-menerus.

Ohwaki et al, 2005, mensintesis TiO_2 terdoping nitrogen yang dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi antara lain *self cleaning material*, deodoran, antibakteri dan dekomposisi VOC. Salah satu aplikasi ini mereka memanfaatkan material fotokatalis hasil sintesis untuk mendegradasi *methylene blue*, yang hasilnya dilaporkan cukup efektif.

II.4. Penelitian yang pernah dilakukan dan keterkaitan dengan Rencana Induk Penelitian

Beberapa penelitian pendahuluan yang telah dikerjakan oleh tim peneliti untuk menunjang penelitian ini baik secara langsung maupun tidak langsung dijelaskan berikut

ini. Penelitian yang menunjang secara tidak langsung adalah, Fosfatasi abu layang batubara sebagai material penukar anion (**Arief**, 1998), Uji Kapasitas Adsorpsi Zeolite Sintetik dari Abu Layang Batubara dibandingkan terhadap Zeolit-Y Sintetik (**Arief** dan Yateman, 2000), Sintesis faujasit dari abu layang batubara dan Uji Adsorpsi Terhadap Logam Nikel dalam Sistem Larutan, (Sutarno dan **Arief**, 2001), selain sebagai adsorben material-material hasil sintesis diatas juga digunakan sebagai katalis dalam proses hidrorengkah fraksi berat minyak bumi.

Penelitian pendahuluan dengan obyek bentonit alam yang menunjang secara tidak langsung antara lain: Pemanfaatan Bentonit Alam dari Brataco Ltd. Sebagai bahan penjernih nira kelapa sebagai bahan pembuat gula rakyat (**Arief** dkk., 2003). Pillarisasi bentonit alam menggunakan logam Al dan Fe dan aplikasinya sebagai katalis (**Arief** dkk, 2004). Modifikasi zeolit Alam menggunakan surfaktan HDTMA dan aplikasinya dalam proses adsorpsi fenol dalam sistem larutan (**Arief** dkk. 2004). Pemanfaatan bentonit terpillar Al dan Fe sebagai adsorben zat warna basic blue dalam sistem batch dan pada proses penjernihan minyak cengkeh curah (2004), Karakterisasi bentonit alam terpillar logam campuran Al-Fe menggunakan metode Diffraksi sinar-X dan metode adsorpsi gas N_2 (BET) (2005). Pillarisasi dan karakterisasi struktur bentonit alam-surfaktan terpillar logam Al, Fe dan campuran logam Al-Fe (2005), dan aplikasinya pada adsorpsi ion kromium dan tembaga (**Arief** dkk, 2007; **Restu** dkk, 2007; Savitri dkk, 2007). Pillarisasi dan Interkalasi Bentonit untuk Reaksi Hidroksilasi Fenol (**Restu** dkk, 2007; **Restu** dkk, 2009) dan untuk Esterifikasi Asam Karboksilat (**Restu** dkk, 2009).

Sedangkan penelitian dengan obyek bentonit alam yang menunjang secara langsung terhadap usulan penelitian ini adalah sintesis nanopartikel $TiO_2 - F_3O_4$ pada lempung bentonit. Pada penelitian ini $TiO_2 - F_3O_4$ diimbangkan pada bentonit, lalu dikalsinasi hingga suhu $500^\circ C$. Aktivitas fotokatalis dilakukan untuk degradasi zat warna hingga konsentrasi 200 ppm. Hasilnya menunjukkan bahwa material tersebut memiliki kemampuan mendegradasi zat warna, namun masih belum optimal, sehingga perlu peningkatan aktivitas (**Arief dan Restu**, 2010). Untuk usulan penelitian ini, peningkatan aktivitas direncanakan dengan membuat variasi konsentrasi $TiO_2 - F_3O_4$ dan peningkatan suhu kalsinasi hingga $1200^\circ C$.

Universitas Surabaya telah memiliki Rencana Induk Penelitian (RIP) 2012-2016. RIP yang dibuat didasarkan pada peta jalan, payung penelitian, ketersediaan sumber daya manusia dan sarana-prasarana penelitian yang mengarah pada terbentuknya keunggulan

penelitian di perguruan tinggi. Peta jalan penelitian Universitas Surabaya dikelompokkan menjadi 3 klaster utama, yaitu *Green Technology*, *Healthy Living (Urban Society)* dan *Business Governance*. Klaster penelitian *green technology* berisikan kumpulan riset terkait upaya untuk menghasilkan produk dan teknologi yang ramah lingkungan dan efisien dengan menggunakan sumber daya yang terbarukan. Pada klaster ini riset diarahkan untuk mendapatkan aplikasi sistematis yang memenuhi kriteria *eco-sustainability* seperti pencegahan polusi, *product stewardship*, dan penggunaan *clean technology* pada desain, produksi, sumber daya, penggunaan dan pembuangan untuk mengurangi emisi, sampah dan memperbaiki efisiensi energi serta menghasilkan suatu *value* dalam *green economy*. Untuk klaster *Green Technology*, terdapat 5 tahapan untuk mencapainya yaitu *green capability survey*, *green operation design (part I)*, *green operation design (part II)*, *green implementation case*, dan *green policy*.

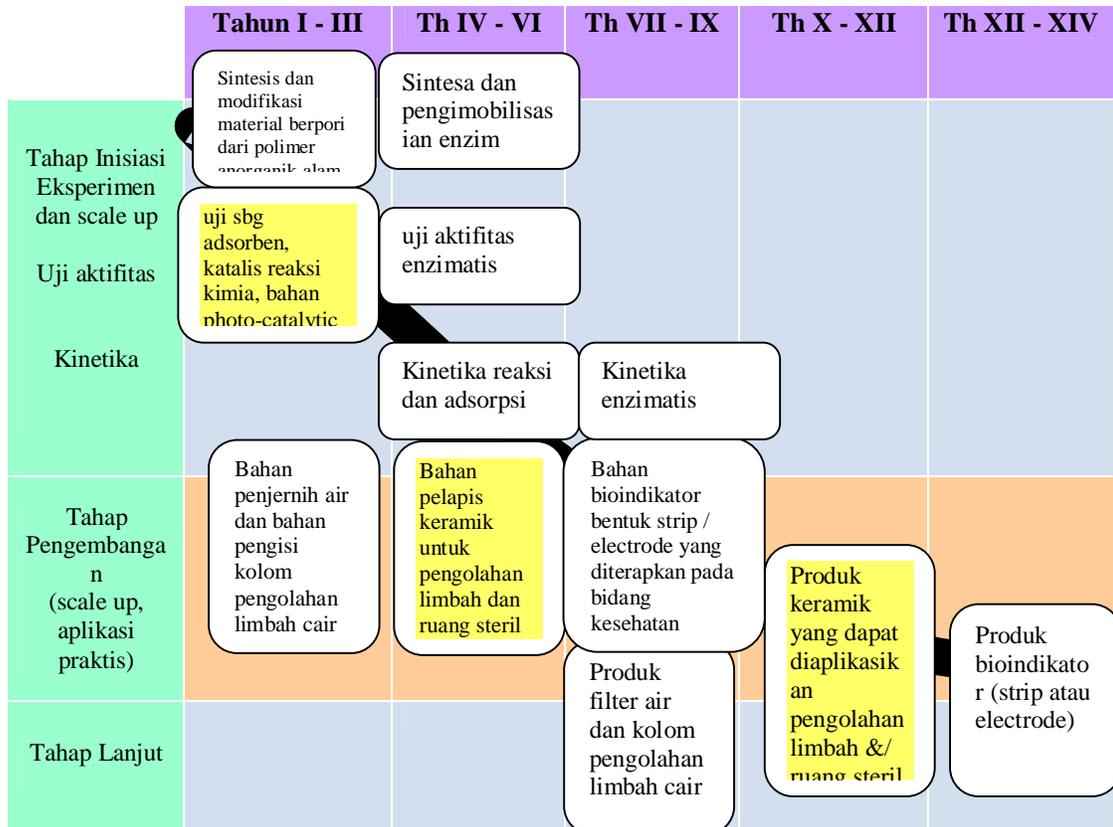
Rancangan penelitian ini sangat sesuai dengan bidang unggulan Universitas Surabaya pada klaster *Green Technology* khususnya pada bidang rekayasa material (perancangan proses produk dari material logam/non logam atau material alternatif dan modifikasi material berbahan polimer alam baik organik maupun anorganik) dan bidang *waste and water treatment* (proses eliminasi polutan dalam limbah dan konservasi air dengan optimalisasi bahan alam). Rancangan penelitian ini mendukung tahap kedua dan ketiga yaitu *green operation design and green technology design*.

