

Kode/Nama Rumpun Ilmu: 112/Kimia

LAPORAN PENELITIAN HIBAH BERSAING

**PEMANFAATAN SENYAWA $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ SEBAGAI FOTOKATALIS
PADA REAKSI DEGRADASI POLUTAN ORGANIK**

TIM PENGUSUL

Ketua

Prof. A.K. Prodjosantoso, Ph.D (NIDN 0028106005)

Anggota

Dr. Cahyorini Kusumawardani (NIDN 0023077704)

M. Pranjoto Utomo, M.Si (NIDN 0008047106)

**UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
OKTOBER 2015**

Dibiayai oleh DIPA Direktorat Penelitian Pengabdian kepada Masyarakat Nomor DIPA
023.04.1.673453/2015, tanggal 14 November 2014, DIPA revisi 01 tanggal 03 2015. Skim:
062/SP2H/PL/DIT/LITABMAS/II/2015 Tanggal 5 Februari 2015

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dan Aplikasinya sebagai Fotokatalis pada Reaksi Degradasi Polutan Organik

Peneliti/Pelaksana

Nama Lengkap : Prof. ANTI KOLONIAL PRODJOSANTOSA

Nama Lengkap : M.Sc.,P.hD.

Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Yogyakarta

NIDN : 0028106005

Jabatan Fungsional : Guru Besar

Program Studi : Pendidikan Sains

Nomor HP : 08174124317

Alamat surel (e-mail) : prodjosantoso@uny.ac.id

Anggota (1)

Nama Lengkap : CAHYORINI KUSUMAWARDANI M.Si.

NIDN : 0023077704

Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Yogyakarta

Anggota (2)

Nama Lengkap : M PRANJOTO UTOMO M.Si.

NIDN : 0008047106

Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Yogyakarta

Institusi Mitra (jika ada) : -

Nama Institusi Mitra : -

Alamat : -

Penanggung Jawab : -

Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 1 dari rencana 2 tahun

Biaya Tahun Berjalan : Rp 55.000.000,00

Biaya Keseluruhan : Rp 135.180.000,00

Mengetahui,
Dekan FMIPA

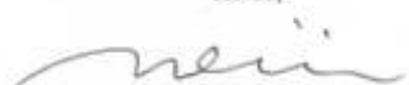
(Dr. Hartono)
NIP/NIK 196203291987021002



Yogyakarta, 28 - 10 - 2015

Ketua,

(Prof. ANTI KOLONIAL PRODJOSANTOSA
M.Sc.,P.hD.)
NIP/NIK 196010281985031002



Menyetujui,
Ketua LPPM

(Dr. Anik Gufron, M.Pd.)
NIP/NIK 196211111988031001



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
DAFTAR ISI	iii
ABSTRAK	iv
<i>ABSTRACT</i>	v
 I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian	2
C. Urgensi Penelitian	2
 II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Fotokatalis	4
B. Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$	6
C. Material Fotokatalis	7
D. Fotokatalitik Oksidasi Senyawa Organik	8
E. Metilen Biru	10
F. Peta Jalan Penelitian	11
 III METODE PENELITIAN	
A. Alat dan Bahan	13
B. Prosedur Penelitian	13
C. Sistematika Penelitian	15
D. Bagan Alir Penelitian	15
 IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. Difraksi sinar-X (XRD)	16
B. <i>Scanning Electron Microscopy- Electron Dispersive X-Ray Analyser</i>	17
C. Spektroskopi UV-Vis	20
D. Porosimetri	23
E. Spektroskopi Inframerah	23
F. Uji Adsorpsi pada Keadaan Gelap	24
 V KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Kesimpulan	30
B. Saran	30
 DAFTAR PUSTAKA	32
LAMPIRAN	35

PEMANFAATAN SENYAWA $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ SEBAGAI FOTOKATALIS PADA REAKSI DEGRADASI POLUTAN ORGA NIK

A.K. Prodjosantoso¹, Cahyorini K². dan M. Pranjoto Utomo³

^{1,2,3} Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, UNY Yogyakarta
¹ prodjosantoso@UNY.ac.id

ABSTRAK

Penelitian multi tahun ini bertujuan mempelajari karakter senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0$; 0,001; 0,025; 0,05 dan 0,1), dan aplikasinya sebagai fotokatalis pada reaksi degradasi polutan organik. Pada penelitian Tahun I dilakukan sintesis dan karakterisasi senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0$; 0,001; 0,025; 0,05 dan 0,1), sedangkan pada penelitian Tahun II akan dipelajari aplikasi senyawa tersebut pada reaksi degradasi polutan organik.

Pada penelitian Tahun I, senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ disintesis dengan menggunakan metode keramik, sedangkan karakterisasi dilakukan dengan metode XRD, SEM/EDX, spektroskopi UV/Vis, porosimetri, dan spektroskopi FTIR.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ memiliki struktur kristal ortorombik dengan grup ruang $Pbnm$, dan partikel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ cenderung membentuk agregat dengan ukuran antara 0,5–1,5 μm untuk $x=0$, dan antara 0,5–1,0 μm untuk $x=0,001$; 0,025; 0,05 dan 0,1. Spektra EDX menunjukkan perbandingan komposisi senyawa mendekati komposisi teoritis. Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ memiliki energi celah pita antara 3,79 eV sampai dengan 4,23 eV untuk daerah E_g1 , dan antara 2,68 eV sampai dengan 3,38 eV untuk daerah E_g2 . Spektra FTIR menunjukkan daerah serapan di sekitar 412 cm^{-1} dan 446 cm^{-1} pada $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ yang - karakteristik untuk ikatan Ti-O. Luas permukaan paling besar ditunjukkan oleh $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$, $x=0,025$ yaitu sebesar 8,2681 m^2/g . Adsorpsi pada keadaan gelap katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ mengikuti pola isotherm Freundlich. Jumlah kapasitas adsorpsi untuk $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dengan $x=0$; 0,001; 0,025; 0,05; dan 0,1 berturut-turut adalah 0,41908; 0,00098; 0,00050; 0,00121; dan 0,00052 mol/gram.

Kata Kunci: Adsorpsi, $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$, foto katalitis.

APPLICATION OF $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0$; 0,001; 0,025; 0,05 and 0,1) AS ORGANIC POLLUTANT DEGRADATION CATALYST

A.K. Prodjosantoso¹, Cahyorini K². dan M. Pranjoto Utomo³

^{1,2,3} Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, UNY Yogyakarta
¹ prodjosantoso@UNY.ac.id

ABSTRACT

This multi year research aims to find out the character of $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0$; 0.001; 0.025; 0.05; and 0.1), and its application as organic pollutant degradation catalyst.

The $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ was synthesized using a standard ceramic method. A series method was used to characterize $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ie. X-Ray Diffraction (XRD), SEM/EDX, UV/Vis spectroscopy, porosimetry, and FTIR spectroscopy. Adsorption test was conducted in the dark by mixing $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ with a series methylene blue solution.

The research indicated that $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ has orthorhombic crystal structure with space group of *Pbnm*, and found that $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ particles form aggregates having size between 0.5 to 1.5 μm ($x=0$) and 0.5 to 1.0 μm ($x=0$; 0.001; 0.025; 0.05 and 0.1). EDX spectra confirms that the compound composition ratio is nearly similar to the theoretical one. UV-Vis Spectroscopy analysis identify energy band gaps of 3.79 to 4.23 eV (E_g1) and 2.68 to 3.38 eV (E_g2). FTIR spectra reveal the absorption at 412 cm^{-1} and 446 cm^{-1} indicated the Ti-O vibrations. Porosimetry analysis indicates the largest surface area of 8.2681 m^2/g for $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0.025$). Adsorption test of the $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ catalyst in the dark was carried out after the Freundlich isotherm. It was established that the amount of adsorption capacity of $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0$; 0.001; 0.025; 0.05; and 0.1) is 0.41908, 0.00098, 0.00050, 0.00121 and 0.00052 mol/gram, respectively.

Keywords: *Adsorption, $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$, photocatalyst.*

BAB 1

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi saat ini berkembang dengan sangat pesat, begitu pula pada bidang perindustrian. Perkembangan ini memiliki dampak negatif, salah satunya masalah pencemaran lingkungan. Pencemaran lingkungan di bidang industri terutama dari industri tekstil yang disebabkan zat pewarna yang cukup memprihatinkan dibutuhkan penanganan serius untuk menanganinya (Kadek *et al.*, 2002). Permasalahan limbah mendorong pemerintah untuk mengeluarkan Peraturan Pemerintah Nomor 18 Tahun 1999 (Riyanto, 2010) tentang pengolahan limbah bahan berbahaya dan beracun. Pada tanggal 27 Februari ditetapkan bahwa jenis industri atau kegiatan tekstil diantaranya (kode limbah D213), menghasilkan pencemaran dari pigmen, zat warna dan pelarut organik, termasuk dalam daftar limbah B3 dari sumber yang spesifik. Jenis limbah zat pewarna berupa senyawa organik *non-biodegradable* yang sukar terurai, bersifat resisten dan beracun. Oleh karena itu penemuan teknologi penanganan limbah beracun tersebut perlu untuk dilakukan.

Degradasi suatu senyawa menggunakan sinar memerlukan material semikonduktor sebagai fotokatalis. Fotokatalis yaitu fotoreaksi yang dipercepat dengan penggunaan katalis. Saat ini telah dikenal teknologi pemanfaatan fotokatalis sebagai fotodegradasi polutan menggunakan material oksida. Pada oksidasi fotokatalis, penyinaran cahaya *ultra-violet* (UV) akan memberikan energi yang dapat digunakan untuk menghasilkan pasangan elektron dan lubang (*hole*). Pasangan elektron-*hole* ini dapat berdifusi ke permukaan partikel oksida yang kemudian mengoksidasi dan mereduksi polutan (Subiyanto, 2009). Dalam penelitian ini akan dikembangkan $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ yang merupakan senyawa baru antara CaTiO_3 dan CoTiO_3 . Senyawa CoTiO_3 memiliki *bandgap* 2,53 eV sehingga senyawa tersebut memiliki aktivitas yang baik di daerah sinar tampak. Apabila *bandgap* dari senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ kurang optimal, maka dapat dilakukan pelapisan Ag (perak) pada senyawa tersebut.

Penyinaran dapat dilakukan dengan menggunakan sumber cahaya seperti lampu

merkuri dengan lama penyinaran 0-210 menit untuk mendegradasi metil oranye dan 0-75 menit untuk mendegradasi metil jingga (Awati *et al.*, 2003 dan Tong *et al.*, 2008), lampu UV dengan lama penyinaran 0-210 menit untuk mendegradasi metil jingga (Eshafani *et al.*, 2008) dan lampu xenon dengan lama penyinaran 0-7 jam untuk mendegradasi metil oranye. Selain itu, uji aktivitas fotokatalitik ini juga dapat menggunakan cahaya matahari sebagai sumber cahaya yang dilakukan dengan lama penyinaran 0-210 menit pada pukul 10.00-12.00 untuk mendegradasi metil oranye (Geng *et al.*, 2009).

B. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis dan karakterisasi senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0$; 0,001; 0,025; 0,05 dan $x=0,1$). Sehubungan dengan potensinya sebagai fotokatalis, senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ selanjutnya diuji aktivitas fotokatalitiknya dalam proses degradasi senyawa organik dengan menggunakan sinar matahari sebagai sumber cahaya. Selain menggunakan sinar penelitian juga dilakukan tanpa penyinaran. Hal ini dilakukan untuk membuktikan apakah senyawa organik tersebut benar-benar terdegradasi atau hanya terabsorpsi.

Secara khusus penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mensintesis dan mengkarakterisasi material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ untuk aplikasi fotodegradasi senyawa organik berbahaya.
2. Mempelajari aplikasi senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ hasil sintesis sebagai fotokatalis dalam reaksi degradasi senyawa organik berbahaya.
3. Melakukan regenerasi senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dan aktivitasnya kembali sebagai fotokatalis.
4. Menghasilkan tiga publikasi dengan minimal satu publikasi dalam jurnal internasional.

C. Urgensi Penelitian

Senyawa organik berbahaya seperti fenil, metilen biru dan metil oranye yang sering terdapat dalam limbah industri dapat memberikan dampak buruk terhadap lingkungan. Bahan-bahan tersebut dapat didegradasi melalui reaksi oksidasi fotokatalitik, antara lain dengan menggunakan material semikonduktor yang memiliki aktivitas fotokatalis. Selama ini pemanfaatan TiO_2 sebagai fotokatalis degradasi bahan kimia dengan memanfaatkan

sinar matahari sebagai sumber sinar untuk aplikasi yang luas masih memiliki hambatan pada efisiensi aktivitas di daerah sinar tampak. Oleh karena itu perlu dilakukan strategi baru untuk mengembangkan material yang lebih aktif di daerah sinar tampak.

