



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA VI
"Pemantapan Riset Kimia dan Asesmen Dalam Pembelajaran
Berbasis Pendekatan Saintifik"
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS
Surakarta, 21 Juni 2014



**MAKALAH
PENDAMPING**

KIMIA LINGKUNGAN

ISBN : 979363174-0

SINTESIS KOMPOSIT MONTMORILLONIT-TiO₂ DAN APLIKASINYA UNTUK PENGOLAHAN LIMBAH CAIR PABRIK GULA

Atin Saraswati^{1,*} dan Irwan Nugraha²

¹ Prodi Kimia, Fakultas Sains & Teknologi, UIN Sunan Kalijaga, Yogyakarta, Indonesia

² Prodi Kimia, Fakultas Sains & Teknologi, UIN Sunan Kalijaga, Yogyakarta, Indonesia

Atin Saraswati

* Keperluan korespondensi, tel/fax : +6285-642359112, email: atinsaraswati@yahoo.co.id

ABSTRAK

Telah disintesis komposit Montmorillonit-TiO₂ untuk pengolahan limbah cair pabrik gula. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui proses pembentukan komposit Montmorillonit-TiO₂ serta untuk mengetahui waktu optimum dalam proses adsorpsi dan fotodegradasi limbah cair pabrik gula. Penelitian diawali dengan preparasi montmorillonit dengan metode *siphoning*, pembentukan komposit Montmorillonit-TiO₂ dengan metode sonokimia dan pengolahan limbah cair pabrik gula secara adsorpsi dan fotodegradasi. Hasil pembentukan komposit dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *Gas Sorption Analyzer* (GSA). Aktivitas komposit Montmorillonit-TiO₂ yang dihasilkan diaplikasikan untuk mendegradasi limbah cair pabrik gula dengan variasi waktu peyinaran UV (panjang gelombang 365 nm) selama 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Kinerja komposit dibandingkan dengan adsorpsi limbah cair pabrik gula menggunakan montmorillonit pada variasi waktu yang sama.

Terbentuknya komposit Montmorillonit-TiO₂ ditunjukkan dengan refleksi TiO₂ pada 25,09. Serapan gugus fungsional montmorillonit mengalami beberapa perubahan bilangan gelombang dari 3448,72 cm⁻¹ ke 3425,58 cm⁻¹, 1041,56 cm⁻¹ ke 1033,85 cm⁻¹ dan pada bilangan gelombang 800-400 cm⁻¹. Luas permukaan spesifik mengalami perubahan dari 66,383 m²/g menjadi 62,291 m²/g, volume total pori dari 1,101 x 10⁻¹ cc/g menjadi 1,598 x 10⁻¹ cc/g dan rerata jejari pori dari 33,1568 Å menjadi 51,3058 Å. Kinerja montmorillonit alam dalam mengadsorpsi limbah cair pabrik gula optimum menurunkan nilai COD sebesar 41,19% setelah dikontakkan selama 90 menit, sedangkan kinerja komposit montmorillonit-TiO₂ dalam mendegradasi limbah cair pabrik gula menurunkan nilai COD sebesar 50,81 % setelah dikontakkan selama 90 menit.

Kata Kunci: *Montmorillonit-TiO₂, Metode sonokimia, Limbah cair pabrik gula*

PENDAHULUAN

Perkembangan industri di Indonesia yang semakin pesat tidak dapat dipisahkan dari masalah pencemaran lingkungan akibat limbah yang dihasilkan. Berbagai industri saat ini termasuk industri gula, membuang limbah ke sungai tanpa ada pengolahan terlebih dahulu atau sudah dilakukan pengolahan tetapi masih belum memenuhi baku mutu limbah cair yang sudah ditetapkan oleh pemerintah. Dengan demikian limbah tersebut dapat mengganggu lingkungan sekitar [1].

Proses produksi gula tidak terlepas dari limbah (*waste*) dan produk samping (*by-product*) yang dihasilkan selama proses pengolahan. Limbah yang dihasilkan pabrik gula berupa limbah padat yaitu ampas tebu dan limbah cair yang berasal dari air pendingin, air proses dari pencucian pada penghilangan warna dan pencucian endapan. Pengolahan tebu menjadi gula dapat menghasilkan limbah cair sebanyak 1-2 m³/ton tebu. Masalah yang mungkin timbul dalam operasi pabrik gula akibat limbah cair diantaranya polusi di badan air karena kontaminasi, deoksigenisasi oleh efluen limbah cair serta bau menyengat akibat biodegradasi limbah dalam bentuk gas hidrogen sulfida [2].

Pemilihan proses fotokatalis merupakan suatu cara yang prospektif untuk digunakan sebagai alternatif pengolahan limbah cair pabrik gula, karena fotokatalis dapat mendegradasi polutan organik serta memiliki aktivitas fotokatalis TiO₂ cukup efisien karena mampu bekerja dengan bantuan energi matahari [3].