Pada peta jalan penelitian unggulan Universitas Surabaya klaster *green technology*, tahap I dan tahap II dirancang berjalan pada tahun 2012-2013, sedangkan tahap II mulai dijalankan pada tahun 2014-2015. Dengan demikian, rancangan penelitian yang diusulkan ini sangat sejalan dengan peta jalan tersebut.

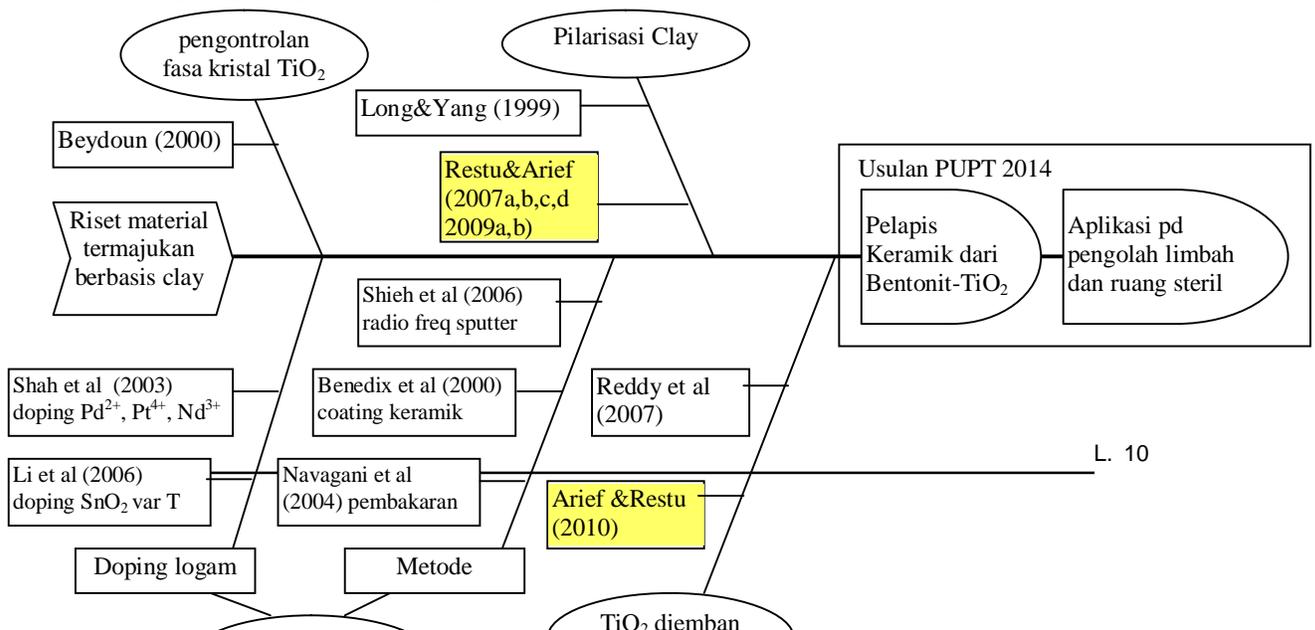
Pada tabel kompetensi yang merupakan jabaran RIP, rancangan usulan penelitian ini juga telah memenuhi jabaran kompetensi tersebut yaitu pada isu strategis "peningkatan nilai tambah dan pemanfaatan bahan alam polimer anorganik" pada topik riset "uji aktifitas material berpori sebagai katalis". Pihak institusi melalui kebijakannya berkomitmen memberikan dukungan baik *in kind* ataupun *in cash*. Dalam bentuk *in cash*, pihak institusi memberikan komitmen lebih kurang sebesar 15% dari total anggaran yang diusulkan.

Terkait dengan hal tersebut di atas penelitian yang diusulkan ini juga telah mengikuti peta jalan penelitian bidang kimia dan sesuai dengan RIP Ubyaya seperti pada gambar 2. Secara garis besar peta jalan yang terkait langsung dengan usulan penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3. Pada gambar tersebut dapat dijelaskan bahwa tujuan khusus

usulan penelitian ini adalah mensintesis material fotokatalis berbasis Ti yang diimbangkan pada bentonit dan pelapisannya pada keramik (tahun I) serta aplikasinya dalam pendegradasi limbah cair organik (tahun II) dan pembuatan ruang steril (tahun III). Gambar tersebut juga menjelaskan secara garis besar beberapa penelitian yang melndasari usulan penelitian baik yang dilakukan oleh pengusul maupun oleh peneliti lain.



Gambar 2. Peta jalan penelitian bidang kimia (blok warna kuning merupakan bagian yang terkait langsung dengan usulan penelitian)



Gambar 3. Peta jalan terkait dengan penelitian yang disulkan (blok warna kuning merupakan penelitian yang telah dilakukan pengusul dan terkait langsung dengan usulan)

BAB III. METODE PENELITIAN

Penelitian Tahun II

Pada penelitian tahun kedua ini adalah tahap pemanfaatan bahan fotokatalis sebagai bahan pelapis pada batako atau keramik dan aplikasinya dalam bak pengolah limbah cair organik. Adapun tahapan penelitian yang dilakukan antara lain :

- Tahap pencetakan dan pelapisan bahan fotokatalis pada batako/ keramik.
- Tahap uji aktivitas katalis batako berlapis bahan fotokatalis sebagai bagian bangunan bak pengolah limbah cair organik.

A. Optimalisasi dan Memperbanyak Sintesis Nanopartikel Fotokatalis $TiO_2 - F_3O_4$ Pada Lempung Bentonit

Hasil sintesis yang menunjukkan karakterisasi dan hasil uji aktivitas terbaik pada tahun I, dilakukan *scale up* pada tahun II. Hasil *scale up* dikarakterisasi untuk meyakinkan bahwa secara molekuler tidak menunjukkan adanya perubahan seperti material tahun I.

B. Pelapisan Fotokatalis pada Keramik

Pembuatan batako dilakukan menggunakan sistem press dengan ukuran prototype keramik adalah : 13 cm x 7,5 cm x 3 cm. Keramik yang digunakan adalah keramik kasar tanpa *glassy* pada permukaannya. Hal ini bertujuan untuk menggantikan permukaan *glassy* dengan pelapisan bahan fotokatalis. Metode pelapisan pada permukaan keramik kasar menggunakan metode pelapisan komposit dengan perekat (*binder*). Binder yang digunakan adalah cat dinding. Keramik didesain dan disusun sedemikian rupa sehingga menyerupai bak, yang selanjutnya dilapisi cat dinding. Sebelum cat dinding benar-benar mengering, diatas lapisan cat tersebut ditaburi dengan material fotokatalis dalam jumlah tertentu (0,25 gram). Bak tersebut dipergunakan sebagai prototype bak pengolah limbah. Hingga disusunya laporan ini, degradasi dilakukan terhadap larutan buatan zat warna basic blue dengan sistem batch.

B.3. Uji aktivitas fotokatalisis keramik

Uji aktivitas fotokatalis keramik yang dihasilkan dilakukan dalam prototype bak pengolah limbah cair. Uji degradasi dilakukan terhadap beberapa variasi konsentrasi zat warna, dan variasi material fotokatalis. Zat warna sebanyak 50 ml yang diletakkan dalam prototype bak tersebut dimasukkan ke dalam box dan disinari dengan lampu merkuri 125 W sebagai sumber sinar UV. Pembacaan kadar zat warna menggunakan alat spektroskopi UV-Vis dengan pengambilan sampel setiap 15 menit. Hasil yang diperoleh adalah terjadi proses degradasi zat warna pada tingkat yang berbeda. Larutan hasil fotokatalisis dianalisa menggunakan metode spektroskopi UV vis dan High Performane Liquid Chromatography (HPLC). Kemudian dihitung % konversinya.