Manfaat penelitian ini antara lain untuk mengembangkan material fotokatalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ yang dipreparasi dengan variasi konsentrasi $x = 0$ sampai dengan 0,1 untuk aplikasi fotokatalis pada reaksi degradasi senyawa organik berbahaya. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan rekomendasi tentang metode preparasi dan karakter senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ serta karakter aktivitas fotokatalitiknya dalam sistem degradasi senyawa organik polutan. Target dari penelitian ini dapat menghasilkan tiga publikasi dengan minimal satu publikasi dalam jurnal internasional.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

A. Fotokatalis

Penurunan kualitas air karena pencemaran oleh limbah organik maupun non organik menjadi masalah terutama di kota-kota besar. Industri tekstil merupakan salah satu penghasil limbah cair yang berasal dari proses pewarnaan. Selain mengandung zat warna, limbah industri tekstil juga mengandung bahan-bahan sintetik yang sukar larut atau diuraikan. Pada proses pewarnaan dihasilkan limbah cair yang berwarna keruh dan pekat. Warna air limbah tergantung pada zat warna yang digunakan. Limbah zat warna yang dihasilkan dari industri tekstil umumnya merupakan senyawa organik *non- biodegradable*, yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan terutama lingkungan perairan. Senyawa pewarna di lingkungan perairan dapat mengalami dekomposisi secara alami oleh adanya cahaya matahari, namun reaksi ini berlangsung relatif lambat, karena intensitas cahaya UV yang sampai ke permukaan bumi relatif rendah. Hal ini menyebabkan akumulasi zat warna ke dasar perairan atau tanah lebih cepat daripada fotodegradasinya (Dae-Hee *et al.*, 1999 dan Alkdasi, 2004).

Teknologi fotokatalisis dikembangkan sebagai salah satu teknologi penanganan limbah senyawa organik di lingkungan perairan. Katalisis dapat dijelaskan sebagai proses melibatkan suatu bahan yang berinteraksi secara intim dengan reaktan dan melalui tingkat energi yang lebih rendah dapat mempercepat reaksi yang meskipun lebih disukai secara termodinamika tetapi lambat secara kinetic. Fotokatalisis mulai dikembangkan sejak tahun 1920 dengan penemuan semikonduktor oksida ZnO sebagai sensitizer fotoreaksi dekomposisi senyawa organik dan anorganik. Pada awal tahun 1980- an, TiO₂ mulai digunakan pertama kali untuk sensitisasi reaksi fotomineralisasi senyawa organik terseleksi. Sejak saat itu, penelitian di bidang fotokatalis didominasi studi pada fotokatalitik oksidasi senyawa organik dalam air selain oksidasi bakteri dan senyawa organik volatil yang bertujuan untuk pemurnian udara.

Keuntungan penggunaan oksida fotokatalis adalah digunakannya sumber energi cahaya matahari. Selain itu oksidasi fotokatalis akan mengubah senyawa-senyawa berbahaya dan beracun di dalam air menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti

karbondioksida dan air (Tian, 2009). Selain itu, stabilitas oksida relatif tinggi. Kemampuan suatu semikonduktor fotokatalis oksida logam transisi dilaporkan dapat mengalami peningkatan apabila memiliki ukuran partikel dalam kisaran nanometer. Apabila terjadi penurunan dimensi partikel semikonduktor sampai ke daerah nanometer (1-10 nm) ternyata terjadi kenaikan energi *band gap* (E_g), sebagai ukuran kemampuan fotokatalis, seiring dengan semakin turunnya ukuran partikel (Sumerta *et al.*, 2002).

Salah satu material titanat lain yang sangat bermanfaat adalah kobalt titanat (CoTiO_3). Kobalt titanat merupakan suatu material yang mirip dengan FeTiO_3 . Material ini mengadopsi struktur *ilmenite* karena ukuran kation-kationnya hampir sama, sedangkan sistem kristalnya adalah rombohedral. Metode-metode yang sering dilakukan untuk mensintesis kobalt titanat adalah metode sol-gel, metode *Pecchini*, dan ko-presipitasi. Kobalt titanat (CoTiO_3) banyak diaplikasikan sebagai material sensor gas, katalis, dan lain-lain. Sifat dielektrik yang cukup bagus dari CoTiO_3 juga sangat potensial untuk dimanfaatkan sebagai bahan transistor (Chuang *et al.*, 2010)

Berbagai metode pernah dilakukan untuk mensintesis senyawa kalsium titanat. Kalsium titanat umumnya disintesis menggunakan metode reaksi konvensional zat padat yaitu dengan cara mereaksikan TiO_2 dan CaCO_3 atau CaO pada temperatur sekitar 1350 $^{\circ}\text{C}$. Metode pencampuran basah sering dilakukan untuk mensintesis CaTiO_3 dengan menggunakan perbandingan stoikiometri prekursor-prekursor tertentu. Metode-metode pencampuran basah yang lazim digunakan antara lain: sol-gel (Pfaff, 1996), ko-presipitasi (Tong *et al.*, 2008), teknik larutan organik-anorganik (Lee *et al.*, 2004), hidrotermal (Kutty *et al.*, 1988), dan metode pembakaran (Muthuraman *et al.*, 1996).

Senyawa CaTiO_3 yang termasuk senyawa sangat stabil dengan struktur perovskite dan sistem kristal ortorombik sering digunakan secara luas pada perangkat-perangkat elektronik dan untuk imobilisasi limbah nuklir (Ringwood *et al.*, 1998). Menurut Suvorov *et al.* (2001), CaTiO_3 dapat diaplikasikan untuk sistem komunikasi yang dioperasikan oleh gelombang mikrowave (UHF dan SHF). Substitusi ion Ca^{2+} dengan ion trivalen (Sm^{3+} atau Nd^{3+}) dalam CaTiO_3 menghasilkan struktur kristal baru, yang akhirnya mempengaruhi sifat dielektrik material ini. Umumnya pengaruh substitusi ini akan menghasilkan tetapan dielektrik material yang tinggi dan *dielectric loss* yang rendah (Kim *et al.*, 1995). Perubahan sifat ini memungkinkan aplikasi CaTiO_3 sebagai

microwave dielectric ceramic terutama pada resonator dan filter (Kim *et al.*, 2000). Dere'n juga menerangkan bahwa substitusi Ca^{2+} dengan ion Pr^{3+} dan Er^{3+} akan meningkatkan sifat optis dari CaTiO_3 (Dere'n *et al.*, 2008).

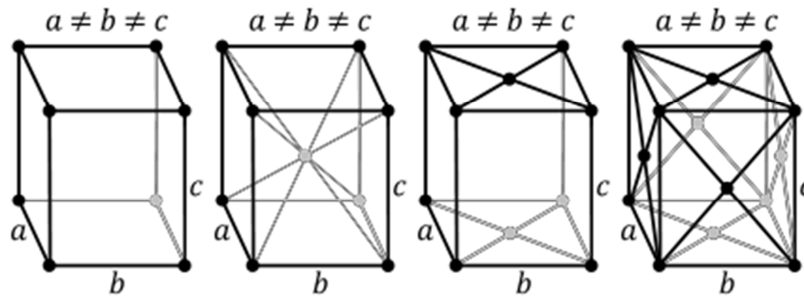
CaTiO_3 dapat didedah dengan kation-kation yang menyebabkan perubahan sifat konduktivitas material. Untuk meningkatkan fluoresensi dari serbuk CaTiO_3 dapat dilakukan dengan penyisipan Pr^{3+} , atau menggunakan ion monovalen seperti Ag^+ atau Na^+ untuk mensubstitusi Ca^{2+} , atau menggunakan kation trivalen untuk mensubstitusi Ti^{4+} (Diallo *et al.*, 2001). Sedangkan untuk mempertinggi luminansi dan fosforesensi serbuk CaTiO_3 digunakan bahan pensubstitusi beberapa kation divalen, seperti Zn^{2+} atau Mg^{2+} . Bahan-bahan lain yang pernah didedah dalam CaTiO_3 yaitu Fe^{3+} (Becerro *et al.*, 2002), Nb^{5+} (Wang *et al.*, 2002), dan Np^{4+} (Sato *et al.*, 2005).

B. Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

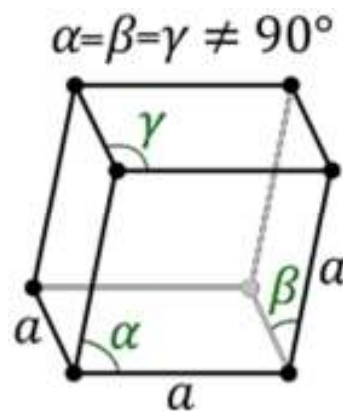
Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ merupakan senyawa yang terbentuk diantara CaTiO_3 dan CoTiO_3 , dengan x merupakan variasi mol dari masing-masing prekursor. Senyawa ini belum pernah disintesis sebelumnya. Hal yang cukup menarik dari senyawa ini adalah masing-masing senyawa awal yang terbentuk mempunyai struktur dan sistem kristal yang berbeda. CaTiO_3 adalah senyawa dengan struktur perovskite dan sistem kristal ortorombik, sedangkan CoTiO_3 merupakan senyawa dengan struktur *ilmenite* dan sistem kristal rombohedral. Pada fraksi mol prekursor CaCO_3 yang lebih banyak, maka senyawa yang terbentuk akan cenderung mengadopsi bentuk ortorombik. Sedangkan ketika fraksi mol $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ lebih banyak maka akan cenderung mengadopsi bentuk rombohedral. Sehingga akan sangat menarik bagi para peneliti untuk menyelidiki titik-titik kritis perubahan fasa kristal dalam senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$.

Dalam kristalografi, sistem kristal ortorombik mempunyai 3 sumbu kristal yang saling tegak lurus satu dengan yang lain. Ketiga sumbu kristal itu mempunyai panjang yang berbeda ($a \neq b \neq c$), tetapi nilai $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Terdapat 4 kisi Bravais dari kristal ortorombik seperti ditunjukkan pada Gambar 1. Pada bentuk rombohedral, kristal digambarkan sebagai kubik yang diregangkan sepanjang bidang diagonal sehingga $a = b = c$; dan $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ (Hurlbut & Klein, 1985). Struktur rombohedral digambarkan

seperti pada Gambar 2.



Gambar 1. Kisi Bravais Kristal Ortorombik sederhana (a), pusat badan (b), pusat alas (c) dan pusat muka (d).



Gambar 2. Struktur Kristal Rombohedral.

Senyawa sejenis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ yang pernah disintesis adalah $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ dan $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$. Berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan, senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ dengan nilai $x = 0$ sampai dengan $x = 0,6$ memiliki struktur ortorombik. Pada nilai $x = 0,65$ nampak adanya titik kritis perubahan fasa kristal dari struktur ortorombik ke tetragonal dengan *space group* $I4/mcm$. Pada peningkatan substitusi Sr lebih lanjut, fasa kristal akan berubah menjadi kubik dengan *space group* $Pm3m$ (Yamanaka *et al.*, 2002).

Karakterisasi kristal senyawa $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ menggunakan XRD menunjukkan struktur kubik spinel $(\text{Zn},\text{Co})_2\text{TiO}_4$, dan struktur rutil pada senyawa dengan nilai $x = 0 > x \geq 0,5$. Senyawa dengan nilai $x = 0,5$ sampai dengan $x = 0,7$ menunjukkan struktur spinel, rutil, dan *ilmenite*. Tetapi, pada senyawa dengan nilai x diatas 0,7 akan didapatkan fasa tunggal *ilmenite* (Kim *et al.*, 2000).