TiO₂ merupakan salah satu fotokatalis yang aktivitasnya cukup tinggi. Namun, tingginya aktivitas fotokatalis TiO₂ tidak diimbangi oleh kemampuannya dalam mengadsorpsi senyawa target, sehingga proses degradasi fotokatalitik tidak berjalan dengan baik karena peluang kontak TiO₂ dengan polutan kurang maksimal. Untuk menutupi kekurangan tersebut maka TiO₂ dapat diimbangkan pada suatu material pendukung yang memiliki kemampuan adsorpsi yang cukup tinggi. Beberapa jenis material berpori yang dapat digunakan sebagai adsorben diantaranya silika gel, karbon aktif, zeolit dan bentonit (alumino silikat).

Bentonit adalah sejenis lempung yang banyak mengandung mineral Montmorillonit. Montmorillonit terdiri atas alumina-silika yang memiliki konfigurasi 2:1 dengan sifat khas *swelling* (dapat mengembang). Montmorillonit merupakan salah satu alternatif adsorben yang baik karena selain aktivitas adsorpsinya dikenal cukup tinggi, sumber montmorillonit cukup melimpah didapatkan di Indonesia [4].

Salah satu metode pengembangan TiO₂ pada montmorillonit dapat dilakukan dengan bantuan gelombang ultrasonik. Penggunaan gelombang ultrasonik merupakan metode yang sangat baik untuk membantu menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan waktu reaksi yang lebih singkat. Penggunaan gelombang ultrasonik telah menarik banyak sekali perhatian dan menjadi sangat populer dalam membentuk reaksi kimia yang bersih, aman dan murah.

Penelitian sebelumnya dilakukan sintesis nanopartikel TiO₂ dengan bantuan

gelombang ultrasonik dengan variasi waktu. Ukuran partikel TiO_2 dilaporkan menjadi semakin kecil seiring dengan meningkatnya waktu radiasi gelombang ultrasonik [5]. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan sintesis komposit yang terdiri dari material berpori montmorillonit dan fotokatalis TiO_2 yang dipreparasi dengan bantuan gelombang ultrasonik. Harapannya komposit Montmorillonit- TiO_2 yang disintesis dengan prinsip kimia hijau (*green chemistry*) dengan bantuan gelombang ultrasonik akan mempermudah dispersi TiO_2 dalam montmorillonit yang lebih efektif dan efisien serta meningkatkan aktivitas degradasi fotokatalitiknya.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Na-bentonit, TiO_2 P25 *Degusa*, akuades dan limbah cair pabrik gula. Peralatan yang digunakan adalah alat-alat gelas, lumpang porselin dan penggerus, seperangkat alat uji parameter *Chemical Oxygen Demand* (COD), sonikator, *sentrifuge*, reaktor UV *black light* 365 nm, *molecular sieve* 140 mesh, XRD, FT-IR dan GSA.

Preparasi Montmorillonit

Na-bentonit *raw material* dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan akuades dengan perbandingan bentonit-akuades 1:20 b/v (Nugraha dan Somantri, 2013). Suspensi kemudian diaduk selama 3 jam pada temperatur kamar. Setelah diaduk 3 jam, suspensi disimpan selama 1 jam. Setelah disimpan selama 1 jam, supernatan dipisahkan dari endapannya dengan menggunakan tehnik *siphoning*.

Supernatan setelah 1 jam kemudian diendapkan dengan menggunakan *sentrifuge*. Supernatan sentrifugasi dikeringkan dengan oven suhu 110°C kemudian digerus dan disaring.

Sintesis Komposit Montmorillonit- TiO_2

Lima gram montmorillonit hasil pemurnian didispersikan dalam 500 ml air akuades dan diaduk selama 5 jam sampai gumpalan lempung hilang. 2,5 gram TiO_2 didispersikan dalam 100 ml akuades kemudian diaduk dan disonikasi dengan selama 20 menit. TiO_2 yang telah disonikasi ini kemudian ditambahkan ke dalam campuran montmorillonit. Campuran montmorillonit- TiO_2 ini kemudian dikalsinasi pada suhu 450°C selama 6 jam. Komposit yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FT-IR dan GSA.

Adsorpsi Limbah Cair Pabrik Gula menggunakan Montmorillonit

Sebanyak 25 ml limbah cair pabrik gula di adsorpsi dengan menggunakan 0,75 gram montmorillonit. Campuran diaduk selama 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Filtrat diukur nilai COD-nya dengan metode titrimetri.