Indikator Capaian Tahunan

Waktu	Diusulkan/dikerjakan	Indikator	Luaran
Tahun II	<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">Scale up Material fotokatalis dan Optimalisasi pelapisan pada</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">Variabel: laju alir limbah, konsentrasi polutan intensitas UV</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">Aplikasi dan Uji Keramik berkemampuan fotokatalis pada pengolah limbah sistem kontinyu</div> </div>	<p>Diperoleh keramik berlapis material fotokatalis, disertai data:</p> <ol style="list-style-type: none"> 2. karakterisasi XRD, SEM/TEM 3. kemampuan fotokatalis (degradasi methylen blue, fenol) <p>Diperoleh teknologi pengolahan limbah (<i>artificial</i>)</p>	<p>Proses pelapisan material fotokatalis pada keramik</p> <p>Teknologi pengolahan limbah menggunakan keramik berkemampuan fotokatalis</p> <p>Artikel ilmiah</p> <p>Draft paten/paten (optional)</p>

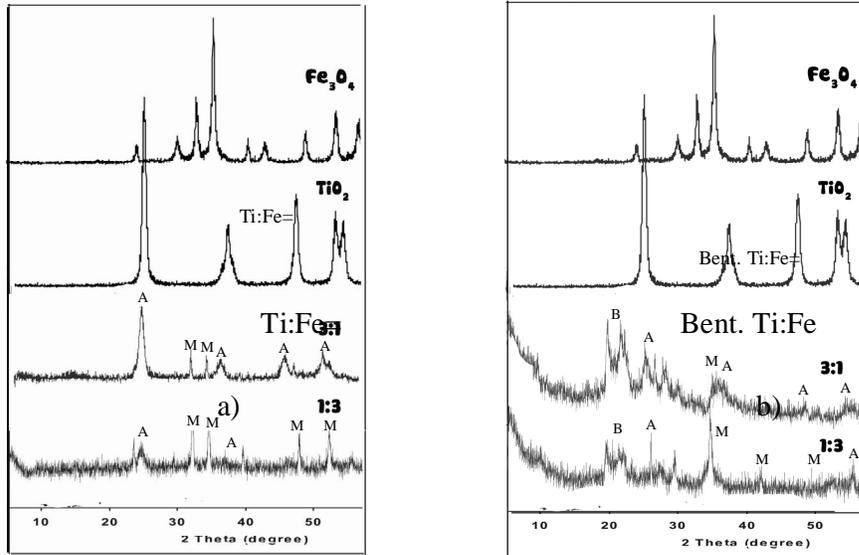
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Optimalisasi dan Memperbanyak Sintesis Nanopartikel Fotokatalis $TiO_2 - Fe_3O_4$ Pada Lempung Bentonit

Hasil sintesis yang menunjukkan karakterisasi dan hasil uji aktivitas terbaik pada tahun I, dilakukan *scale up* pada tahun II.

A.1. Pengaruh Rasio Ti dan Fe

Pada data penelitian ini didapatkan pengaruh rasio Ti dan Fe terhadap material fotokatalis. Material yang disintesis adalah TiO_2 dan Fe_3O_4 tanpa bentonit dan TiO_2 dan Fe_3O_4 dalam bentonit. Hasil sintesis dikarakteristik menggunakan difraksi sinar-x (XRD) yang ditunjukkan pada gambar 4.



**Gambar 4 a) Pola Difraksi Sinar-X Katalis Ti dan Fe
b) Pola Difraksi Sinar-X Katalis Ti, Fe dalam Bentonit**

keterangan gambar: A = TiO₂ fasa anatase
B = Bentonit
M = Magnetite (Fe₃O₄)

Pada gambar 4 dapat dilihat pola difraksi di atas perbandingan konsentrasi titanium dioxide (TiO₂) dan mineral magnetite (Fe₃O₄) tanpa bentonit berhasil disintesis dengan munculnya puncak utama difraksi magnetite pada konsentrasi Ti:Fe = 1:3 dengan sudut puncak 2θ = 33,2 derajat. Hal tersebut terjadi karena pada rasio Ti:Fe memiliki rasio dominan material Fe, sehingga material magnetite yang terbentuk lebih banyak, dampaknya intensitas difraksi sinar-x magnetite lebih besar dibandingkan anatase (TiO₂). Pada rasio Ti:Fe tanpa bentonit = 3:1 munculnya sudut puncak utama pada 2θ = 25,4 derajat. Hal tersebut dipengaruhi oleh jumlah rasio TiO₂ yang lebih besar dibandingkan magnetite, sehingga terbentuknya TiO₂ lebih besar dibandingkan material magnetite (Fe₃O₄).

Dari kedua hasil titik puncak utama pola difraksi sinar-x kedua rasio tersebut memiliki masing-masing ciri khas, di mana pada rasio 3:1 material anatase (TiO₂) lebih banyak terbentuk dan pada saat rasio Ti:Fe=1:3 material Magnetite (Fe₃O₄) lebih banyak. Data tersebut sama dengan data dari ASTM (*American Society for Testing and Materials*) dimana 2θ = 35,45 derajat adalah puncak utama magnetite (Fe₃O₄). Puncak difraksi sinar-

X lainnya sebagai penguat mineral magnetite adalah pada $2\theta = 30,30; 33,17; 57,14$ derajat. Pada material TiO_2 $2\theta = 25,6$ derajat adalah puncak utama Titanium dioxide (TiO_2) dan sudut penguat material TiO_2 pada $2\theta=38,1; 47,6; 53,8$.

Pola difraksi di atas juga menunjukkan perbandingan rasio titanium dioxide (TiO_2) dan mineral magnetite (Fe_3O_4) dalam bentonit berhasil disintesis dengan munculnya puncak utama difraksi magnetite pada konsentrasi $\text{Ti:Fe} = 1:3$ dengan sudut puncak $2\theta = 35,7$ derajat. Hal tersebut terjadi karena pada rasio Ti:Fe yang dimana rasio dominan material magnetite, sehingga material magnetite yang terbentuk lebih banyak sehingga intensitas terbentuknya magnetite lebih besar dibandingkan TiO_2 .

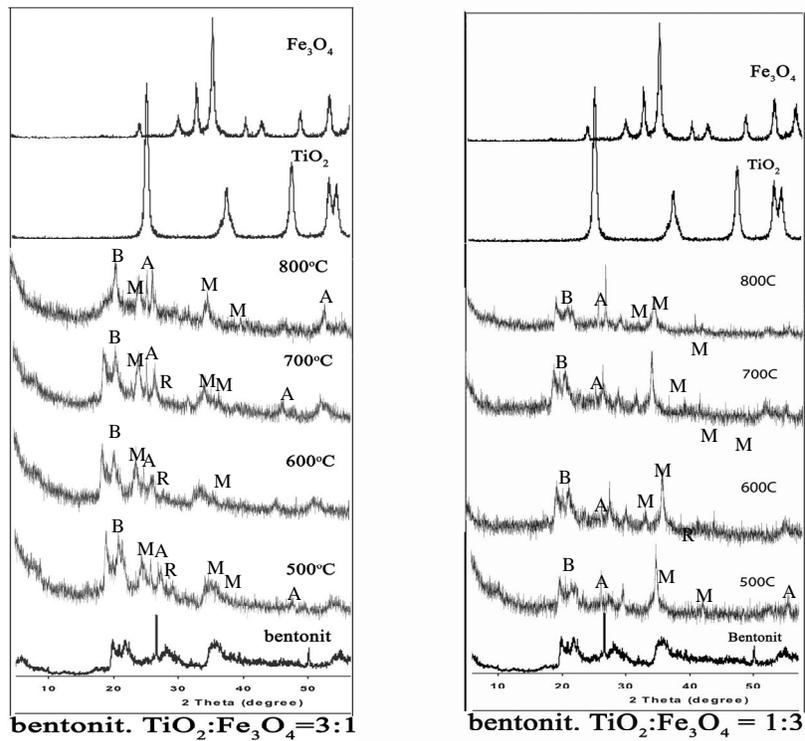
Pada rasio $\text{Ti:Fe} = 3:1$ dalam bentonit munculnya sudut puncak utama pada $2\theta = 25,3$ dengan sudut penguat material TiO_2 $2\theta = 26,7; 36,5; 48,1$ derajat. Hal tersebut dipengaruhi oleh jumlah rasio TiO_2 yang lebih besar dibandingkan magnetite, sehingga kemungkinan untuk terbentuknya TiO_2 lebih besar di bandingkan material magnetite (Fe_3O_4).

Dari kedua hasil titik puncak utama pola di fraksi sinar-x kedua rasio tersebut memiliki masing-masing ciri khas, di mana pada rasio $\text{Ti:Fe} = 3:1$ material TiO_2 lebih banyak terbentuk. Mineral anatase berhasil disintesis sebagai kristalin murni dalam penelitian ini, hal ini ditunjukkan dengan munculnya puncak utama difraksi pada $2\theta = 25,3$ derajat. Sedangkan puncak difraksi mineral rutil pada $2\theta = 28,0$ derajat muncul dalam difraksi sinar-X. Hal ini mengindikasikan bahwa mineral rutil terbentuk sebagai produk samping selama proses sintesis anatase, terutama disebabkan karena adanya waktu kalsinasi 6 jam yang relatif lama. Pada saat rasio $1:3$ material Magnetite (Fe_3O_4) lebih banyak terbentuk yang ditandai dengan titik puncak $2\theta = 35,7$. Dengan sudut penguat material magnetite $2\theta = 22,6; 30,4; 19,7$. Hal tersebut dipengaruhi oleh jumlah rasio Fe_3O_4 yang lebih besar 3 kali di bandingkan oleh jumlah TiO_2 .