C. Material Fotokatalis

Fotokatalis merupakan bahan yang dapat mengubah laju reaksi kimia dengan

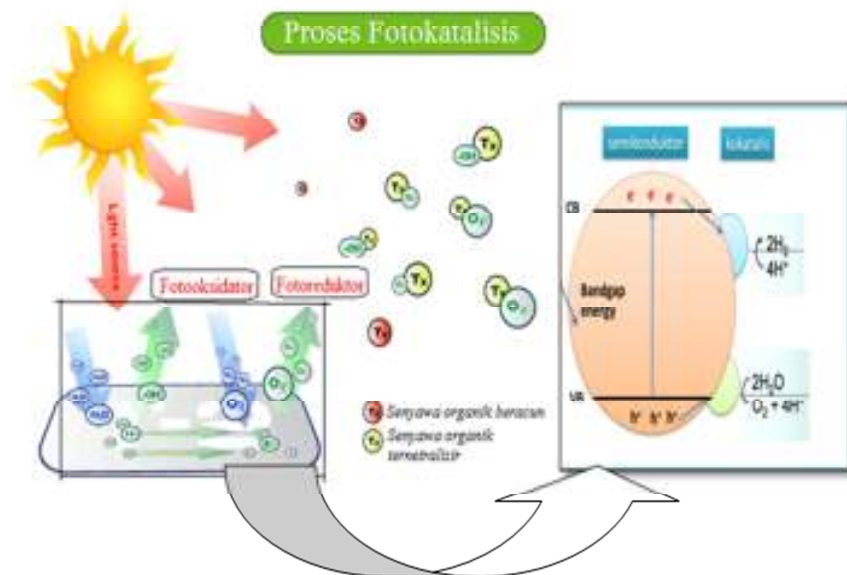
menggunakan radiasi cahaya. Fotokatalis biasanya merupakan oksidator kuat yang mampu memecah material organik menjadi CO₂ dan air dengan bantuan sinar matahari.

Fotokatalitik dapat dibagi menjadi 2 macam, yaitu fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalitik dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen dilakukan dengan bantuan semikonduktor yang diiradiasi dengan sinar UV. Fotokatalitik heterogen adalah teknologi oksidasi yang merupakan suatu metode baru dalam pemurnian air limbah. Fotokatalis diiradiasi oleh sinar UV ($\lambda = 413 \text{ nm}$) menghasilkan pasangan elektron-*hole* dan membentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil mendegradasi berbagai macam polutan organik, seperti herbisida, pestisida, aromatik, alifatik, pewarna, dan biopolimer seperti protein, karbohidrat, dan lemak (Manendar, 2010).

Salah satu cara pengolahan limbah cair adalah melalui proses kimia dengan cara fotokatalitik yaitu pengolahan dengan cara penambahan katalis dan cahaya pada limbah tersebut. Dengan proses fotokatalitik limbah organik akan terdegradasi menjadi CO₂ dan H₂O sehingga diharapkan dapat mereduksi kandungan *Biochemical Oxygen Demand* (BOD), *Chemical Oxygen Demand* (COD), pH dan daya hantar listrik yang merupakan tolok ukur pencemaran oleh zat-zat organik (Manendar, 2010).

D. Fotokatalitik Oksidasi Senyawa Organik

Tujuan reaksi fotokatalisis heterogen adalah untuk mendekomposisi senyawa organik yang berbahaya bagi manusia dan lingkungan. Proses oksidasi fotokatalitik dapat mengganti banyak metode desinfeksi seperti ozonisasi, klorinasi dan radiasi UV-C yang berpotensi menimbulkan bahaya (Chaterine, 2002: 145-156). Contoh senyawa organik yang sukses didekomposisi menjadi CO₂ dan senyawa yang lebih ramah dengan fotokatalisis antara lain fenol, halofenol, alkoalkana, hidrokarbon, aromatik, kresol, alkohol, polimer, herbisida, peptisida bakteri, virus, jamur, sel kanker, dan spora resisten tinggi. Skema reaksi fotokatalisis dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Proses Fotokatalisis

Secara singkat skema tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut:

- Fotokatalis menyerap cahaya dalam bentuk energi foton. Energi ini digunakan untuk melepaskan elektron dari VB (*Valence Band*) ke CB (*Conduction Band*). Supaya elektron bisa tereksitasi dari VB ke CB, energi yang diserap oleh fotokatalis harus sama dengan atau lebih besar dari *bandgap energy* fotokatalis.
- Elektron yang telah mencapai di CB kemudian ditransfer ke permukaan fotokatalis untuk mereduksi air menjadi hidrogen. Reaksi air menjadi hidrogen ini adalah reaksi reduksi H⁺ menjadi H₂ yaitu muatan +1 berkurang menjadi netral dengan menyerap elektron.
- Karena elektron dari VB sudah tereksitasi ke CB, tentu saja tempat elektron di VB menjadi kosong (*empty orbital*). Orbital kosong ini disebut *hole*, suatu karakter yang juga mempunyai peran penting dalam reaksi ini. Sama seperti elektron, *hole* akan ditransfer ke permukaan fotokatalis dan mengoksidasi air menjadi oksigen (H₂O menjadi O₂).
- Elektron yang sudah mencapai CB bisa kembali lagi ke VB (*recombination reaction*). Salah satu cara untuk mencegah *recombination reaction* adalah dengan menambahkan material lain di permukaan fotokatalis. Material lain yang ditambahkan ini dinamakan kokatalis dan biasanya berupa nanomaterial. Kokatalis mempunyai fungsi ganda, yaitu

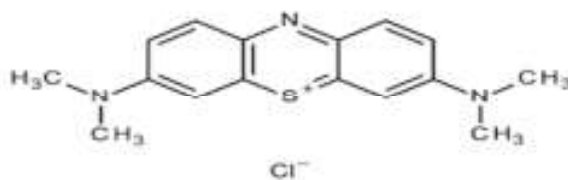
sebagai *active site* untuk reduksi/oksidasi air dan untuk mengekstrak elektron dari fotokatalis sehingga tidak kembali ke VB.

Mekanisme dasar dekomposisi senyawa organik adalah sama, meskipun variasi pada karakteristik fotokatalis sangat kritis terhadap reaksi seperti jumlah dan sisi keasaman permukaan dan potensial redoks fotokatalisis relatif terhadap spesies organik maupun anorganik. Fotokatalis nano partikel sering lebih mudah untuk menciptakan sistem dengan efisiensi yang tinggi dan dapat diimplementasikan pada campuran larutan berair untuk interaksi yang lebih dekat dan konsisten dengan senyawa organik. Lapis tipis memiliki keunggulan tidak diperlukannya proses penyaringan katalis setelah reaksi fotokatalitik selesai sehingga menguntungkan untuk aplikasi permukiman udara dan destruksi bakteri.

E. Metilen Biru

Metilen biru merupakan zat warna dasar yang penting dalam proses pewarnaan kulit, kain mori, dan kain katun. Penggunaannya dapat menimbulkan efek samping yaitu iritasi saluran pencernaan jika tertelan, sianosis bila terhirup, iritasi pada kulit bila tersentuh oleh kulit.

Zat warna tekstil umumnya terbuat dari senyawa azo dan turunannya dari gugus benzena. Gugus benzena sangat sulit terdegradasi. Senyawa azo bila terlalu lama berada dilingkungan akan menjadi sumber penyakit karena sifatnya karsinogenik dan mutagenik. Karena itu perlu dicari alternatif efektif untuk menguraikan limbah tersebut. Zat warna berasal dari sisa-sisa zat warna yang tak larut dan juga dari kotoran serat alam. Selain mengganggu lingkungan zat warna juga dapat bersifat racun dan sukar dihilangkan. Zat warna azo juga banyak digunakan dalam industri tekstil, makanan, kosmetika, dan obat-obatan. Zat warna azo adalah senyawa yang paling banyak terdapat pada zat warna tekstil, yaitu sekitar 60-70%. Senyawa azo memiliki struktur $R-N=N-R'$, dengan R gugus $-N=N$ yang dinamakan struktur azo (Sen & Demirel, 2003: 595-601). Metilen biru merupakan senyawa kimia aromatik heterosiklik dengan rumus molekul $C_{16}H_{18}SCl \cdot 3H_2O$ dan memiliki rumus struktur seperti tersaji pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur Metilen Biru

Senyawa Metilen biru memiliki struktur sedemikian rupa sehingga dapat menyerap radiasi sinar UV-Vis. Penerapan cahaya dengan interaksi yang kuat dapat menyebabkan pembentukan radikal bebas yang disebut senyawa fotoaktif. Senyawa organik termasuk metilen biru setelah menyerap sinar UV/ energi foton ($h\nu$) akan teraktifkan sehingga menjadi tidak stabil dan akan mengalami peruraian menjadi molekul-molekul yang lebih kecil dan relatif tidak berbahaya bagi lingkungan. Reaksi tersebut disebut fotolisis atau fotodegradasi. Reaksi fotodegradasi metilen biru dapat dituliskan sebagai berikut:



Penggunaan zat warna metilen biru secara luas akan menyebabkan penyebaran limbah zat warna ke dalam lingkungan tanpa pengolahan terlebih dahulu. Hal ini dapat merusak lingkungan dan berbahaya bagi manusia karena zat warna tersebut merupakan pemicu penyakit kanker/ bersifat karsinogenik.

F. Peta Jalan Penelitian

Penelitian tentang kalsium titanat telah dilakukan sebelumnya. Penelitian tentang pendedahan kalsium titanat yang akan dilakukan ini didasarkan pada penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya. Kalsium titanat telah berhasil didedah dengan kation Nb^{5+} . Metode sintesis yang digunakan adalah metode keramik, yaitu dengan memanaskan CaCO_3 , TiO_2 , dan Nb_2O_3 secara stoikiometri pada suhu 1350°C selama 16 jam, kemudian dibentuk menjadi suatu lapisan film tipis. Kalsium titanat yang didedah oleh logam Nb^{5+} menghasilkan senyawa baru ($\text{CaTi}_{0,9}\text{Nb}_{0,1}\text{O}_3$ atau CTNO) dengan tipikal semikonduktor dan memiliki kristalinitas yang baik (Wang *et al.*, 2002).

Marques *et al.* (2009) juga berhasil melakukan pendedahan kalsium titanat dengan kation Nd^{3+} . Penelitian ini dilakukan menggunakan metode *CPM (Complex Polimerization Method)* dengan menggunakan prekursor CaCO_3 , $[\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4]$, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$,

asam sitrat anhidrat, dan Nd_2O_3 . Senyawa yang dihasilkan adalah serbuk $(\text{Ca}_{0,99}\text{Nd}_{0,01})\text{TiO}_3$ yang mempunyai struktur ortorombik.

Pada tahun 2000, Kim *et al.* berhasil melakukan preparasi senyawa $\text{Zn}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dengan berbagai variasi nilai x pada suhu 1150°C . Karakterisasi kristal menggunakan XRD menunjukkan adanya kubik spinel $(\text{Zn},\text{Co})_2\text{TiO}_4$ dan struktur rutil pada nilai $x = 0$ sampai dengan 0,5. Sedangkan untuk interval nilai $x = 0,5$ sampai dengan 0,7 senyawa memiliki struktur spinel, rutil, dan *ilmenite*. Tetapi, apabila nilai x lebih besar dari 0,7 maka akan didapatkan fase tunggal *ilmenite* (Kim *et al.*, 2000: 2696-2700).

Senyawa lain, yaitu $\text{Sr}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$, pernah disintesis oleh Souza *et al.* pada tahun 2005. Senyawa $\text{Sr}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dengan $0 \leq x \leq 0,3$ berhasil disintesis menggunakan metode matriks polimer. Analisis data XRD menunjukkan bahwa substitusi 10% mol Sr^{2+} dengan Co^{2+} menunjukkan kristal dengan fasa tunggal dengan struktur kubik. Sedangkan apabila besarnya substitusi Co^{2+} lebih besar dari 10% mol Sr^{2+} dan kristal dipanaskan lebih dari 900°C , maka akan didapatkan CoTiO_3 dengan struktur rombohedral sebagai fasa kedua (Souza *et al.*, 2005).

Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ pernah disintesis oleh Yamanaka *et al.* Senyawa dengan nilai $x = 0$ sampai dengan $x = 0,6$ memiliki struktur ortorombik. Senyawa dengan nilai $x = 0,65$ menunjukkan titik kritis perubahan fase kristal ortorombik ke bentuk tetragonal dengan *space group* $I4/mcm$. Pada peningkatan substitusi Sr lebih lanjut, fasa kristal akan berubah menjadi kubik dengan *space group* $Pm3m$ (Yamanaka *et al.*, 2002).

Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ merupakan senyawa sintetis baru. Ukuran dan bentuk partikel, energi *gap*, serta struktur kristal sangat berpengaruh terhadap kemampuan fotokatalitik dalam mendegradasi suatu senyawa yang akan dimanfaatkan untuk fotodegradasi senyawa organik. Senyawa tersebut belum banyak dimanfaatkan, terutama pada fotodegradasi, sehingga senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ akan dimanfaatkan pada fotodegradasi metil oranye. Akan tetapi, karena senyawa ini merupakan senyawa baru maka juga dilakukan penentuan *bandgap* senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ untuk mengetahui daerah panjang gelombangnya.