Fotodegradasi Limbah Cair Pabrik Gula menggunakan Komposit Montmorillonit- TiO_2

Proses fotodegradasi limbah cair pabrik gula dilakukan dalam *batch* reaktor menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 365 nm. Fotodegradasi dilakukan dengan mendispersikan 0,75 gram komposit montmorillonit- TiO_2 kedalam 25 ml limbah cair pabrik gula diikuti dengan pengadukan dan penyinaran sinar UV selama 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Filtrat kemudian diukur nilai COD-nya dengan metode titrimetri. Aktivitas penurunan nilai COD oleh komposit ini dibandingkan dengan aktivitas penurunan nilai COD oleh adsorpsi dengan montmorillonit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Montmorillonit

Preparasi montmorillonit pada penelitian ini menggunakan metode sedimentasi dan teknik *siphoning*, yaitu metode pemisahan mineral-mineral lempung dengan prinsip perbedaan berat jenis [6].

Berdasarkan *Material Safety Data Sheet* (MSDS) komponen penyusun bentonit, montmorillonit memiliki berat jenis 2,0 - 2,2 g/cm³; kuarsa 2,6-2,65 g/cm³; mika 2,77-3,4 g/cm³; feldspar 2,56-2,75 g/cm³; gypsum (CaSO₄.2H₂O) 2,3 g/cm³; kaolinit 2,6 g/cm³ dan illit 2,6-2,9 g/cm³. Menurut data tersebut maka komponen dari bentonit yang paling lama untuk diendapkan adalah montmorillonit karena memiliki berat jenis yang paling kecil yaitu 2,0-2,2 g/cm³.

Hasil pemurnian menunjukkan bahwa montmorillonit yang terdapat dalam bentonit yang sudah dimurnikan memiliki luas permukaan lebih besar dibandingkan sebelum dimurnikan. Hal ini dikarenakan mineral-mineral pengotor dalam bentonit dapat dipisahkan sehingga pori montmorillonit yang semula tertutup mineral pengotor dapat terbuka. Luas permukaan montmorillonit sebelum dimurnikan sebesar 50,281 m²/g, sedangkan montmorillonit yang sudah dimurnikan sebesar 66,383 m²/g.

Sintesis Komposit Montmorillonit-TiO₂

Tahap preparasi komposit Montmorillonit-TiO₂ diawali dengan mendispersikan montmorillonit hasil pemurnian dalam akuades dan diaduk selama 5 jam sampai gumpalan lempung hilang. Laruan TiO₂ dibuat dengan mendispersikan serbuk TiO₂ dalam akuades sambil diaduk dan disertai paparan gelombang ultrasonik (20 kHz) selama 20 menit. Energi ultrasonik dari proses sonikasi ini digunakan untuk

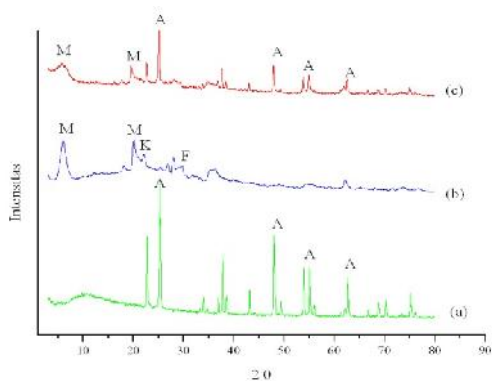
pemecahan partikel TiO₂, sehingga diperoleh TiO₂ dengan ukuran yang sangat kecil (mikro/nano) dan memudahkan proses dispersi TiO₂ ke dalam matriks Montmorillonit. Material yang berukuran besar memiliki kecenderungan untuk teraglomerasi. Hal tersebut disebabkan karena adanya ikatan Van der Waals, dimana masing-masing molekulnya saling berikatan. Salah satu cara yang dapat digunakan untuk mencegah peristiwa aglomerasi adalah dengan pengadukan kecepatan tinggi, yaitu menggunakan gelombang ultrasonik, sehingga molekul dapat terpisah dan dapat terdispersi dengan baik di dalam matriks atau pelarut [7].

Penggunaan gelombang ultrasonik ini untuk membentuk gelembung udara pada air dimana gelembung nantinya pecah secara mikroskopik dalam rentang waktu yang singkat. Pecahan ini akan memberikan efek tekanan yang tinggi, sehingga dapat menyebabkan pemecahan partikel TiO₂. Pemecahan partikel TiO₂ dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya. Hal ini berkaitan dengan luas permukaan TiO₂ yang diperbesar melalui pemecahan partikel oleh gelombang ultrasonik.

TiO₂ yang telah disonikasi ditetaskan sedikit demi sedikit ke dalam campuran montmorillonit, hal ini dimaksudkan untuk memberikan kesempatan TiO₂ untuk berinteraksi dengan matriks montmorillonit. Campuran montmorillonit-TiO₂ ini kemudian disaring menggunakan penyaring *buchner* untuk memisahkan campuran dari lautannya dan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 450°C selama 6 jam. Proses kalsinasi dapat membuka antar lapis montmorillonit

secara permanen serta dapat menghilangkan air yang terdapat dalam campuran.