Penggunaan bentonit ini dimaksudkan sebagai media pilarisasi. Pilarisasi adalah penyisipan molekul, ion atau senyawa berukuran besar dan rigid ke dalam antar lapis senyawa berstruktur lapis seperti bentonit sehingga terbentuk suatu bahan berstruktur pori dengan sifat-sifat fisik dan kimiawi yang baik. Pilarisasi menjadi mungkin apabila terjadi kombinasi yang tepat antara bahan inang (bentonit) dan tamu (TiO_2 dan Fe_3O_4). Dari kedua hasil tersebut dapat di simpulkan saat rasio $\text{Ti:Fe} = 1:3$ dan $3:1$ tanpa bentonit puncak utama yang terbentuk sangat kuat intensitasnya, sedangkan pada rasio $\text{Ti:Fe} = 1:3$ dan $3:1$ dalam bentonit puncaknya mengalami penurunan intensitasnya namun puncak pendukung lebih banyak terjadi.

A.2. Pengaruh Suhu Kalsinasi

Pada data penelitian ini didapatkan pengaruh suhu kalsinasi TiO_2 dan Fe_3O_4 terhadap material fotokatalis. Material yang disintesis adalah TiO_2 dan Fe_3O_4 dalam bentonit yang dikalsinasi pada suhu 500°C , 600°C , 700°C dan 800°C . Hasil sintesis dikarakteristik menggunakan difraksi sinar-x (XRD) yang di tunjukkan pada gambar 5.



a)

b)

Gambar 5 a) Grafik Pola Difraksi Sinar-X Katalis Bentonit.Ti:Fe [3:1]

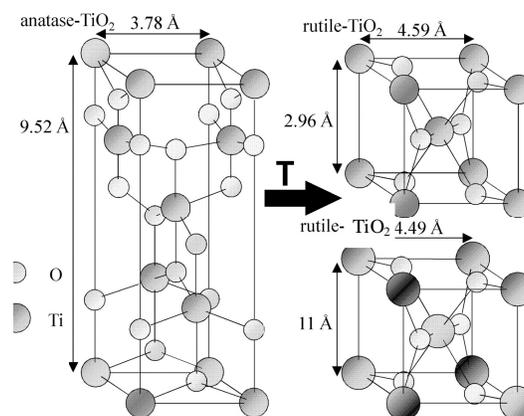
b) Grafik Pola Difraksi Sinar-X Katalis Bentonit.Ti:Fe [1:3]

keterangan gambar: A= TiO_2 fasa anatase
R= TiO_2 fasa rutile
B= Bentonit
M= Magnetite (Fe_3O_4)

Dari pola difraksi di atas perbandingan suhu kalsinasi 500°C , 600°C , 700°C , 800°C dengan rasio 3:1 titanium dioxide (TiO_2) dan mineral magnetite (Fe_3O_4) dalam bentonit berhasil disintesis dengan munculnya puncak utama difraksi TiO_2 pada rasio Ti:Fe = 3:1 dengan

sudut puncak $2\theta = 25,3$ derajat. Fenomena ini ditandai dengan adanya atom Ti pada permukaan bentonit yang menjadi semakin besar karena interaksi atom O pada struktur tetrahedral bentonit dengan logam Ti. Pada saat terjadi proses kalsinasi pada suhu 500, 600, 700°C maka atom O tersebut lebih mudah terikat pada atom Ti atau Fe membentuk TiO_2 dan oksida besi daripada berikatan dengan atom Si. Akibat dari proses interaksi atom O dengan atom Ti dan Fe yang semakin besar ini mengakibatkan struktur bidang utama kristal bentonit menjadi mudah rusak dan membentuk amorf yang dapat dilihat jelas pada saat suhu kalsinasi 800°C, yaitu dengan menghilangnya puncak pada $2\theta = 5,3; 9,8; 19,9$.

Pada pola difraksi sinar-x yang ditunjukkan dalam Gambar 5 rasio Ti:Fe dalam bentonit=3:1, juga dapat dilihat adanya muncul TiO_2 fase rutile yang lebih banyak terbentuk pada sudut $2\theta = 28,0$, hal tersebut terjadi karena rutile adalah spesies TiO_2 yang stabil terbentuk pada suhu tinggi yang ditunjukkan pada gambar Kristal Rutile (TiO_2) di bawah ini :



Gambar 6. Struktur Kristal Anatase dan Rutile TiO_2

Sumber: <https://lh6.ggpht.com/>

Dari pola difraksi di atas perbandingan suhu kalsinasi 500, 600, 700, 800°C dengan rasio 1:3 titanium dioxide (TiO_2) dan mineral magnetite (Fe_3O_4) dalam bentonit berhasil disintesis dengan munculnya puncak utama difraksi magnetite pada konsentrasi Ti:Fe = 1:3 dengan sudut puncak $2\theta = 35,7$.

Pada pola difraksi sinar-x yang ditunjukkan dalam gambar 5 rasio Ti:Fe dalam bentonit=1:3, juga dapat dilihat adanya muncul magnetite (Fe_3O_4) yang lebih banyak terbentuk pada sudut $2\theta = 35,7$. Hal tersebut terjadi karena semakin besarnya suhu kalsinasi dengan jumlah rasio magnetite (Fe_3O_4) yang lebih banyak menyebabkan

kedudukan TiO_2 akan lebih susah terbentuk dan cenderung kristal Fe_3O_4 yang terbentuk pada suhu 500°C , 600°C dan 700°C . Pada saat suhu kalsinasi 800°C fase TiO_2 rutil yang lebih dominan dibandingkan pada suhu 500°C , 600°C , 700°C dengan sudut puncak $2\theta = 28,0$ sedangkan untuk material magnetite mengalami penurunan intensitasnya yang lebih terbentuk material $\text{FeO}_2(\text{OH})_2$ yang berbentuk amorf dari pada kristal magnetite.

B. Pelapisan Fotokatalis pada Keramik dan uji degradasi zat warna

Pada penelitian tahun I diperoleh hasil sebagai berikut:

1. Proses sintesis $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ dalam bentonit dari prekursor TiCl_4 , $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ berhasil dilakukan dengan metode sol-gel, hal itu ditunjukkan pada pengujian material Ti:Fe tanpa bentonit dan Ti:Fe dalam bentonit dengan menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD) yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak utama pada tiap rasio.
2. Suhu kalsinasi yang efektif dalam proses pembentukan Bent.Ti:Fe adalah pada suhu 500°C karena TiO_2 fasa anatase terbentuk pada range 400°C - 500°C .
3. Rasio Ti:Fe yang optimum dalam bentonit untuk mendegradasi *Basic Blue* adalah pada rasio Bent.Ti:Fe = 1:3. Hal ini disebabkan pada rasio Bent.Ti:Fe = 1:3 tidak muncul TiO_2 fasa rutil, sebaliknya pada rasio Bent.Ti:Fe = 3:1 muncul TiO_2 fasa rutil pada semua variasi suhu kalsinasi. Kemunculan TiO_2 fasa rutil menyebabkan proses fotokatalisis tidak efektif.
4. Proses fotokatalisis yang efektif dalam mendegradasi *Basic Blue* adalah dengan menggunakan lampu merkuri sebagai sumber sinar UV.
5. Semakin lama waktu penyinaran saat fotokatalis maka semakin baik proses degradasi dengan menurunnya konsentrasi *Basic Blue*.