BAB 3

METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat utama penelitian
 - a. Alat-alat gelas dan ukur
 - b. *Muffle furnace*
 - c. Oven
 - d. Krus alumina
 - e. *Shacker*
 - f. *Sentrifuge*
 - g. Botol semprot
 - h. Alat karakterisasi : XRD, *Scanning Electron Microscopy- Electron Dispersive X-Ray* Analyser (SEM-EDX), UV/Vis Diffuse Reflektansi (Spektroskopi UV-Vis), *Gas Sorption Analyser* (Porosimetri), Spektroskopi Inframerah (Nujol mull, 600-400 bilangan gelombang), *Spectronic 20*.
2. Bahan utama penelitian
 - a. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ p.a Merck
 - b. $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ p.a Merck
 - c. TiO_2 p.a Merck
 - d. Alkohol
 - e. Aseton
 - f. Metilen biru
 - g. Alumunium foil
 - h. Aquades

B. Prosedur Penelitian

Penelitian ini direncanakan untuk dilaksanakan selama dua tahun. Adapun penelitian tahun I dan ke II dapat dirinci sebagai berikut:

1. Tahun I:
 - a. Sintesis senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dengan metode keramik

- 1) Sebanyak $1-x$ mol $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, x mol $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, dan 1 mol TiO_2 ($x = 0; 0,1; 0,25; 0,5; 0,6; 0,65; 0,7; 0,75; 0,9$ dan 1) dimasukkan ke dalam lumpang porselin. Ketiga padatan digerus hingga homogen.
- 2) Campuran yang telah homogen dikalsinasi dengan *muffle furnace*. Kalsinasi dilakukan pada suhu 800°C , 1000°C dan 1100°C masing-masing selama 4 jam disertai pendinginan pada suhu ruang setelah masing-masing tahap pemanasan. Pada akhir kalsinasi ini diharapkan $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ telah terbentuk sebagai fasa tunggal.

b. Karakterisasi senyawa hasil sintesis

- 1) Analisis struktur : XRD.
- 2) Analisis morfologi permukaan dan komposisi senyawa: SEM/EDX dan TEM.
- 3) Analisis energi celah pita: UV/Vis Diffuse Reflektansi.
- 4) Analisis luas permukaan dan porositas: *Gas Sorption Analyser*.
- 5) Analisis gugus fungsional: FTIR.

2. Tahun II

a. Desain reaktor dan implementasinya

Beberapa metode telah banyak diaplikasikan untuk menguji dan membandingkan fotoaktivitas katalis baik serbuk maupun lapis tipis. Mengikuti metode yang dilakukan oleh Wade (2005), penentuan aktivitas fotokatalis untuk degradasi senyawa organik dilakukan menggunakan reaktor yang diradiasi dan terdiri dari katalis, degradan dan *electron scavenger*. Reaktor didesain untuk menguji fotokatalis baik dalam bentuk serbuk maupun lapis tipis dengan sumber radiasi UV dan sinar tampak sebagai simulator sinar matahari.

b. Eksperimen gelap

Untuk menentukan perilaku adsorpsi material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$, dilakukan serangkaian test isotherm adsorpsi pada keadaan gelap dimana 10 mL larutan MB dengan konsentrasi total yang berbeda ($2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9$ dan 10×10^{-6} mol/L) ditambahkan ke 0,1 g $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dan diletakkan dalam *shaker* selama 24 jam. Konsentrasi MB dalam larutan sesudah dan sebelum test adsorpsi dianalisis dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang 663,5 nm untuk menentukan jumlah MB teradsorpsi dalam katalis.

c. Fotodegradasi senyawa organik

Aktivitas fotokatalitik diukur dari fotodegradasi senyawa organik di bawah 50 W lampu halogen sebagai sumber sinar UV dan 80 W lampu merkuri sebagai sumber sinar tampak. Pada fotodegradasi di bawah sinar tampak digunakan larutan MB dengan konsentrasi 5×10^{-5} mg/L, dan untuk fotodegradasi di bawah sinar UV digunakan larutan MB dengan konsentrasi 8×10^{-5} mg/L, masing-masing dengan katalis sebanyak 0,3 g. Larutan senyawa organik disentrifus pada interval waktu tertentu, dan larutan yang diperoleh diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang maksimumnya.

C. Sistematika Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan sistematika sebagai berikut:

No	Aktivitas dan ruang lingkup penelitian	Indikator keberhasilan	Target/Luaran
1	Sintesis senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$	<ul style="list-style-type: none"> - Diperoleh metode sintesis material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ - Diperoleh material sintesis material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dan karakterisasinya 	Artikel tentang sintesis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$, minimal satu pada jurnal nasional
2	Aplikasi material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ pada degradasi senyawa organik berbahaya	- Diperoleh data aktivitas fotokatalitik material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ pada degradasi senyawa organik	Artikel jurnal internasional aktivitas fotokatalitik material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ pada degradasi senyawa organik

D. Bagan Alir Penelitian



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ yang akan digunakan sebagai fotokatalis pada reaksi degradasi polutan senyawa organik. Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ telah di sintesis oleh Chanel (2013). Selanjutnya senyawa yang telah disintesis di karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD), SEM-EDX, UV/Vis Diffuse Reflektansi, Porosimetri, Spektroskopi IR matrik nujol mull, dan uji aktivitas fotokatalik pada keadaan gelap.

A. Difraksi sinar-X (XRD)

Data difraksi sinar-X (XRD) diperlukan untuk analisis struktur kristal. Analisis struktur senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ telah dilakukan sebelumnya oleh (Chanel, 2013). Analisis dilakukan dengan alat difraktometer sinar-X (XRD) *Rigaku Multiflex* pada kisaran 2° sampai 90° dengan step $0,04^\circ$, menggunakan radiasi $\text{K}\alpha$ yaitu $1,5406 \text{ \AA}$, kecepatan pembacaan sebesar 5° per menit, dan radiasi sinar-X dilakukan secara kontinyu. Berdasarkan kesimpulan didapatkan $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ memiliki struktur kristal ortorombik dengan grup ruang $pBnm$. Parameter kisi senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Parameter kisi senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ (Chanel, 2013).

Sampel	Parameter Kisi (\AA)		
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	5,4018(6)	5,4516(6)	7,6650(9)
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	5,4016(3)	5,4511(3)	7,6648(5)
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	5,4003(4)	5,4518(4)	7,6644(6)
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	5,3985(3)	5,4519(3)	7,6643(5)
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	5,3966(6)	5,4504(5)	7,6591(7)

B. Scanning Electron Microscopy- Electron Dispersive X-Ray Analyser

Scanning Electron Microscopy-Electron Dispersive X-Ray Analyser (SEM-EDX) digunakan untuk menganalisis morfologi permukaan dan komposisi senyawa dari suatu sampel. Hasil SEM senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0; 0,001; 0,025; 0,05; 0,1$) menunjukkan bahwa masing-masing kristal senyawa ini memiliki morfologi yang berbentuk tidak beraturan dan cenderung membentuk agregat dengan ukuran 0,5-1,5 μm . *Electron micrograph* senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ditunjukkan pada Gambar 7.

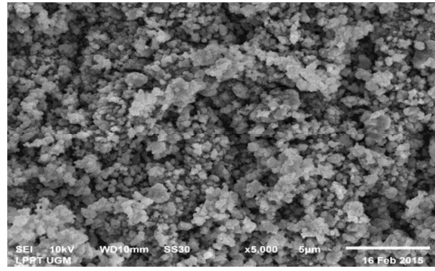
Keberadaan kobalt cenderung mempengaruhi ukuran partikel pada senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 2. Ukuran partikel senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0$) yang merupakan senyawa dengan komposisi kobalt nol memiliki ukuran agregat paling besar dibanding senyawa yang lain dengan $x = 0,5$ sampai dengan 1,5. Sedangkan senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x = 0,001; 0,025; 0,05$; dan 0,1 memiliki ukuran partikel 0,5 sampai dengan 1,0 μm . Gejala ini terjadi kemungkinan karena senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0$) lebih mudah mengaglomerasi pada suhu 1100°C dibandingkan oksida lainnya.

Tabel 2 .Ukuran Partikel Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

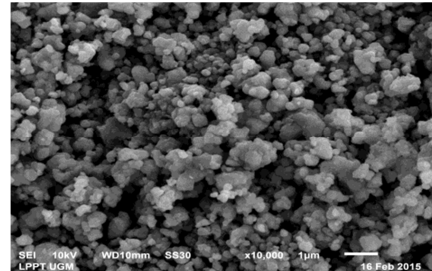
Sampel	Ukuran Partikel (μm)
$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	0,5 - 1,5
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	0,5 - 1,0
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	0,5 - 1,0
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	0,5 - 1,0
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	0,5 - 1,0

Data *micrograph electron* juga dilengkapi spektra EDX yang menunjukkan komposisi kualitatif maupun kuantitatif dari senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$. Spektra EDX dari senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0; 0,001; 0,025; 0,05$; dan 0,1) dapat dilihat pada Gambar 8. Berdasarkan spektra pada Gambar 8 maka perbandingan jumlah atom-atom pada senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0; 0,001; 0,025; 0,05; 0,1$) dapat ditentukan (Tabel 3).

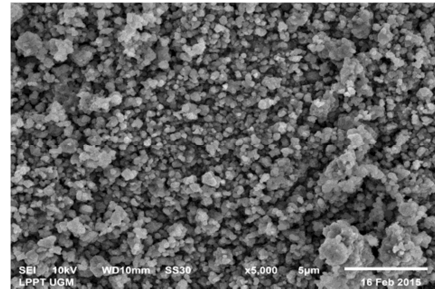
Berdasarkan spektra didapatkan jumlah atom $\text{O} > 3$. Kemungkinan hal ini disebabkan adanya atom oksigen dari O_2 atau CO_2 di udara di atas sampel berpengaruh pada difraksi atom O.



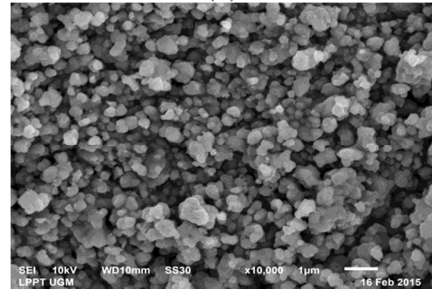
(a)



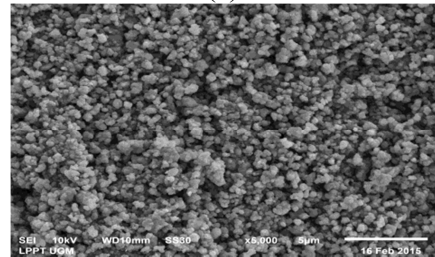
(b)



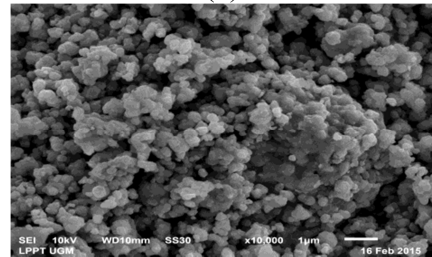
(c)



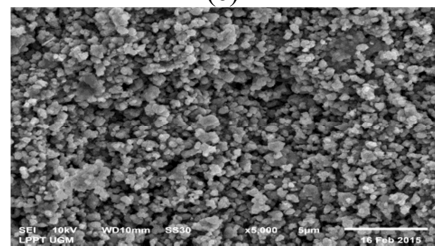
(d)



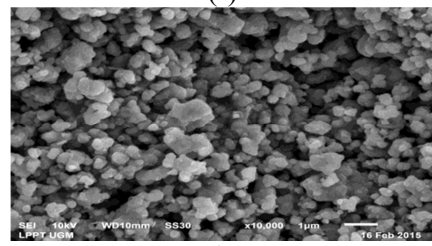
(e)



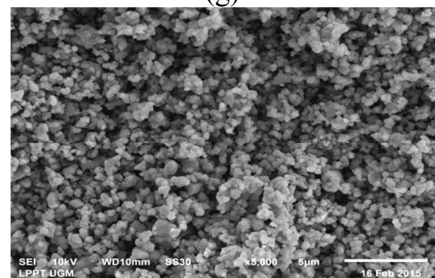
(f)