Karakterisasi Hasil Analisis X-Ray Diffraction (XRD)



Gambar 1. Difaktogram TiO₂ (a), Montmorillonit (b) dan Montmorillonit-TiO₂ (c)

Hasil karakterisasi dengan XRD terhadap montmorillonit dan komposit Montmorillonit-TiO₂ ditampilkan dalam gambar 1. Pada difraktogram sampel montmorillonit hasil pemurnian terlihat adanya puncak-puncak utama pada daerah $2\theta = 6,09^\circ$ ($d = 14,48 \text{ \AA}$); $20,27^\circ$ ($d = 4,38 \text{ \AA}$); $21,68^\circ$ ($d = 4,10 \text{ \AA}$); $26,72^\circ$ ($d = 3,33 \text{ \AA}$); $31,75^\circ$ ($d = 2,82 \text{ \AA}$); $35,79^\circ$ ($d = 2,51 \text{ \AA}$); dan $62,16^\circ$ ($d = 1,49 \text{ \AA}$).

Karakteristik mineral montmorillonit (M) ditunjukkan oleh puncak difraksi pada $2\theta = 6,09^\circ$; $20,27^\circ$; $35,79^\circ$; dan $62,16^\circ$. Hal tersebut dinyatakan juga oleh peneliti sebelumnya bahwa mineral montmorillonit menunjukkan puncak difraksi pada $2\theta = 6,09^\circ$ ($d = 14,48 \text{ \AA}$); $20,27^\circ$ ($d = 4,38 \text{ \AA}$); $35,79^\circ$ ($d = 2,51 \text{ \AA}$); dan $61,80^\circ$ ($d = 1,49 \text{ \AA}$). Feldspar (F) menunjukkan puncak difraksi pada $2\theta = 31,75^\circ$ ($d = 2,82 \text{ \AA}$), sedangkan Kuarsa (K) menunjukkan puncak difraksi pada $2\theta = 21,68^\circ$ ($d = 4,09$) [8]. Menurut Fatimah (2012) karakteristik mineral montmorillonit menunjukkan puncak difraksi pada $2\theta = 6,24^\circ$ dan $2\theta = 19,78^\circ$.

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa lempung alam yang digunakan dalam

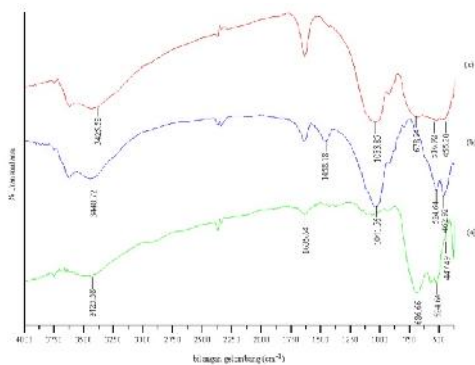
penelitian ini disusun oleh mineral montmorillonit sebagai fasa mineral yang dominan dan beberapa mineral pengotor seperti kuarsa dan feldspar.

Pola Refleksi pada difaktogram komposit montmorillonit-TiO₂ terlihat puncak-puncak serapan montmorillonit dan TiO₂. Puncak-puncak difraksi pada difaktogram serbuk TiO₂ Degussa terlihat pada 2θ sebesar $25,31^\circ$; $38,58^\circ$; $48,34^\circ$; $53,91^\circ$; $62,72^\circ$ yang merupakan ciri difraksi dari bidang kristal 101, 004, 200, 105 dan 204 TiO₂ anatase (A) sesuai dengan JCPDS No. 21-1272. Puncak-puncak refleksi TiO₂ tersebut juga muncul pada difaktogram komposit Montmorillonit-TiO₂, yakni pada 2θ sebesar $25,09^\circ$; $37,61^\circ$; $47,87^\circ$ dan $53,72^\circ$. Refleksi pada 2θ tersebut menunjukkan fasa kristal yang terdapat dalam komposit Montmorillonit-TiO₂ adalah fasa kristal anatase. Hasil tersebut menunjukkan bahwa pembentukan komposit Montmorillonit-TiO₂ tidak merubah kristalinitas TiO₂ secara signifikan, artinya tidak cukup signifikan mengurangi aktivitas fotokatalisnya.

Puncak serapan montmorillonit pada komposit Montmorillonit-TiO₂ ditunjukkan pada 2θ sebesar $4,72^\circ$ dan $19,62^\circ$ dengan basal spacing masing-masing $18,07$ dan $4,52$. Pada difaktogram komposit montmorillonit-TiO₂ menunjukkan adanya pergeseran refleksi bidang d_{001} montmorillonit ke arah kiri (ke arah 2θ yang lebih kecil). Walaupun pergeseran tersebut tidak terlalu besar akan tetapi pergeseran ini mengindikasikan terjadinya kenaikan basal spacing pada Montmorillonit-TiO₂. Pergeseran puncak refleksi ke arah kiri (ke arah 2θ yang lebih kecil) disebabkan adanya peningkatan jarak antar lapis (basal spacing) montmorillonit pada lapisan silika alumina (montmorillonit)

Hasil Spektrofotometer FT-IR

Hasil analisis spektroskopi serbuk TiO₂, montmorillonit dan Montmorillonit-TiO₂ disajikan pada gambar 2.