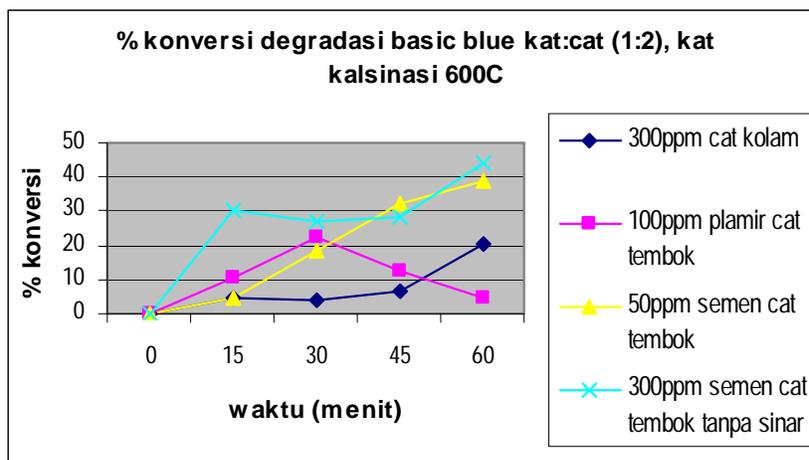
Oleh karena itu, pada tahun II ini pelapisan material fotokatalis pada keramik dilakukan dengan menggunakan material fotokatalis berupa bahan Ti dan Fe seperti pada poin 1 di atas dengan suhu kalsinasi 600 - 700°C . Rasio Ti:Fe adalah 1:3. Rasio berat material fotokatalis dengan binder adalah 1:2 dan 1:3. Binder yang digunakan adalah cat tembok dengan pelarut air, dan cat kolam dengan pelarut thinner. Untuk penggunaan cat tembok, sebelum dilapiskan pada keramik, terlebih dahulu dilapisi dengan pelapis, dan pelapis yang digunakan adalah plamir dan semen. Sumber sinar UV digunakan lampu merkuri 125 W.

Zat warna yang digunakan adalah basic blue dengan konsentrasi 50 ppm dan 300 ppm. Waktu reaksi adalah 60 menit dengan pengambilan sampel dilakukan setiap 15 menit.

B.1. Pengaruh konsentrasi awal Basic blue terhadap uji degradasinya pada prototype bak pengolah limbah

Pada uji ini digunakan konsentrasi awal basic blue sebesar 50 ppm dan 300 ppm. Material katalis yang digunakan adalah Ti:Fe (1:3)-bentonit dengan suhu kalsinasi 600°C dan 700°C. Rasio material katalis dengan binder adalah 1:2 dan 1:3 (b/b).

Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 7 – 10.

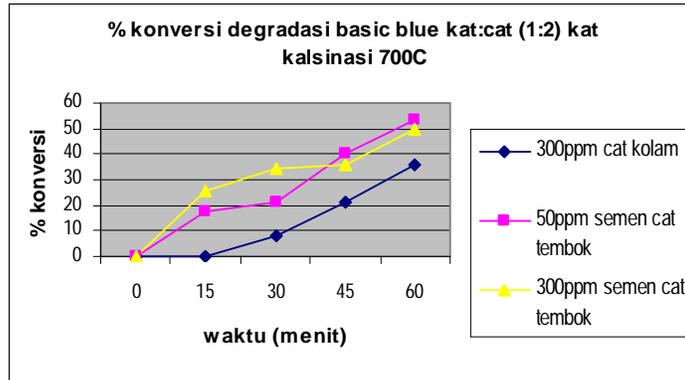


Gambar 7. Persen konversi dari berbagai konsentrasi awal basic blue, Ti:Fe(1:3)-bent (kalsinasi 600°C):cat (1:2)

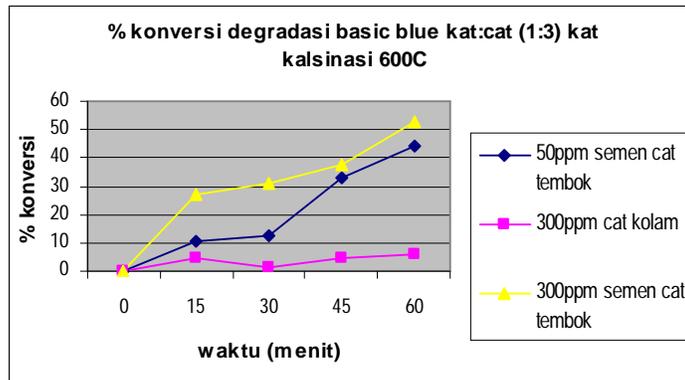
Pada gambar 7 tersebut menunjukkan bahwa penggunaan pelapis plamir sebelum cat tembok memberikan persen konversi yang kurang baik setelah waktu 30 menit. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi degradasi hanya aktif hingga waktu 30 menit. Diduga hal ini terjadi karena basic blue belum terdegradasi secara sempurna dan hanya terjadi proses adsorpsi, dan setelah waktu 30 menit terjadi proses desorpsi sehingga basic blue kembali terlepas di larutan. Hal ini kemungkinan karena penggunaan plamir yang menyebabkan sisi aktif material fotokatalis tertutupi oleh plamir sehingga kurang aktif untuk terjadinya proses degradasi. Proses ini diyakini tidak terjadi ketika pelapis yang digunakan adalah semen. Diduga bahan dasar semen yang juga mengandung silika yang berpori membantu material fotokatalis untuk masih terbuka sisi aktifnya. Hal ini dapat dilihat pada gambar 7 tersebut, dengan pelapis semen penggunaan cat tembok masih memberikan aktifitas degradasi material fotokatalis terhadap basic blue. Hal yang serupa juga terjadi pada

penggunaan material fotokatalis yang lain dengan rasio katalis:cat yang berbeda pula (gambar 8 – 10).

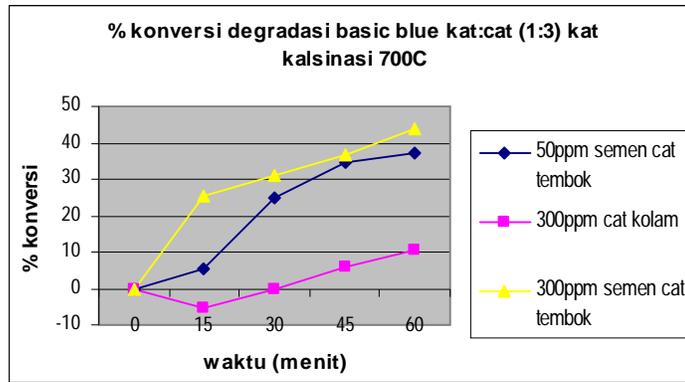
Pada gambar 7 tersebut juga dapat dilihat bahwa pada konsentrasi awal basic blue 50 ppm memberikan persen konversi yang lebih tinggi dibandingkan konsentrasi awal 300 ppm. Hal ini dapat dijelaskan bahwa semakin besar konsentrasi zat aktifitas fotokatalis juga berkurang akibat semakin banyaknya molekul di atas permukaan katalis. Namun demikian pengaruh perbedaan konsentrasi awal ini tidak terlalu signifikan pada kasus material fotokatalis yang lain seperti pada gambar 8- 10.



Gambar 8. Persen konversi dari berbagai konsentrasi awal basic blue, Ti:Fe(1:3)-bent (kalsinasi 700°C):cat (1:2)



Gambar 9. Persen konversi dari berbagai konsentrasi awal basic blue, Ti:Fe(1:3)-bent (kalsinasi 600°C):cat (1:3)

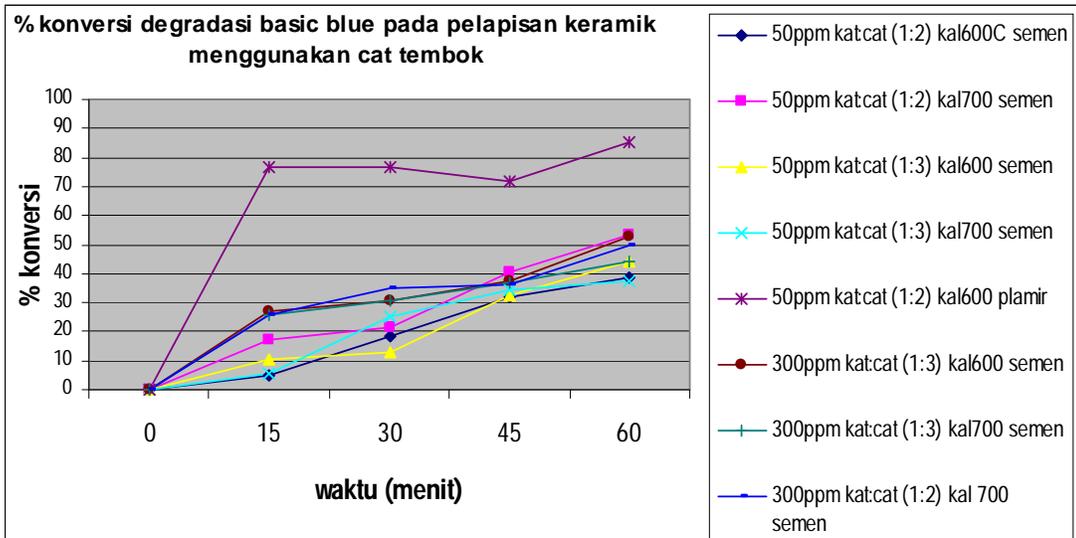


Gambar 10. Persen konversi dari berbagai konsentrasi awal basic blue, Ti:Fe(1:3)-bent (kalsinasi 700°C):cat (1:3)

Hal yang serupa juga terjadi pada penggunaan material fotokatalis yang lain dengan rasio katalis:cat yang berbeda pula (gambar 8 – 10). Hal yang juga menarik dari gambar 7 – 10 adalah terlihat bahwa penggunaan cat kolam sebagai binder ternyata memberikan aktifitas fotokatalis yang rendah. Hal ini ditunjukkan dengan harga persen konversi yang rendah. Diyakini hal ini disebabkan bahwa cat kolam merupakan cat yang bersifat kedap air dan menggunakan thinner (non polar) sebagai pelarutnya, sehingga bahan-bahan dalam binder tersebut sangat berpotensi untuk menutup sisi aktif material fotokatalis dan menghalangi proses fotokatalisis dan degradasi basic blue.