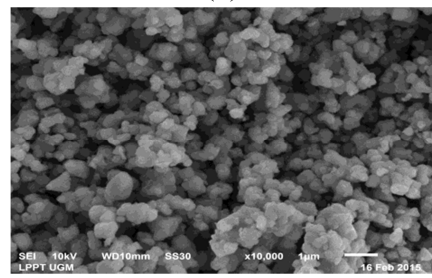
(g)



(h)



(i)

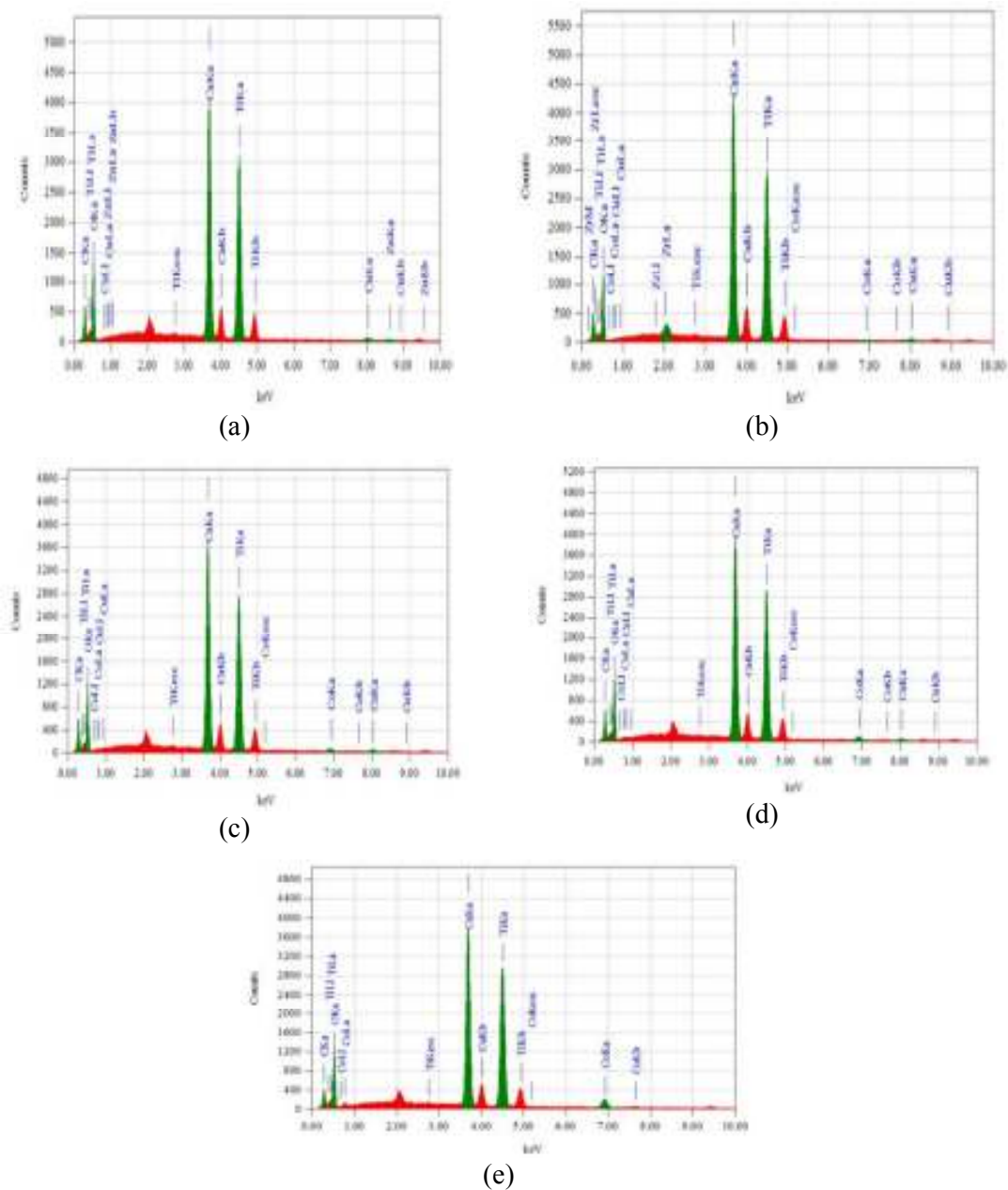


(j)

Gambar 7. Hasil SEM senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x = 0$ (a); $x = 0,001$ (c); $x=0,025$ (e); $x = 0,05$ (g); $x = 0,1$ (i) dengan perbesaran 5000 X, dan $x = 0$ (b); $x = 0,001$ (d); $x=0,025$ (f); $x = 0,05$ (h); $x = 0,1$ (j) dengan perbesaran 10000 X.

Tabel 3. Perbandingan Jumlah Atom Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	Ca : Ti	= 0,4221 : 0,4374 atau 0,9650 : 1
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	Ca : Co : Ti	= 0,4638 : 0,0009 : 0,4599 atau 1,0008 : 0,0019 : 1
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	Ca : Co : Ti	= 0,4510 : 0,0141 : 0,4657 atau 0,9684 : 0,0302 : 1
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	Ca : Co : Ti	= 0,4484 : 0,0200 : 0,4518 atau 0,9924 : 0,0442 : 1
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	Ca : Co : Ti	= 0,4778 : 0,0563 : 0,5160 atau 0,9259 : 0,1091 : 1



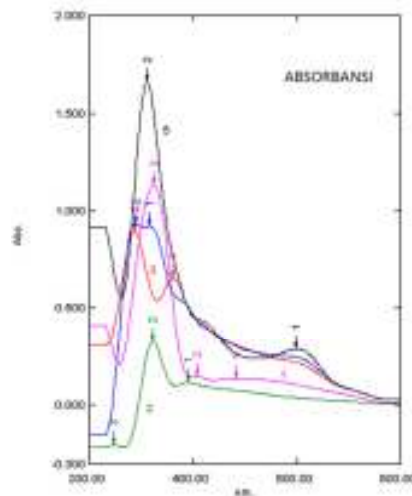
Gambar 8. Spektra EDX senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0$ (a); $x=0,001$ (b); $x=0,025$ (c); $x=0,05$ (d); dan $x=0,1$ (e).

C. Spektroskopi UV-Vis

Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dianalisis dengan Spektrofotometer UV-Vis padat dengan alat UV 1700 *pharmaspecuv-vis spectrophotometer specular reflectance* dengan tujuan untuk mengetahui energi celah pita (E_g) serta aktivitas absorbansinya. Produk $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ berupa serbuk, dan untuk keperluan analisis dengan spektrofotometer UV-Vis padat $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ padat diemulsikan dengan sedikit etanol dan ditempelkan pada kaca preparat. Kaca preparat yang telah berlapis sampel dipanaskan pada suhu 80°C selama 2 jam, sampel bebas dari etanol.

Menurut Fessenden (1986) kisaran panjang gelombang radiasi untuk UV adalah 180-380 nm sedangkan untuk visibel adalah 380-780 nm. Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ akan mengadsorpsi pada panjang gelombang tertentu. Pada penelitian ini pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200-800 nm, meskipun data yang digunakan adalah spektrum pada panjang gelombang 400-600 nm.

Pengukuran energi gap (E_g), yaitu besarnya energi yang digunakan untuk melepaskan elektron dari pita valensi ke pita konduksi, dilakukan untuk mengetahui kemampuan fotokatalitik suatu material semikonduktor. Hasil absorbansi seluruh sampel dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Spektra UV Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ (Spektra berwarna merah muda, $x=0$; hijau, $x=0,001$; merah $x=0,025$; biru, $x=0,05$; dan hitam, $x=0,1$).

Tabel 4. Absorbansi Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

Sampel	λ (nm)	
	UV	Visibel
$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	324	482; 407
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	323; 247	391
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	361; 288	-
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	316; 289	-
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	311	599

Selanjutnya, data absorbansi pada Tabel 4. digunakan untuk menentukan energi celah pita (*bandgap*) dari senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$. Penentuan energi celah pita menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis Diffuse Refraktansi. Dasar dari metode ini adalah pada besarnya intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$. Data nilai refraktansi yang diperoleh digunakan untuk mengetahui persamaan Kubelka-Munk:

$$f(R'_{\infty}) = \frac{(1 - R'_{\infty})^2}{2R_{\infty}}$$

Persamaan ini memiliki hubungan dengan parameter k (koefisien absorbansi) dan s (koefisien hamburan reflektansi difusi), $F(R'_{\infty}) = k/s$, sehingga persamaan akhirnya dapat ditulis :

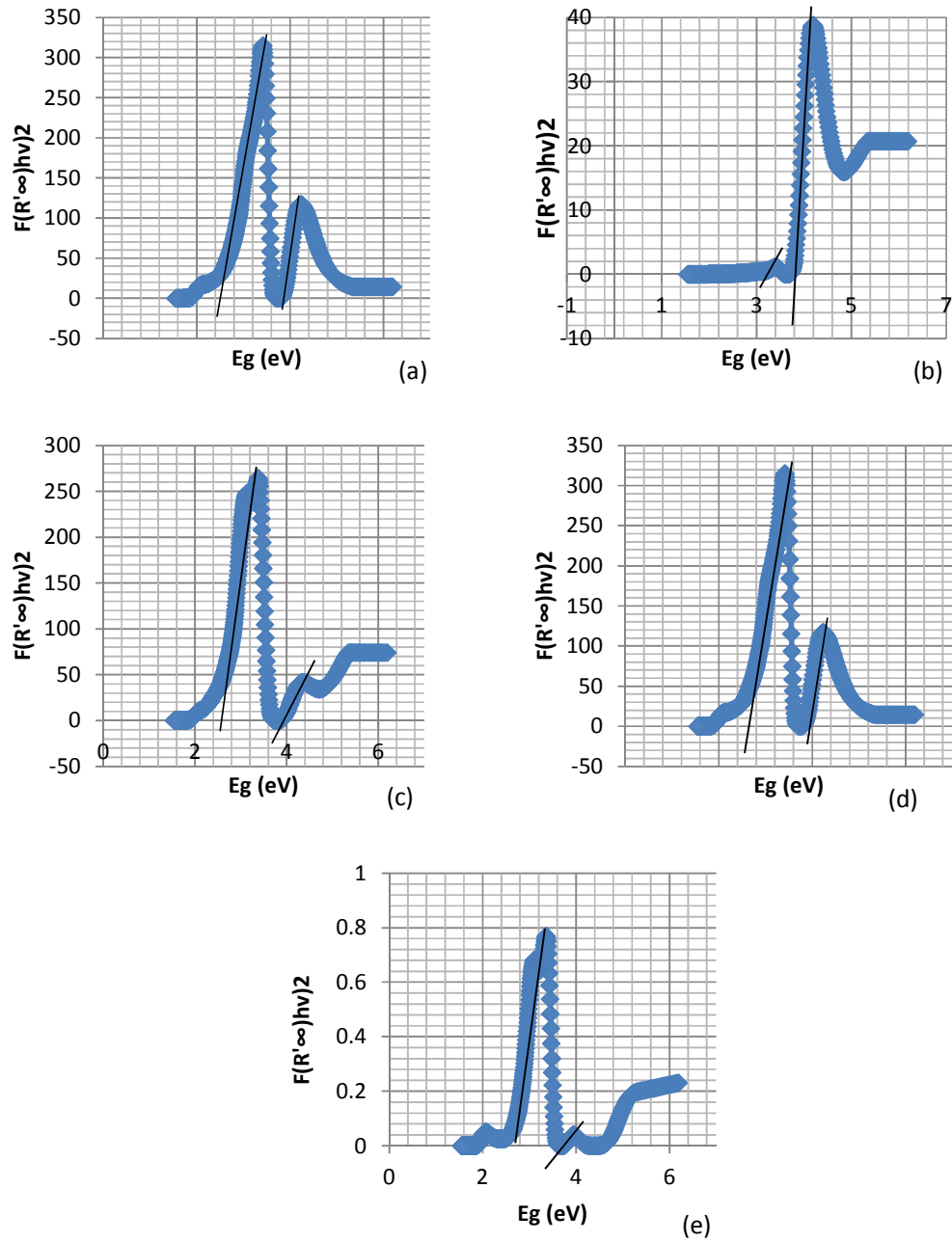
$$\frac{k}{s} = \frac{(1 - R'_{\infty})^2}{2R_{\infty}}$$

Perhitungan energi celah pita diperoleh dari grafik hubungan antara $h\nu$ (eV) vs $(f(R'_{\infty})h\nu)^2$ (Abdullah, 2010: 95-97). Gambar 10 merupakan grafik perhitungan energi celah pita dari masing- masing variasi x senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$.