Gambar 2. Spektra Inframerah TiO₂(a), Montmorillonit (b) dan Montmorillonit-TiO₂ (c)

Puncak serapan-serapan utama pada montmorillonit berada di bilangan gelombang 3626 cm⁻¹, 3448 cm⁻¹ dan 1635 cm⁻¹. Pada puncak serapan 3626 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur dari O-H yang terletak pada lapis oktahedral yang terikat pada Al (Foletto, 2003) sedangkan menurut Amorim (2004) menyatakan bahwa puncak serapan pada 3626 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi H-O-H molekul air pada struktur interlayer montmorillonit. Selain itu, puncak serapan disekitar 3448 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi O-H yang bersesuaian dengan puncak serapan pada 1635 cm⁻¹.

Spektra Montmorillonit-TiO₂ menunjukkan adanya pergeseran serapan pada bilangan gelombang 3448,72 cm⁻¹ ke 3425,58 cm⁻¹ yang menunjukkan ikatan O-H yang semakin lemah karena adanya TiO₂ di dalam antar lapis montmorillonit. Bilangan gelombang 3448,72 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur O-H dari H₂O yang terperangkap pada antar lapis montmorillonit. Kemungkinan lain karena pengaruh kalsinasi dan pemanasan sehingga gugus O-H dari H₂O banyak yang terhidroksilasi dan terdehidrasi dari dalam antar lapisnya sebagaimana yang

dinyatakan Xu dan Langford (1997) bahwa posisi dan absorbtivitas struktur O-H dipengaruhi oleh kandungan H₂O dan tipe kation interlayer. Penurunan frekuensi ikatan disebabkan oleh dehidrasi yang berpengaruh terhadap vibrasi O-H sehingga terjadi pergeseran bilangan gelombang yang lebih kecil.

Pita serapan pada bilangan gelombang 1041,56 cm⁻¹ pada montmorillonit bergeser ke bilangan gelombang 1033,85 cm⁻¹ menunjukkan pengikatan kuat ikatan antara O dan Si akibat adanya TiO₂ pada montmorillonit. Pada daerah bilangan gelombang 800-400 cm⁻¹ terjadi serapan yang melebar pada spektra Montmorillonit-TiO₂. Hal ini kemungkinan berasal dari vibrasi TiO₂ pada senyawa berlapis. Hal tersebut dapat dilihat pada spektra serbuk kristal TiO₂ dengan interval bilangan gelombang yang sama, di mana menunjukkan serapan yang melebar sepanjang inerval tersebut.

Berdasarkan interpretasi spektra FT-IR komposit Montmorillonit-TiO₂ yang dihasilkan, dapat disimpulkan bahwa tidak terjadi perubahan gugus fungsi yang signifikan antara montmorillonit dengan komposit Montmorillonit-TiO₂. Bergesernya beberapa bilangan gelombang dan perubahan intensitas serapan mengindikasikan interaksi yang terjadi antara montmorillonit dengan TiO₂ adalah interaksi fisik.

Analisis Luas Permukaan, Volume Pori, Rerata Jejari Pori dan Distribusi Ukuran Pori

Analisis luas permukaan yang digunakan adalah analisis dengan metode Brunauer, Emmet dan Teller (BET). Hasil

analisis luas permukaan spesifik disajikan dalam tabel 1.

Tabel 1. Data luas permukaan spesifik, volume total pori dan rerata jejari pori dari montmorillonit dan Montmorillonit-TiO₂ yang diperoleh dari analisis serapan gas

Jenis Sampel	Luas permukaan spesifik (m ² /g)	Volume total pori (cc/g)	Rerata jari pori (Å)
Montmorillonit	66,383	1,101 x 10 ⁻¹	33,1568
Montmorillonit-TiO ₂	62,291	1,598 x 10 ⁻¹	51,3058

Berdasarkan data tersebut terlihat bahwa pendispersian TiO₂ ke dalam montmorillonit menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik. Ada dua faktor yang menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik, yang pertama disebabkan oleh terjadinya proses *sintering* partikel-partikel TiO₂ pada permukaan eksternal maupun internal montmorillonit. *Sintering* merupakan penggabungan partikel-partikel pada temperatur tinggi (kalsinasi 450°C selama 6 jam).