B.2. Pengaruh preparasi material fotokatalis dan pelapis dasar cat terhadap uji degradasi basic blue pada prototype bak pengolah limbah dengan binder cat tembok

Pada uji ini digunakan konsentrasi awal basic blue sebesar 50 ppm dan 300 ppm. Material katalis yang digunakan adalah Ti:Fe (1:3)-bentonit dengan suhu kalsinasi 600°C dan 700°C. Rasio material katalis dengan binder adalah 1:2 dan 1:3 (b/b). Binder yang digunakan adalah cat tembok, dengan pelapis dasar digunakan plamir dan semen. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 11.

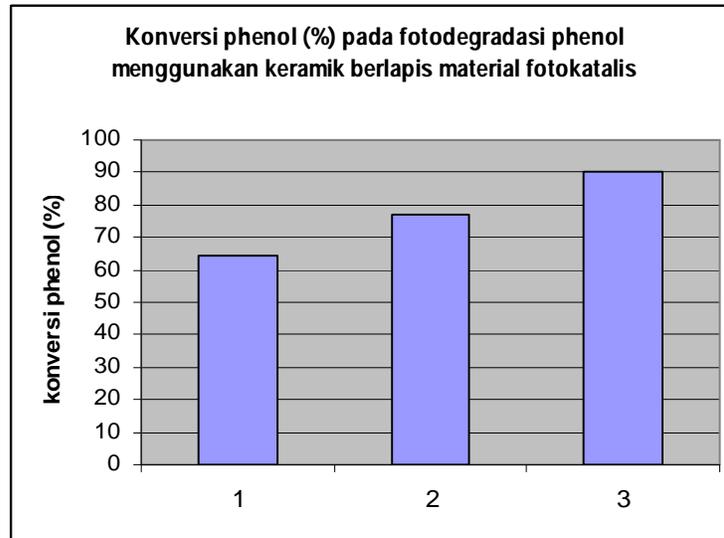


Gambar 11. Persen konversi basic blue dari berbagai jenis binder

Pada gambar 11 terlihat bahwa keramik yang telah dilapisi material fotokatalis dapat bekerja dengan cukup baik. Rata-rata konversi degradasi basic blue berada di antara 38 – 53%. Yang menunjukkan aktifitas fotokatalis tertinggi adalah ketika pelapisan material fotokatalis pada keramik menggunakan pelapis dasar plamir dan cat tembok yang menunjukkan persen degradasi hingga sekitar 85%.

C. Pengaruh preparasi material fotokatalis dan pelapis dasar cat terhadap uji degradasi Phenol pada prototype bak pengolah limbah dengan binder cat tembok atau cat kolam

Pada uji ini digunakan konsentrasi awal phenol sebesar 300 ppm. Material katalis yang digunakan adalah Ti:Fe (1:3)-bentonit dengan suhu kalsinasi 700°C. Rasio material katalis dengan binder adalah 1:2 (b/b). Binder yang digunakan adalah cat tembok dan cat kolam untuk membandingkan efektifitas katalisisnya. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 12.

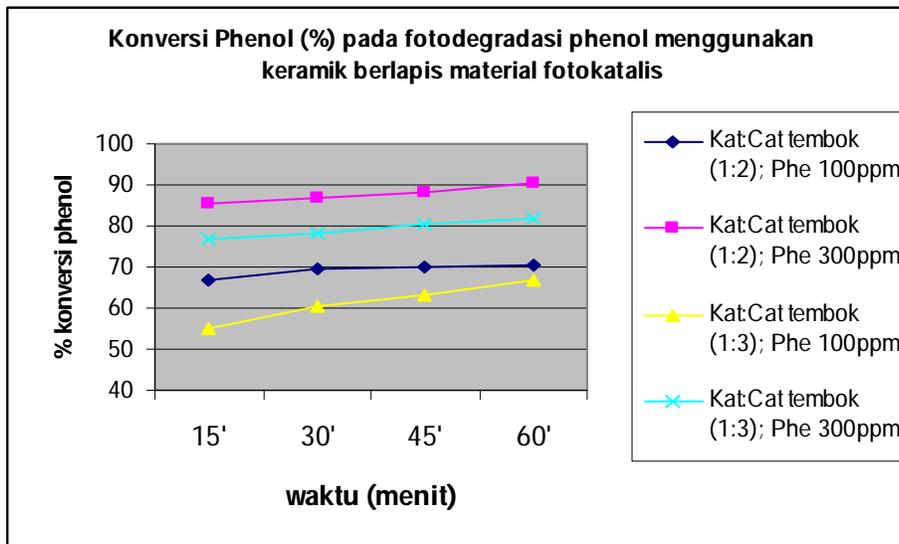


Gambar 12. Persen konversi phenol dari berbagai jenis binder material fotokatalis (konsentrasi awal phenol 300ppm, katalis Ti:Fe(1:3)-bent (kalsinasi 700°C), rasio katalis:cat (1:2)

Ket: 1. binder cat tembok (tanpa lampu merkuri); 2. binder cat kolam; 3. binder cat tembok

Hasil fotodegradasi terhadap phenol menunjukkan bahwa reaksi fotokatalis lebih efektif menggunakan lampu merkuri. Selain itu, binder cat tembok juga menunjukkan hasil fotodegradasi yang lebih efektif. Hal ini memperkuat penjelasan sebelumnya terhadap fotodegradasi basic blue bahwa binder cat kolam merupakan cat yang bersifat kedap air dan menggunakan thinner (non polar) sebagai pelarutnya, sehingga bahan-bahan dalam binder tersebut sangat berpotensi untuk menutup sisi aktif material fotokatalis dan menghalangi proses fotokatalisis dan degradasi phenol.

Pada bagian ini juga dilakukan uji aktifitas katalisis terhadap keramik berlapis material fotokatalis menggunakan binder cat tembok dengan digunakan konsentrasi awal phenol sebesar 100 dan 300 ppm. Material katalis yang digunakan adalah Ti:Fe (1:3)-bentonit dengan suhu kalsinasi 700°C. Rasio material katalis dengan binder adalah 1:2 dan 1:3 (b/b). Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 13.



Gambar 13. Persen konversi phenol pada berbagai rasio katalis:cat tembok (konsentrasi awal phenol 100 dan 300 ppm, katalis Ti:Fe(1:3)-bent (kalsinasi 700°C)

Gambar 13 menunjukkan bahwa dengan semakin tingginya binder (cat tembok) dalam pelapisan material fotokatalis, dapat mengurangi efektifitas fotodegradasi phenol. Hal ini ditunjukkan dengan menurunnya % konversi phenol baik pada konsentrasi awal 100 ppm maupun 300 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak binder (cat tembok) yang digunakan, dapat mengurangi sisi aktif material fotokatalis dalam mengadsorpsi dan mendegradasi phenol. Gambar 13 juga menunjukkan bahwa dengan meningkatnya konsentrasi awal phenol (dari 10 ppm menjadi 300 ppm), hingga waktu reaksi 60 menit, efektifitas fotodegradasi semakin meningkat. Hal ini diyakini berkaitan dengan semakin banyak ketersediaan substrat phenol, maka semakin banyak pula molekul phenol yang teradsorpsi di permukaan material fotokatalis dan untuk selanjutnya terjadi reaksi fotodegradasi.