Tabel 5. merupakan daftar energi celah pita senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$. Menurut Mario *et al.* (2009) CaTiO_3 memiliki nilai energi celah pita 3,53-3,60 eV. Sedangkan CoTiO_3 memiliki energi celah pita 2,53 eV (Ming-Wei *et al.*, 2013). Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ memiliki nilai energi celah pita antara 3,79 sampai dengan 4,23 eV untuk daerah E_g1 , serta 2,68 sampai dengan 3,38 eV untuk daerah E_g2 .

Tabel 5. Energi Celah Pita Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

Sampel	Energi Celah Pita (eV)	
	Eg 1	Eg 2
$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	4,23	3,12
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	3,79	3,38
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	3,97	2,71
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	3,91	2,68
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	3,81	2,74



Gambar 10. Grafik Energi Celah Pita Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0$ (a); $x=0,001$ (b); $x=0,025$ (c); $x=0,05$ (d); $x=0,1$ (e)

D. Porosimetri

Sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0; 0,001; 0,025; 0,05; \text{ dan } 0,1$) dianalisis untuk menentukan luas permukaan. Sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ merupakan padatan bebas air. Penentuan luas permukaan dilakukan dengan porosimeter menggunakan gas nitrogen (N_2). Berdasarkan analisis porosimetri didapatkan hasil seperti tampak pada Tabel 6.

Tabel 6. Luas Permukaan $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

Katalis	Luas permukaan	BET
$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	$p/p^\circ = 0,300329488$: 3,5106 m^2/g	3,922 m^2/g
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	$p/p^\circ = 0,300161923$: 4,0413 m^2/g	4,4116 m^2/g
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	$p/p^\circ = 0,300036501$: 6,8972 m^2/g	8,2681 m^2/g
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	$p/p^\circ = 0,300226876$: 2,7795 m^2/g	2,9523 m^2/g
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	$p/p^\circ = 0,300205450$: 4,6534 m^2/g	5,4518 m^2/g

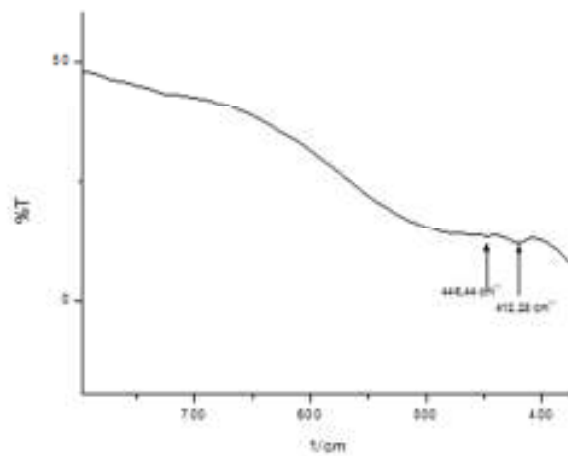
BET menunjukkan luas permukaan pori (Tabel 6). Dari kelima sampel yang dianalisa melalui perhitungan BET dari 5 titik didapatkan bahwa luas permukaan paling besar ditunjukkan oleh $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dengan $x=0,025$ yaitu sebesar 8,2681 m^2/g . Hasil ini tidak jauh berbeda dari hasil perhitungan luas permukaan per titik, yaitu 6,8972 m^2/g . Sedangkan luas permukaan paling kecil ditunjukkan oleh $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dengan $x=0,05$ yaitu 2,9523 m^2/g yang diperoleh melalui perhitungan BET dari 5 titik, dan dari hasil perhitungan luas permukaan per titik yaitu 2,7795 m^2/g . Variasi konsentrasi kobalt dalam sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x= 0; 0,001; 0,025; 0,05; \text{ dan } 0,1$) tidak berpengaruh terhadap luas permukaannya.

E. Spektroskopi Inframerah

Analisis spektroskopi inframerah dilakukan menggunakan matriks Nujol mull pada panjang gelombang 800-375 cm^{-1} untuk mengetahui adanya gugus fungsi pada $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$. Secara teknis pengumpulan spektra dilakukan dengan cara penggerusan sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ bersama beberapa tetes nujol mull hingga terbentuk suatu pasta. Pasta homogen dioleskan pada suatu plat (*cell windows*) dan dilakukan pengumpulan spektra dengan menggunakan spektrofotometer inframerah. Spektra $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dapat dilihat pada Gambar 11.

Penelitian Sharad *et al.* (2012) menyatakan bahwa spektra FTIR dari *nanocrystalline* CaTiO_3 diwakili adanya vibrasi di sekitar 688,54 cm^{-1} , 655,75 cm^{-1}

¹, 613,32 cm⁻¹, 459,03 cm⁻¹, 412,74 cm⁻¹, dan 374,16 cm⁻¹ yang disebabkan adanya peregangan yang disebabkan oleh interaksi antara oksigen dengan logam. Selain itu puncak spektra vibrasi dari CoTiO₃ berada dibawah 800 cm⁻¹ (Enhessari *et al.*, 2010). Sedangkan pada penelitian ini senyawa Ca_{1-x}Co_xTiO₃ dengan x=0,001 hanya menunjukkan adanya daerah serapan sebesar 412,28 cm⁻¹ dan 446,44 cm⁻¹. Hal ini dimungkinkan karena kurang tingginya kepekaan alat serta kondisi sampel yang kurang memenuhi syarat (Gambar 11). Tabel 7 merupakan daerah serapan spektra FTIR dari berbagai sampel.



Gambar 11. Spektra IR Senyawa Ca_{1-x}Co_xTiO₃ x=0,001.

Tabel 7. Daerah serapan dari Spektra IR Ca_{1-x}Co_xTiO₃

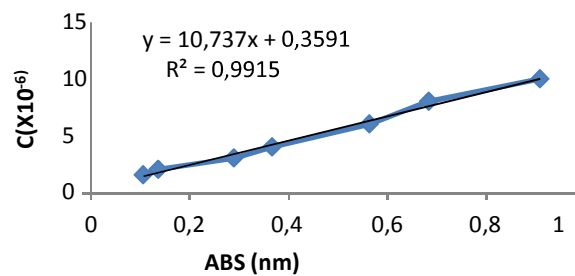
Sampel	Daerah serapan (cm ⁻¹)
Ca _{0,9650} TiO ₃	412,28 446,44
Ca _{1,0008} Co _{0,0019} TiO ₃	412,53 446,99
Ca _{0,9684} Co _{0,0302} TiO ₃	412,94 446,68
Ca _{0,9924} Co _{0,0442} TiO ₃	412,85 446,53
Ca _{0,9259} Co _{0,1091} TiO ₃	412,00 446,78

F. Uji Adsorpsi pada Keadaan Gelap

Uji adsorpsi dilakukan pada keadaan gelap. Dalam hal ini media uji adsorpsi ditutupi dengan alumunium foil atau penutup lain yang berwarna gelap. Penutupan

dilakukan serapat mungkin dengan tujuan agar kondisi adsorpsi tidak terpengaruh oleh cahaya lingkungan.

Uji adsorpsi menggunakan katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0; 0,001; 0,025; 0,05; \text{ dan } 0,1$) masing-masing sebanyak 0,5 gram, dan larutan metilen biru dengan konsentrasi bervariasi yaitu 1,52; 2; 3; 4; 6; 8 dan 10 ($\times 10^{-6}$ mol/L). Sebagai pembanding, pengukuran absorpsi dilakukan pada larutan metilen biru sebelum adsorpsi dengan katalis, sehingga diperoleh kurva standar metilen biru seperti tampak pada Gambar 12.



Gambar 12. Kurva Standar Metilen Biru Sebelum Proses Adsorpsi

Adsorpsi metilen biru oleh katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ di dalam *shaker* dilakukan selama 24 jam dengan tujuan agar diperoleh keadaan setimbang dan tidak ada metilen biru yang teradsorpsi oleh katalis dalam proses adsorpsi. Setelah proses adsorpsi berlangsung selama 24 jam, fasa cair dipisahkan dari endapannya yang kemudian dianalisis dengan *Spectronic 20* pada panjang gelombang 663 nm untuk mengetahui konsentrasi metilen biru setelah dilakukan adsorpsi dengan katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$.

Perhitungan kapasitas adsorpsi katalis menggunakan persamaan Langmuir dan Freundlich untuk mengetahui pola isotermnya. Pada pola isoterm Langmuir grafik hubungan antara konsentrasi metilen biru setelah 24 jam [jumlah metilen biru teradsorpsi pada setiap 1 gram katalis (c/m)] dengan konsentrasi metilen biru setelah 24 jam (c) dipelajari. Pada pola isoterm Freundlich grafik hubungan antara harga log konsentrasi metilen biru setelah 24 jam ($\log c$) dengan log jumlah metilen biru teradsorpsi pada setiap 1 gram katalis ($\log m$) digunakan sebagai dasar perhitungan. Dari perhitungan grafik isoterm Langmuir dan Freundlich diperoleh persamaan garis untuk masing-masing katalis (Tabel 8).

Tabel 8 menunjukkan nilai R pada pola isoterm adsorpsi Freundlich lebih

tinggi dari pada nilai R pada pola isoterm adsorpsi Langmuir. Jadi, dapat disimpulkan bahwa adsorpsi pada degradasi metilen biru oleh katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0; 0,001; 0,025; 0,05; \text{ dan } 0,1$) mengikuti pola isoterm Freundlich. Setiap molekul pada isotherm Freundlich memiliki kemampuan penjerap yang berbeda dan membentuk *multilayer* (Ratih, dkk, 2012). Kapasitas adsorpsi katalis dapat diketahui melalui perhitungan menggunakan persamaan garis dari pola isoterm dengan meng-Log kan nilai intersep yang telah diketahui. Dari perhitungan tersebut didapatkan kapasitas adsorpsi dari masing-masing katalis seperti dapat dilihat pada Tabel 9.

Tabel 8. Persamaan Garis Pola Isoterm Langmuir dan Freundlich $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

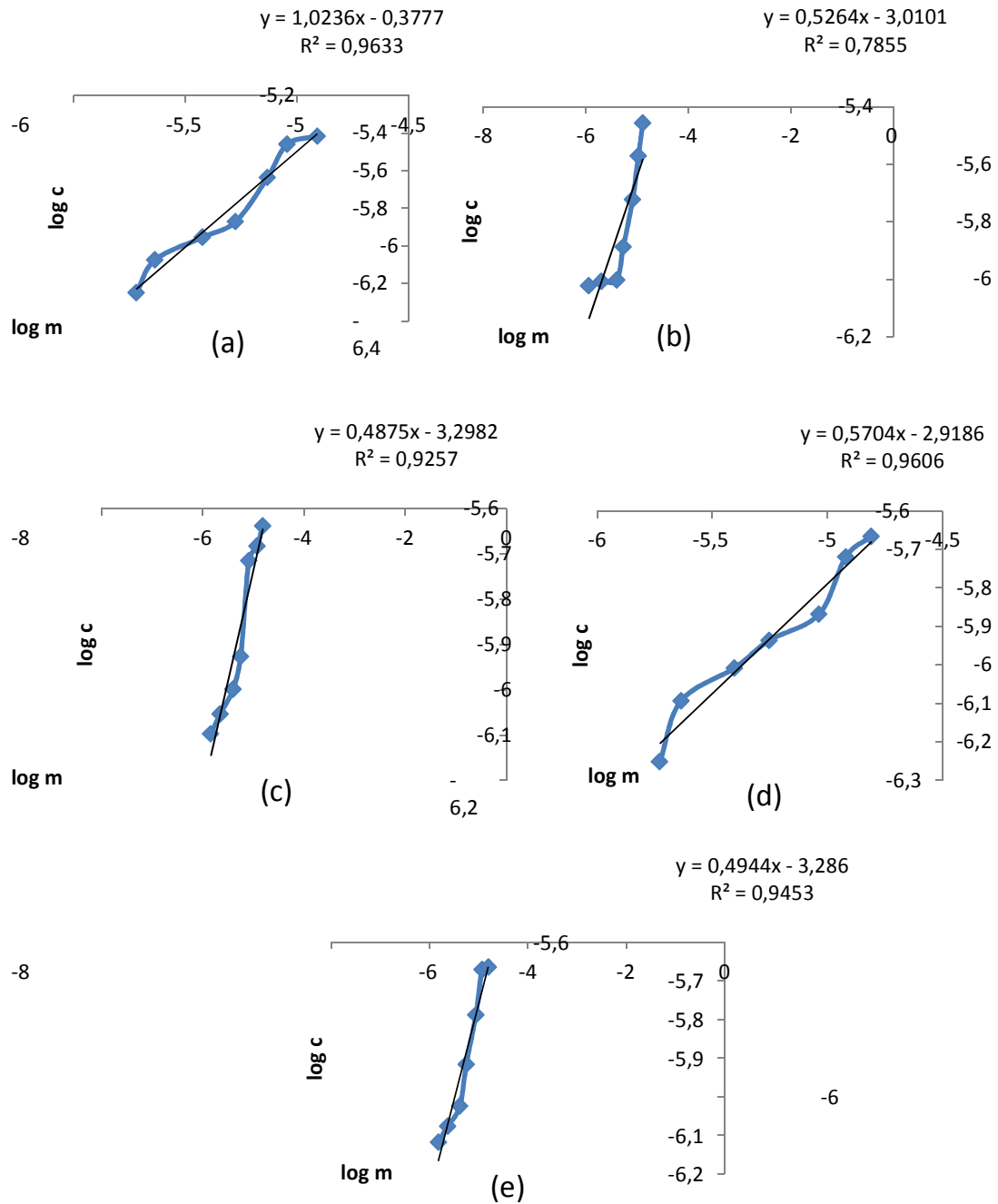
Katalis	Persamaan garis Langmuir	Persamaan garis Freundlich
$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	$Y = 2122x + 0,3039$ $R^2 = 0,0326$	$Y = 1,0236x - 0,3777$ $R^2 = 0,9633$
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	$Y = -33179x + 0,5753$ $R^2 = 0,4311$	$Y = 0,5264x - 3,0101$ $R^2 = 0,7855$
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	$Y = -22237x + 0,4368$ $R^2 = 0,0326$	$Y = 0,4875x - 3,2982$ $R^2 = 0,9257$
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	$Y = -14441x + 0,3349$ $R^2 = 0,7849$	$Y = 0,5704x - 2,9186$ $R^2 = 0,9606$
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	$Y = -20004x + 0,4035$ $R^2 = 0,6423$	$Y = 0,4944x - 3,286$ $R^2 = 0,9453$