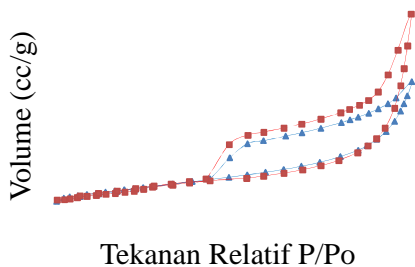
Faktor kedua adalah penutupan interlayer montmorillonit oleh partikel-partikel TiO₂. Penurunan luas permukaan spesifik setelah pendispersian TiO₂ terjadi karena TiO₂ masuk ke dalam pori yang ada di montmorillonit atau sebagian menutupi permukaan montmorillonit sehingga pori-pori yang terbuka tertutupi oleh TiO₂. Penurunan luas permukaan spesifik juga dapat mengakibatkan berkurangnya kemampuan adsorpsi bahan, namun komposit Montmorillonit-TiO₂ memiliki sifat semikonduktor yang mungkin lebih dominan daripada faktor penurunan luas permukaan tersebut sehingga kemampuannya dalam mendegradasi senyawa organik akan lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan montmorillonit saja.

Volume total pori dari komposit montmorillonit-TiO₂ mengalami kenaikan dari volume pori montmorillonit begitu juga dengan rerata jari-jari pori dari montmorillonit mengalami kenaikan ketika dimodifikasi oleh TiO₂. Berdasarkan tabel 1. dapat diketahui bahwa ukuran pori kedua jenis sampel, baik montmorillonit maupun komposit Montmorillonit-TiO₂ berada pada wilayah mesopori. Dimana menurut definisi IUPAC, porositas material sendiri

diklasifikasikan sebagai mesopori jika memiliki diameter pori antara 20-25 dan 500 Å. Jadi Montmorillonit memiliki diameter pori 66,3136 Å dan komposit Montmorillonit-TiO₂ memiliki diameter pori sebesar 102,6116 Å, sehingga baik montmorillonit maupun komposit Montmorillonit-TiO₂ termasuk dalam klasifikasi mesopori.

Montmorillonit yang dimodifikasi dengan TiO₂ biasanya menunjukkan adanya kompleksitas struktur dan heterogenitas permukaan yang terjadi akibat distribusi densitas muatan dari TiO₂ dan deformasi lapisan-lapisan montmorillonit. Selain itu struktur dari komposit Montmorillonit-TiO₂ juga dipengaruhi oleh metode preparasi, proses modifikasi hingga metode pengeringan (*drying*).

Berdasarkan gambar adsorpsi-desorpsi gas N₂ terhadap montmorillonit dan komposit Montmorillonit-TiO₂ terlihat bahwa pada tekanan relatif rendah montmorillonit alam memiliki kemampuan adsorpsi sedikit lebih besar dibandingkan dengan komposit Montmorillonit-TiO₂. Pada tekanan yang lebih tinggi terjadi pembentukan histerisis. Pembentukan histerisis ini terjadi akibat terbentuknya mesopori di dalam komposit Montmorillonit-TiO₂.



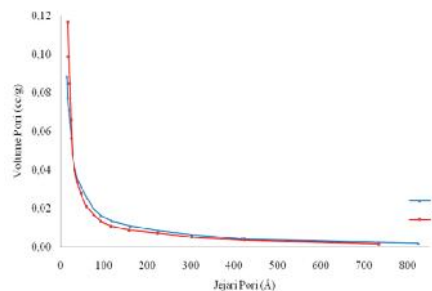
Gambar 3. Isotermal Adsorpsi-Desorpsi (a) Montmorillonit dan (b) Montmorillonit-TiO₂

Gambar 3. menunjukkan bahwa montmorillonit dan komposit Montmorillonit-TiO₂ sesuai dengan adsorpsi isoterm tipe IV menurut klasifikasi Brunauer, Deming Deming dan Teller (BDDT) yang karakteristik dengan sistem yang memiliki ukuran mesopori. Adsorpsi pada permukaan mesopori memberikan kecenderungan terjadi melalui pembentukan multilayer diikuti dengan kondensasi kapilar. Pada tekanan relatif rendah, pola adsorpsi menyerupai yang terjadi pada makropori, namun pada tekanan relatif yang tinggi jumlah gas teradsorpsi meningkat tajam oleh adanya kondensasi kapiler dalam mesopori. Kondensasi dan evaporasi kapiler terjadi pada tekanan relatif yang berbeda sehingga akan menunjukkan adanya histeresis loops [4]. Histeresis loops yang terbentuk pada montmorillonit dan komposit Montmorillonit-TiO₂ mengikuti tipe H4 yang menunjukkan terbentuknya pori terbuka yang heterogen.

Distribusi ukuran pori dari montmorillonit dan komposit Montmorillonit-TiO₂ dapat ditentukan juga menggunakan analisis serapan gas dengan metode BJH.