Luaran

Hingga disusunnya laporan akhir penelitian ini, luaran yang telah berhasil dicapai adalah:

1. Alat, Desain, Produk berupa:
 - a. Proses sintesis dan material fotokatalis berbasis TiO₂-Fe₃O₄-bentonit
 - b. Alat kalsinasi
 - c. Alat box UV untuk reaksi fotokatalis
 - d. Prototype material fotokatalis pada keramik sebagai pendegradasi polutan
2. Publikasi berupa:

No	Judul	Jenis	Nama kegiatan/Jurnal
1	Study Of Photocatalytic Degradation Of Basic Blue On TiO ₂ -Fe ₃ O ₄ Pillared Bentonite	Presentasi oral	4Th International Conference on Chemical Sciences (4Th ICCS), 6-17 September, 2015, Padang
2	Use of TiO ₂ -Fe ₃ O ₄ pillared bentonite as photocatalyst in photodegradation of basic blue	paper	Journal of Chemical and Pharmaceutical Research, 2015, 7(9S):183-188 <i>Scopus cited</i>
3	The effect of the calcinations temperature during synthesis of TiO ₂ -Fe ₃ O ₄ -bentonite as photocatalyst material	paper	Journal of Chemical and Pharmaceutical Research, 2015, 7(9S):70 - 75 <i>Scopus cited</i>
4	Metode Pembuatan Material Fotokatalis Berbasis Oksida Logam Ti Dan Fe Yang Diembangkan Pada Bentonit Alam	draft	Naskah paten

3. Bahan ajar berupa pengayaan materi pada mata kuliah Kimia Fisika II (60B408) khususnya dalam topik Fenomena Permukaan. Bahan ajar ini masih berupa *hand out* perkuliahan.

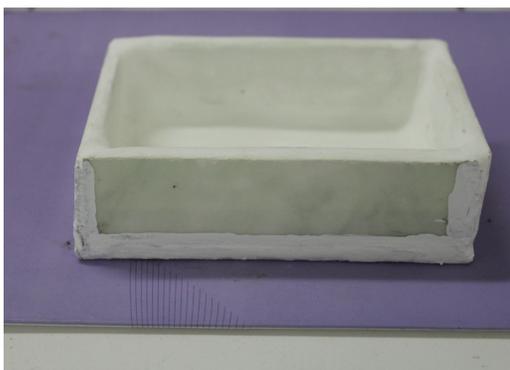
Berikut adalah gambar-gambar penunjang dalam penelitian yang telah dilakukan.



Penyaringan material fotokatalis



Penempatan prototype bak di box UV



prototype bak



Penempatan prototype bak di box UV



Use of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ pillared bentonite as photocatalyst in photodegradation of basic blue

Restu Kartiko Widi^{*}, Arief Budhyantoro and Emma Savitri

Department of Chemical Engineering, University of Surabaya (UBAYA), Raya Kalirunglut Tenggilis TG building 5th floor, Surabaya, Indonesia

ABSTRACT

Surfactant molecule pillared bentonite was prepared and used as porous support for synthesis of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ based photocatalyst with varying TiO_2 and Fe_3O_4 loading. The raw bentonite was obtained from Pacitan, Indonesia. The kind of surfactants which used on this research was Tetra Methyl Ammonium salt. The loading variations of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ in this experiment were 1:3 and 3:1. The synthesis of the photocatalytic materials have been carried out by sol-gel method and followed by calcination. The temperature of calcination was at 500, 600, 700 and 800°C. The physicochemical properties of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ bentonite samples were characterized by X-ray diffraction. Photocatalytic activity of the materials was evaluated by basic blue photo degradation using UV light. The titania and magnetite content in the materials significantly influenced the physicochemical properties and catalytic activity. Optimum TiO_2 and Fe_3O_4 loading in the material produced crystalline of anatase and magnetite furthermore enhanced basic blue degradation.

Keywords: TiO_2 , Fe_3O_4 , bentonite, photocatalytic, basic blue degradation

INTRODUCTION

It is well known that the dye effluents, which may be from dyestuff manufacturing and textile industries, may exhibit toxic effects on microbial populations and can be toxic and/or carcinogenic to mammalian animal [1]. Because of their resistance to degradation, they might be present on wastewater at substantial quantity. Though not particularly toxic, dyes might be harmful to human beings and hazardous to aquatic organisms; not to mention their adverse aesthetic effects as they are quite visible. The presence of color also reduces aquatic diversity by blocking the passage of light through water [2].

Various measures have been developed against sources of air, water and soil pollution and have proven effective to a certain degree. However, there are still some unsolved problems with regards to air pollution and yet other new problems such as hazardous chemical substances have arisen. In addition to developing economically feasible measures for energy and resource conservation that are applicable to small to medium size sources of pollution, it is necessary to develop technology to directly clean polluted environments (environmental purification technology). A photocatalyst can break down and remove a variety of environmental (load) pollutants at room temperature by oxidation, using sunlight or artificial light as an energy source.

Nowadays, photocatalytic degradation of organic contaminants is attracting extensive interest for their potential applications in remedying environmental pollution [3-7]. Titania (TiO_2) is a well known material in photocatalysis.



The effect of the calcinations temperature during synthesis of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ -bentonite as photocatalyst material

Emma Savitri¹, Restu Kartiko Widi and Arief Budhyantoro

Department of Chemical Engineering, University of Surabaya, TG building 5th floor, Raya Kalirungkat, Surabaya, Indonesia

ABSTRACT

The $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ supported bentonite has been synthesized. The syntheses of the $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ based photocatalyst have been carried out by sol-gel method. The bentonite used for porous support was obtained from Pacitan, Indonesia. The mol ratio of Ti and Fe in this experiment was 1:1. The syntheses of the photocatalyst material were followed by calcinations. This experiment was focused on the effect of temperature calcinations toward Ti and Fe crystal phase, which was affected to the capability of the materials in photocatalysis of phenol degradation. The variation of the calcinations temperature was 500, 600 and 700°C. The physicochemical properties of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ bentonite samples were characterized by X-ray diffraction. Photocatalytic activity of the materials was evaluated by phenol photodegradation using UV light. The calcinations temperature was significantly influenced in the forming of anatase phase of TiO_2 , which was affected in the catalytic activity.

Keywords: bentonite; calcination; $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$; phenol degradation; photocatalyst

INTRODUCTION

Photocatalytic technology has various applications in degradation of organic and inorganic pollutants. Some of photocatalysts that have been used were TiO_2 , Fe_2O_3 , and other substances. TiO_2 has been widely used as photocatalysts because of its relatively high photocatalytic activity, biological and chemical stability, low cost, non-toxicity, and long term stability against photocorrosion and chemical corrosion [1,2]. However, TiO_2 has limitation on the aspect of the photocatalytic activity in the UV region and also the difficulty to be separated from the system. Some methods has been developed by the researchers to solve this limitations, such as doping transition metals [3,4,5,6], doping non-metallic elements [7,8,9,10,11], etc. Its purposes to enhance the photocatalytic activity of TiO_2 and also to improve the utilization of visible light. The researches resulted that the composite photocatalysts had higher photocatalytic activity than single ones. Therefore, iron oxide / iron ore (Fe_2O_3) can be added to TiO_2 as a stabilizer in the application of TiO_2 . The existence of magnetite (Fe_3O_4) as a doping oxide in this composite also serves as a crystal formation controller of anatase phase. Anatase phase of TiO_2 photocatalyst give greater photocatalytic ability than the rutile phase of it [12]. In this study, it also used bentonite as a support catalyst. Bentonite generally is used as adsorbents and catalysts because of the pore number. The utilization of bentonite as solid support will facilitate and accelerate the mass transfer of adsorbate into the bentonite so that the contact between metal oxide of photocatalyst with organic compounds will more easily occur and react.

70

BAB V. RENCANA KEGIATAN TAHUN KETIGA

1. Uji fotodegradasi senyawa pewarna dan senyawa organik pada prototype bak secara kontinyu
2. Studi kinetika degradasi
3. Uji anti bakteri pada material fotokatalis

DAFTAR PUSTAKA

1. Arief B., 2002, Metode Pillarisasi dan Interkalasi Lempung, Jurnal Teknologi Industri dan Informasi, vol. 3, No. 1, UBAYA, Surabaya, 35-42.