Tabel 9. Kapasitas Adsorpsi Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

Katalis	Kapasitas Adsorpsi (mol/gram)
$\text{Ca}_{0,9650}\text{TiO}_3$	0,41908296
$\text{Ca}_{1,0008}\text{Co}_{0,0019}\text{TiO}_3$	0,00097701
$\text{Ca}_{0,9684}\text{Co}_{0,0302}\text{TiO}_3$	0,00050327
$\text{Ca}_{0,9924}\text{Co}_{0,0442}\text{TiO}_3$	0,00120615
$\text{Ca}_{0,9259}\text{Co}_{0,1091}\text{TiO}_3$	0,00051761

Syaiful, dkk. (2008) menyatakan bahwa parameter $1/n$ merupakan ciri khas model Freundlich yaitu faktor heterogenitas yang menggambarkan proses adsorpsi pada permukaan yang heterogen. Besarnya nilai $1/n$ antara 0-1 dan nilai n antara 1-10

menunjukkan bahwa adsorbat terikat baik oleh adsorben pada permukaan yang heterogen (Ganapaty & Mariappan, 2010). Gambar 13 menunjukkan grafik isoterm Freundlich untuk masing-masing katalis.



Gambar 13. Grafik Isoterm Freundlich Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0$ (a); $x=0,001$ (b); $x=0,025$ (c); $x=0,05$ (d); $x=0,1$ (e)

Pada penelitian ini didapatkan nilai n dari katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0; 0,001; 0,025; 0,05; \text{ dan } 0,1$) berturut-turut adalah 0,976944; 1,899696; 2,051282; 1,753156; dan 2,022654. Sedangkan nilai $1/n$ berturut-turut adalah 1,0236; 0,5264; 0,4875; 0,5704; dan 0,4944. Berdasarkan nilai n dan $1/n$ tersebut katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0,001; 0,025; 0,05; \text{ dan } 0,1$) terindikasi mengadsorpsi dengan baik saat proses adsorpsi dengan metilen biru. Sedangkan katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0$) memiliki nilai n dan $1/n$ yang kurang baik atau dengan kata lain katalis tanpa kobalt kurang mengadsorpsi secara baik pada saat proses adsorpsi metilen biru.

Grafik adsorpsi tipe Freundlich menunjukkan linearitas yang lebih baik dibandingkan grafik dengan tipe Langmuir sehingga dapat dikatakan bahwa proses adsorpsi metilen biru pada senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ mengikuti pola Freundlich. Adsorpsi terjadi secara bersamaan multilayer. Hal tersebut menandakan bahwa material $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ memiliki pori yang tidak seragam.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian tentang senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ sebagai fotokatalis degradasi polutan senyawa organik dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ memiliki ukuran partikel antara $0,5\ \mu\text{m}$ sampai dengan $1\ \mu\text{m}$.
2. Perbandingan mol Ca : Ti pada sampel $x=0$ adalah $0,4221 : 0,4374$, dan perbandingan mol Ca : Co : Ti pada sampel $x = 0,001$ adalah $0,4638 : 0,0009 : 0,4599$; $x = 0,025$ adalah $0,4510 : 0,0141 : 0,4657$; $x = 0,05$ adalah $0,4484 : 0,0200 : 0,4518$; dan pada $x = 0,1$ adalah $0,4778 : 0,0563 : 0,5160$.
3. Energi celah pita senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ antara $3,79\ \text{eV}$ sampai dengan $4,23\ \text{eV}$ untuk daerah E_{g1} , dan $2,68\ \text{eV}$ sampai dengan $3,38\ \text{eV}$ untuk daerah E_{g2} .
4. Spektra FTIR matrik Nujol mull hanya menunjukkan daerah serapan pada panjang gelombang sekitar $454\ \text{cm}^{-1}$ dan $613\ \text{cm}^{-1}$.
5. Ukuran pori partikel yang paling besar ditunjukkan oleh $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x = 0,025$) yaitu sebesar $6,8972\ \text{m}^2/\text{g}$.
6. Adsorpsi pada keadaan gelap katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ mengikuti pola isotherm Freundlich.

B. SARAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, penulis memberikan saran sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan sintesis senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ dengan nilai x yang lebih besar.
2. Perlu dilakukan pengembangan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik pada fotodegradasi senyawa organik dengan sinar UV dan sinar tampak.
3. Perlu dilakukan fotodegradasi dengan sinar UV dan sinar tampak dengan variasi

waktu yang beragam.

DAFTAR PUSTAKA

- Alkadasi, A., Idris, A., Saed, K. & Guan, C.T. (2004). Treatment of Textile Wastewater by Advanced Oxidation Processes. *Global Nest the Int. J.* 6: 222-230.
- Becerro, A. I., Redfern, S. A. T., Carpenter, M. A., Knight, K. S. & Seifert, S. (2002). Displacive Phase Transitions and Strain Analysis of Fe- Doped CaTiO_3 Perovskites at High Temperatures by Neutron Diffraction. *Journal Solid State Chemistry*. 167: 459-471.
- Catherine, B. Almquist & Pratim Biswas. (2002). Role of Synthesis Method and Particle Size Nanostructured TiO_2 on its Photoactivity. *Journal of Catalysis*. 212: 145-156.
- Chanel, Tri Handoko. (2013). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x= 0; 0,001; 0,025; 0,05; 0,1$). *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Chuang, S. H., Gao, K. H., Chiang, M. Y. & Chao, T. S. (2010). Formation and Structural Characterization of Cobalt Titanate Thin Films. *Journal of the Chinese Chemical Society*. 57: 1022-1026.
- Dae-Hee A., Won-Seok C., & Tai-Il Y. (1999). Dyestuff Wastewater Treatment Using Chemical Oxidation, Physical Adsorption and Fixed Bed Biofilm Process. *Process Biochemistry*. 34: 429-439.
- Dere'n, P. J., Pazik, R., Strek, W., Boutinaud, Ph. & Mahiou, R. (2008). Synthesis and Spectroscopy Properties of CaTiO_3 Nanocrystals Doped with Pr^{3+} ions. *Journal Alloy Compound*. 451: 595-599.
- Diallo, P.T., Jeanlouis, K., Boutinaud, P., Mahiou, R. & Cousseins, J. C. (2001). Improvement of the Optical Performance of Pr^{3+} in CaTiO_3 . *Journal Alloys Compound*. 323(324): 218-222.
- Eshafani, M. N., & Habibi, M. H. (2008). Silver Doped TiO_2 Nanostructure Composite Photocatalyst Film Synthesized by Sol-Gel Spin and Dip Coating Tehnique on Glass. *International Journal of Photoenergy*. 628713: 1-11.
- Geng, J., Yang, D., Zhu, J., Chen, D., & Jiang, Z. (2009). Nitrogen Doped TiO_2 Nanotubes with Enchanced Photocatalytic Activity Synthesized by a Facile Wet Chemistry Method. *Materials Research Bulletin*. 44:146-150.
- I Kadek Sumerta, Karna Wijaya, & Iqmal Tahir. (2002). Fotodegradasi Menggunakan Katalis TiO_2 -Montmorilonit dan Sinar UV. *Jurnal MIPA*. 1-7.
- Kim, D. W. (2000). Mixture Behavior and Dielectric Properties in Low Fired TiO_2 - ZnO System. *Journal Applied Physic* 39: 2696-2700.
- Kim, I. S., Jung, W. H., Inaguma, Y., Nakamura, T. & Itoh, M. (1995). Dielectric Properties of a Site Deficient Perovskite-Type Lanthanum-Calcium-Titanium

Oxide Solid Solution System $[(1-x)\text{La}_{2/3}\text{TiO}_3-x\text{CaTiO}_3(0.1 \leq x \leq 0.96)]$. *Material Research Bulletin*. 30: 307–316.

- Kim, W. S., Yoon, K. H., & Kim, E. S. (2000). Microwave Dielectric Properties and Far Infrared Refractivity Characteristics of the $\text{CaTiO}_3\text{--Li}_{1/2-3x}\text{Sm}_{1/2+x}\text{TiO}_3$ Ceramics. *Journal American Ceramic Society*. 83: 2327–2329.
- Kutty, T. R. N., Vivekanan, R. & Murugaraj, P. (1988). Precipitation of Rutile and Anatase (TiO_2) Fine Powders and Their Conversion to MTiO_3 ($\text{M}=\text{Ba}, \text{Sr}, \text{Ca}$) by the Hydrothermal Method. *Material Chemistry Physic*. 19: 533–546.
- Lee, S. J., Kim, Y. C., & Hwang, J. H. (2004). An Organik–Inorganik Solution Technique for Fabrication of Nano-Sized CaTiO_3 Powder. *Journal Ceramics Process Research*. 5: 223–226.
- Manendar. R. (2010). Pengolahan Limbah Cair Rumah Pemotongan Hewan (RPH) Dengan Metode Fotokatalitik TiO_2 : Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Kualitas BOD₅, COD, dan pH Efluen. *Tesis*. Program Studi Bogor: Kesehatan Masyarakat Veteriner Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.
- Marques, V.S. (2009). Synthesis of $(\text{Ca}, \text{Nd})\text{TiO}_3$ Powders by Complex Polymerization, Rietveld Refinement and Optical Properties. *Spectrochimica Acta Part A*. 74: 1050–1059.
- Muthuraman, M., Patil, K. C., Senbagaraman, S. & Umarji, A. M. (1996). Sintering, Microstructural, and Dilatometric Studies of Combustion Synthesized Synroc Phases. *Mater. Res. Bull.* 31: 1375–1381.
- Pfaff, G. (1994). Synthesis of Calcium Titanate Powders by the Sol-Gel Process. *Chemistry Material*. 6: 58–62.
- Rachmad Manendar. (2010). Pengolahan Limbah Cair Rumah Potong Hewan (RPH) dengan Metode Fotokatalitik TiO_2 : Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Kualitas BOD₅, COD, dan pH Efluen. *Tesis*. Bogor : Institut Pertanian Bogor.
- Ringwood, A., Plaska, J., Przepiera, J., Jablonski, M. & Konratowska, A. (2009). Preparation of Cobalt Titanates via Co-Precipitation While Using Industrial Intermediates as Titanium Precursors. *Polish Journal of Chemical Technology*. 11(2): 51–54.
- Riyanto. (2010). *Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3)*. Yogyakarta: FMIPA UII.
- Sato, T., Yamashita, T. & Matsui, T. (2005). Phase Equilibria and Thermal Expansion of CaTiO_3 Doped- $\text{La}_{2/3}\text{TiO}_3$ Perovskite. *Dissertation*. Japan : Tokyo Institute of Technology.
- Sen, S. & Demirel, G. N. (2003). Anaerobic Treatment of Synthetic Textile Wastewater Containing A Reactive Azo Dye. *Journal of Environmental Engineering*. 595–601.
- Souza, M.A.F., Candeia, R.A., Lima, S.J.G., Santos, M.R.C., Santos, I.M.G., Longo, E. & Souza, A.G. (2005). Thermal and Structural Characterization of $\text{Sr}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$

Obtained by Polymeric Precursor Method. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 79: 407-410.