Pada montmorillonit, pori yang berukuran mikro sebesar 12,35 % dari setiap cc/g sampel. Sedangkan untuk pori dengan ukuran meso memiliki distribusi yang cukup besar yakni 75,43% dan pori dengan ukuran makro memiliki persentase 12,22% dari total pori yang dimiliki oleh sampel montmorillonit dalam setiap cc/g. Berdasarkan hasil tersebut maka montmorillonit alam hasil pemurnian didominasi oleh pori dengan ukuran meso dengan persentase sebesar 75,43%.

Pada komposit Montmorillonit-TiO₂ distribusi pori dengan ukuran mikro sebesar 6,189%, pori ukuran meso sebesar 76,33% dan pori dengan ukuran makro sebesar 17,47%. Berdasarkan data tersebut terlihat bahwa terjadi penurunan jumlah pori yang berukuran mikro. Hal ini terjadi karena modifikasi montmorillonit dengan TiO₂ memperbesar ukuran pori. Hal ini diperkuat dengan bertambah tingginya persentase pori dengan ukuran meso dan makro pada komposit Montmorillonit-TiO₂. Grafik distribusi ukuran pori montmorillonit dan komposit Montmorillonit-TiO₂ ditunjukkan pada gambar 4.

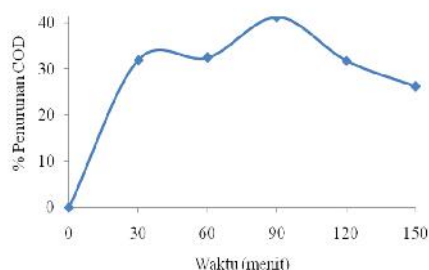


Gambar 4. Distribusi ukuran pori montmorillonit (a) dan Montmorillonit-TiO₂ (b) menggunakan montmorillonit

Berdasarkan data distribusi pori tersebut peningkatan volume pori dari komposit Montmorillonit-TiO₂ disebabkan oleh peningkatan rerata jari pori dari montmorillonit oleh adanya TiO₂ di antar lapis montmorillonit. Akan tetapi selain TiO₂ berada di antar lapis montmorillonit, beberapa TiO₂ juga terdispersi di permukaan montmorillonit sehingga menurunkan luas permukaan komposit Montmorillonit-TiO₂.

Adsorpsi dan Fotodegradasi Limbah Cair Pabrik Gula dengan Montmorillonit dan Komposit Montmorillonit-TiO₂

Adsorpsi Limbah cair pabrik gula menggunakan montmorillonit bertujuan untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik dari komposit Montmorillonit-TiO₂. Hal ini dimaksudkan untuk memberikan gambaran perbandingan antara aktivitas montmorillonit dan komposit Montmorillonit-TiO₂ terhadap limbah cair pabrik gula.



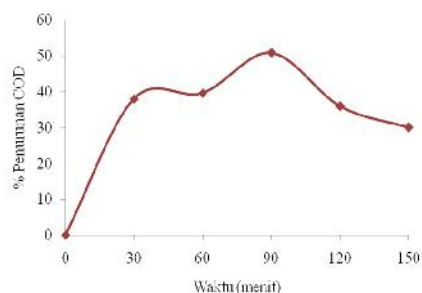
Gambar 5. Penurunan nilai COD limbah cair pabrik gula yang diolah secara adsorpsi

Penurunan nilai COD terbesar diperoleh dengan menggunakan montmorillonit setelah dikontakkan selama 90 menit dengan persentasi penurunan nilai COD sebesar 41,19 % sebagaimana ditunjukkan dalam gambar 5. Pada montmorillonit tidak terjadi proses fotodegradasi melainkan proses adsorpsi.

Limbah cair pabrik gula hanya teradsorpsi ke dalam antar lapis montmorillonit.

Proses fotodegradasi limbah cair pabrik gula dilakukan dengan menggunakan sistem *batch* disertai dengan pengadukan selama proses fotokatalitik memungkinkan seluruh bagian fotokatalis dapat terkena sinar UV. Penggunaan sinar UV dalam reaktor berfungsi sebagai penyedia energi foton karena proses fotokatalitik TiO₂ dapat berlangsung sempurna dengan adanya bantuan cahaya.

Berdasarkan data adsorpsi limbah cair pabrik gula oleh montmorillonit yang optimum setelah dikontakkan selama 90 menit dengan persentase penurunan nilai COD sebesar 41,19%, menunjukkan bahwa setelah dikontakkan selama 90 menit tersebut terjadi kejenuhan situs aktif dari montmorillonit alam sehingga terjadi penurunan persentase nilai COD setelah melewati waktu optimum kontak montmorillonit alam dengan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam limbah cair pabrik gula.