2. Arief B., 2004, Pillarization of Natural Bentonite Clay Using Al and Fe Through CMC (*Carboxyl Methyl Cellulose*) Intercalation, Prosiding Seminar Nasional Kimia, Universitas Gadjah Mada, ISSN : 1410-8313, Oktober 2004.
3. Arief B., Hadiatni Rita, P., Yanti dan Dina Kartika, 2003, Pillarisasi bentonite Clay dan Aplikasinya dalam Penghilangan Warna pada Limbah Industri Tekstil, Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2003 di Yogyakarta, ISBN : 979-97893-0-3, KR-17.
4. Arief Budhyantoro, Restu Kartiko Widi, Emma Savitri, Pillarisation of Natural Bentonite with Mixed Metal Fe-Al And Its Application in Chromium Ion Adsorption, 12th Asian Chemical Congress, Federation of Asian Chemical Societies, Kuala Lumpur, Malaysia (accepted, February 2007)
5. Aruna, S.T., and Patil, K.C., 1996, *Journal of Material Synthesis and Processing*,4[3]: 175 – 179.
6. Barthlott, W and C.Neihuis, 1997, Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces, *Planta* 202 : 1
7. Cool, P. and Vansant, E.F., 1998, *Pillared Clays : Preparation, Characterization and Applications*, *Accademic Press*, Antwerp, Belgia.
8. Dao Rong LI, Ling Na SUN , Chang Wen HU, 2006, Simple Preparation of the Photocatalyst of Sn²⁺-doped Titania, *Chinese Chemical Letters* Vol. 17, No. 8, pp 1089-1092, 2006, <http://www.imm.ac.cn/journal/ccl.html>
9. Donia Beydon, 2000, Preparation, Characterisation and Implication for Organic Degradation in Aqueous System, Doctor of Philosophy Thesis Report, The University of New South Wales.
10. Howe, R.F., 1998, *Development in Chemical Engineering and Mineral Processing*, 6[1]: 55 – 84.
11. Huston, N.D., Donald, J., Gualdoni and Yang, R.T., 1998, Synthesis and Characterization of The Microporosity of Ion-Exchanged Al₂O₃-Pillared Clays, *Chem. Mater*, Vol.10, American Chemical Society Publiser, USA, 3707-3715.
12. Ismat Shah, C.P. Huang, J. G. Chen, D. Doren and M. Barteau, 2003, Semiconductor Metal Oxide Nanoparticles for Visible Light Photocatalysis, NSF Nanoscale Science and Engineering Grantees Conference, Dec 16-18, 2003, Grant No. 0210284, University of Delaware, Newark, DE 19716
13. Jiunn Shieh, K, Min Li, Yu-Hwe Lee, Shinn-Der Sheu, Yu-Tsung Liu, Yau-Chyr Wang, 2006, Antibacterial performance of photocatalyst thin film fabricated by defection effect in visible light, *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine* 2 , Elsevier, 121– 126
14. Keiichi Maki, Yatsutaka Kuwahara, Shinichi Kawasaki, Sayoko Shironita, Masanori Tomonari, Tetsutaro Ohmichi, Kosuke Mori, Iwao Katayama, Hiromi Yamashita, 2007, xafs Study on Photocatalyst Prepared on Zeolite Synthesized from Steel Slag, *Photon Factory Activity Report # 24 Part B (2007) : Material Science, Division of Materials and Manufacturing Science, Osaka University.*
15. Mutlu O' zcan, Pekka K. Vallittu, 2007, Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics, *Dental Materials* 19 (2003) 725– 731, Elsevier
16. Mineral Structure and Property Data Base : TiO₂ Group, Univerity of Colorado, di-download pada, 27 Maret 2009; <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html>
17. Nagaveni, K, G. Sivalingam, M. S. Hegde, and Giridhar Madras, 2004, Photocatalytic Degradation of Organic Compounds over Combustion-Synthesized Nano-TiO₂, *Environ. Sci. Technol.*, 2004, 38 (5), pp 1600–1604

18. Ohwaki, T, T. Morikawa, K.Aoki, H. Masaki, K. Suzuki, R.Asahi, and Y. Taga, 2005, Fundamentals and Applications of Visible-Light Induced Photocatalyst, Conference Prosiding of Clean Surfaces Technology Program Seminar at Tekes, May 26.
19. Restu Kartiko Widi, Arief Budhyantoro, Effect of HDTMA on Pillarisation of Bentonite with Metal Fe And Its Application in Copper Ion Adsorption, 12th Asian Chemical Congress, Federation of Asian Chemical Societies Kuala Lumpur, Malaysia
20. Restu Kartiko Widi, Arief Budhyantoro, Indrayana Firmansyah, 2007, *Modification of Bentonite by Pillarisation and Intercalation and Its Application in Phenol Hydroxylation*, 14th regional Symposium on Chemical Engineering, Yogyakarta, Indonesia
21. Restu Kartiko Widi, Arief Budhyantoro, Emma Savitri, 2009, *Hydroxylation of Phenol with Hydrogen Peroxide Catalyzed by Modified Bentonite*, Journal of Chemistry and Chemical Engineering, vol.3 no.4, David Publishing
22. Restu Kartiko Widi, Arief Budhyantoro, Lieke Riadi, Esterification of Palmitic Acid over Acid Catalyst from Modified Bentonite, 2009, International Journal of Applied Chemistry, vol. 6 no 1, 11-18, Research India Publications
23. Roland Benedix, Frank Dehn, Jana Quaas, Marko Orgass, 2000, Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Create Self-Cleaning Building Materials, LACER No.5, Institut für Massivbau und Baustofftechnologie, Universität Leipzig
24. Sarikaya, Y., Ónal M., Baran, B. and Alemdaroğlu, T., 2000, The Effect of Treatment on Some The Physicochemical Properties of a Bentonite, Clays and Clay Minerals, Vol. 48, No. 5, 557-562.
25. Savitri, E, R.K. Widi, A. Budhyantoro, 2007, *The effect of Catalyst ratio on Phenol Hydroxylation by Using Fe-Pillared Bentonite Catalyst*, 14th regional Symposium on Chemical Engineering, Yogyakarta, Indonesia
26. Three Bond Technical News Issued January 1, 62, 2004, Titanium-Oxide Photocatalyst, Three Bond Co. Ltd., Tokyo Japan.



UNIVERSITAS SURABAYA
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT

GEDUNG PERPUSTAKAAN Lt. 4
JALAN RAYA KALIRUNGKUT (TENGGILIS), SURABAYA, 60293
TELP. (031) 2981360, 2981365 FAX. (031) 2981373

SURAT TUGAS

Nomor : 048/ST-Lit/LPPM-01/DIKTI/FT/IV/2015

Atas dasar Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Hibah Program Penelitian Tahun Anggaran 2015 Nomor: 027/SP-Lit/LPPM-01/Dikti/FT/IV/2015 tertanggal 6 April 2015, dengan ini Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Surabaya memberi tugas kepada :

1. Restu Kartiko Widi, S.Si., M.Si., Ph.D. (Ketua Peneliti)
2. Arief Budhyantoro, S.Si., M.Si. (Anggota Peneliti)
3. Emma Savitri, S.T., MSc. (Anggota Peneliti)

untuk melaksanakan penelitian Program Hibah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi berjudul:
Pelapis Keramik dari Bentonit-TiO₂ Berkemampuan Fotokatalis; Sintesis dan Aplikasinya dalam Pengolah Limbah Organik Cair dan Pembuatan Ruang Steril

dengan waktu pelaksanaan penelitian mulai **6 April 2015** sampai dengan **10 Nopember 2015** (sesuai dengan Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Hibah Program Penelitian), dengan anggaran sebesar: **Rp. 90.000.000,- (Sembilan Puluh Juta Rupiah)** dan hasil akhir diwujudkan:

1. *Hard copy* laporan hasil pelaksanaan Hibah Program Penelitian (5 eksemplar) dan *soft copy* diunggah di Simlitabmas Dikti.
2. Laporan keuangan dengan bukti-bukti pengeluaran yang asli dan mengisi laporan keuangan di Simlitabmas Dikti.
3. Luaran pelaksanaan program berupa: artikel ilmiah, poster, profil, borang capaian hasil dan luaran lainnya sesuai yang dijanjikan di proposal diunggah di Simlitabmas Dikti.

Penerima tugas **WAJIB** mengikuti segala aturan yang dikeluarkan oleh DIKTI/ Kopertis VII dan/atau Universitas Surabaya.

Demikian Surat Tugas ini dibuat untuk dilaksanakan sebaik-baiknya.

Mengetahui,


Nirmala Daniel Pah, S.T., M.Eng, Ph.D.
Wakil Rektor I

Surabaya, 6 April 2015


Dr. Yoan Nursari Simanjuntak, S.H., M.Hum.
Ketua

Tembusan :

1. Dekan Fakultas Teknik Ubaya,
2. Direktur Keuangan Ubaya,
3. Kepala Biro Adpesdam Ubaya,
4. Yang bersangkutan