Gambar 6. Penurunan nilai COD limbah cair pabrik gula yang diolah secara fotodegradasi menggunakan komposit Montmorillonit-TiO₂

Gambar 6. menunjukkan hasil pengukuran nilai COD limbah cair pabrik gula setelah difotodegradasi dengan komposit Montmorillonit-TiO₂ mengalami optimum setelah dikontakkan selama 90 menit. Kemampuan fotodegradasi pada komposit

Montmorillonit-TiO₂ lebih besar dibandingkan dengan kemampuan adsorpsi dengan montmorillonit alam yakni menurunkan nilai COD sebesar 50,81 %. Hal ini disebabkan oleh adanya fotokatalis TiO₂ yang terdapat dalam komposit Montmorillonit-TiO₂.

Pada saat fotokatalis terkena radiasi sinar *ultra violet* (UV) maka elektron-elektron dalam pita valensi dari semikonduktor tersebut akan tereksitasi ke pita konduksi yang akan menghasilkan e⁻ dan kekosongan atau *hole* (h⁺). Selanjutnya *hole* (h⁺) akan bereaksi dengan hidroksida titan (>Ti^{IV}OH) yang terdapat dalam larutan membentuk radikal hidroksida titan (>Ti^{IV}OH)[•], yang kemudian mengoksidasi limbah cair pabrik gula. Radikal ini akan terbentuk terus-menerus selama sinar UV masih mengenai TiO₂ dan akan menyerang limbah cair pabrik gula yang ada pada permukaan katalis sehingga limbah cair pabrik gula tersebut mengalami degradasi.

Gambar 6. juga menunjukkan setelah dikontakkan selama 90 menit kemampuan komposit Montmorillonit-TiO₂ dalam menghilangkan limbah cair pabrik gula mengalami penurunan hal ini disebabkan karena terjadi proses penjumlahan pada permukaan komposit Montmorillonit-TiO₂ oleh limbah cair pabrik gula.

Penjumlahan permukaan komposit Montmorillonit-TiO₂ dapat menghambat pembentukan gugus titanol pada TiO₂, sehingga terjadi rekombinasi antara e⁻ dan h⁺ karena *trapping agent* yang diperlukan tidak tersedia. Proses rekombinasi muatan tersebut juga disertai dengan pelepasan panas [9]. Panas yang dihasilkan dari proses rekombinasi mampu mempengaruhi kesetimbangan adsorpsi-desorpsi pada permukaan komposit, sehingga menurunkan aktivitas adsorpsinya. Hal tersebut dapat terlihat dari menurunnya aktivitas komposit Montmorillonit-TiO₂ dari menit ke 90 sampai ke 150. Dengan demikian, waktu optimum penggunaan

komposit Montmorillonit-TiO₂ adalah 90 menit.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa sintesis komposit Montmorillonit-TiO₂ dilakukan dengan metode sonokimia menghasilkan komposit dengan ciri-ciri: Jarak antar lapis montmorillonit mengalami peningkatan akibat adanya TiO₂, interaksi antara montmorillonit dan TiO₂ dalam komposit adalah interaksi fisik, luas permukaan komposit menurun, tetapi volume total pori dan jejari pori komposit mengalami peningkatan.

Kinerja montmorillonit dalam mengadsorpsi limbah cair pabrik gula optimum menurunkan nilai COD sebesar 41,19% setelah dikontakkan selama 90 menit, sedangkan kinerja komposit montmorillonit-TiO₂ dalam mendegradasi limbah cair pabrik gula menurunkan nilai COD sebesar 50,81 % setelah dikontakkan selama 90 menit.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] Isyuniarto, Usada, Widdi., Suryadi dan P., Agus. 2007. Jurnal Kimia Indonesia. Vol. 2 (1), 1-5.
- [2] LPP. 2006. *Penuntun Analisis Limbah Cair Pabrik Gula*.
- [3] Kabra K., Chaudhary R. and Sawhney R.L., 2004, A Review, Ind. Eng. Chem. Res., 43, 7683-7696
- [4] Fatimah, I. 2014. *Adsorpsi dan Katalisis Menggunakan Material Berbasis Clay*.
- [5] Timuda, GE. 2009, Tesis, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.

- [6] Nugraha, I. dan Somantri, A., 2013, Prosiding Seminar Nasional Kimia 2013, 441-447.
- [7] Zhang. Y..Y, Jiang, H., Zhang, Y., Xie, J. F., 2013, *Chemical Engineering Journal*, 229, 412-419.
- [8] Yates, J.T., A.L. Linsebigler and G. Lu. 1995. *Chems. Rev* 1995. 95: 735-758.

TANYA JAWAB :

Nama Penanya : Dian Ayu P

Nama Pemakalah : Atin Saraswati

Pertanyaan :

Bagaimana cara melarutkan TiO₂ dalam aquades? Padahal TiO₂ hanya larut dalam asam seperti H₂SO₄ ?

Jawaban :

Aquades di sini hanya sebagai medium gelombang ultrasonik yang dapat menurunkan partikel dalam ukuran nano.