- Sumerta, I. K., Wijaya, K., & Tahir, I. (2002). Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis TiO_2 -Montmorillonit dan sinar UV. *Makalah Seminar Nasional Pendidikan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta*.
- Suvorov, D., Valant, M., Jancar, B. & Scapin, S. D. (2001). CaTiO_3 -Based Ceramics: Microstructural Development and Dielectric Properties. *Acta Chim Slov*. 48: 87-99.
- Tian, J. (2009). Preparation and Characterization of TiO_2 , ZnO , and TiO_2/ZnO Nanofilms Via Sol-gel Process. *Ceramics International*. 35: 2261-2270.
- Tong, J., Zhang, B., Tian, F., Chen. & D. He. (2008). Preparation of Fe^{3+} Doped TiO_2 Catalys by Hydrolisis of Titanium Alkoxide and Study On Their Photocatalytic Activity for Methyl Orange Degradation. *Journal of Hazardous Material*. 155: 572-579.
- Wang, R. P. & Tao, C. J. (2002). Nb-doped CaTiO_3 Transparent Semiconductor Thin Films. *Journal Crysatal Growth*. 245: 63-66.
- Yamanaka, Takamitsu. (2002). Structure Change of $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ Perovskite with Composition and Pressure. *American Mineralogist*. 87: 1183-1189.

LAMPIRAN

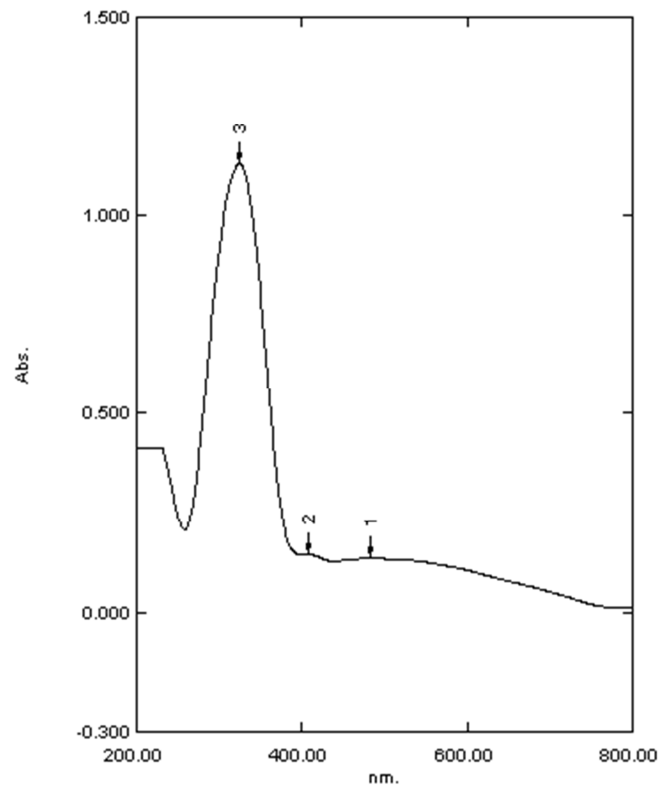
LAMPIRAN 1

Hasil dari Spekrta Absorbansi dan Reflektansi UV

UV 1700 PHARMASPEC UV-VIS SPECTROPHOTOMETER SPECULAR REFLECTANCE ATTACHMENT	
Nama	Cahyorini
NIM/NIP	
DosenPembimbing	
Prodi	
Institusi	UNY
Tanggal	14 11 2014
Waktu&Temperatur	17.45 WIB Suhu : 29°C

KODE SAMPEL :CaCoTiO₃ 1

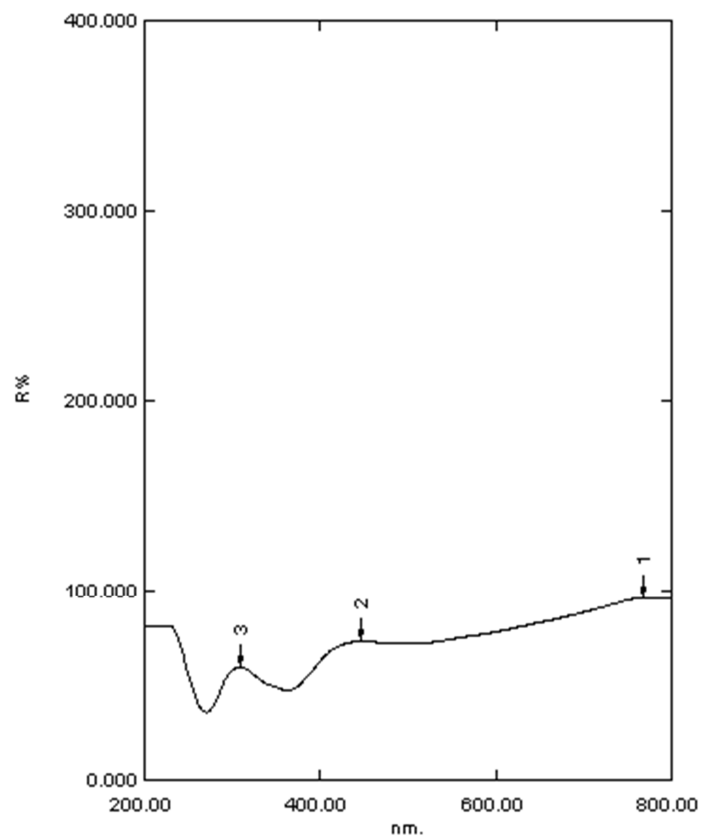
❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	Nm	Abs.
1	482.00	0.135
2	407.00	0.146
3	324.00	1.132

Sampel :CaCoTiO₃ 1

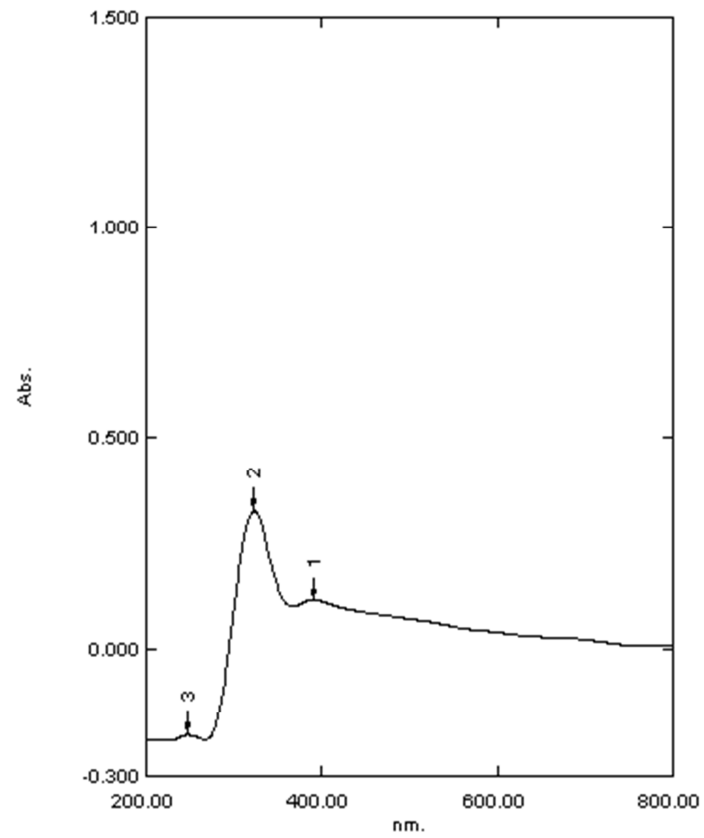
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	nm	R%
1	768.00	96.418
2	446.00	73.223
3	309.00	59.816

KODE SAMPEL :CaCoTiO₃ 2

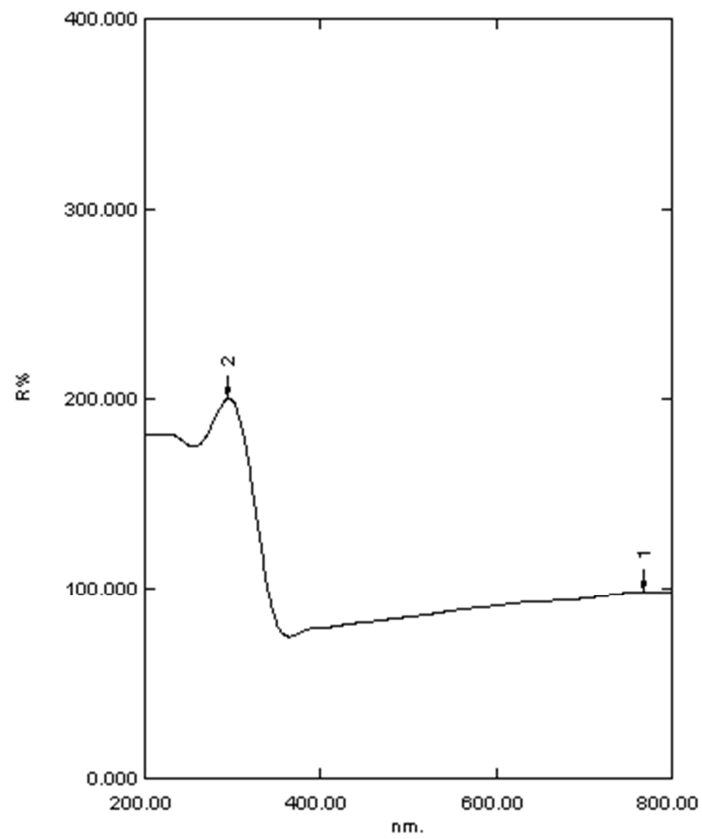
❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	Nm	Abs.
1	391.00	0.116
2	323.00	0.327
3	247.00	-0.204

Sampel :CaCoTiO₃ 2

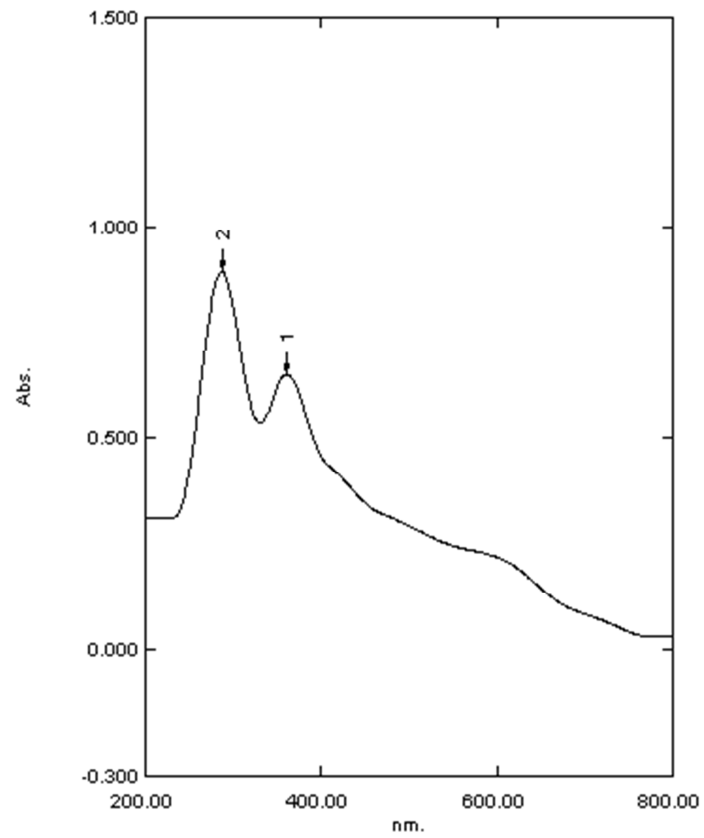
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	nm	R%
1	768.00	98.302
2	295.00	200.041

KODE SAMPEL :CaCoTiO₃ 3

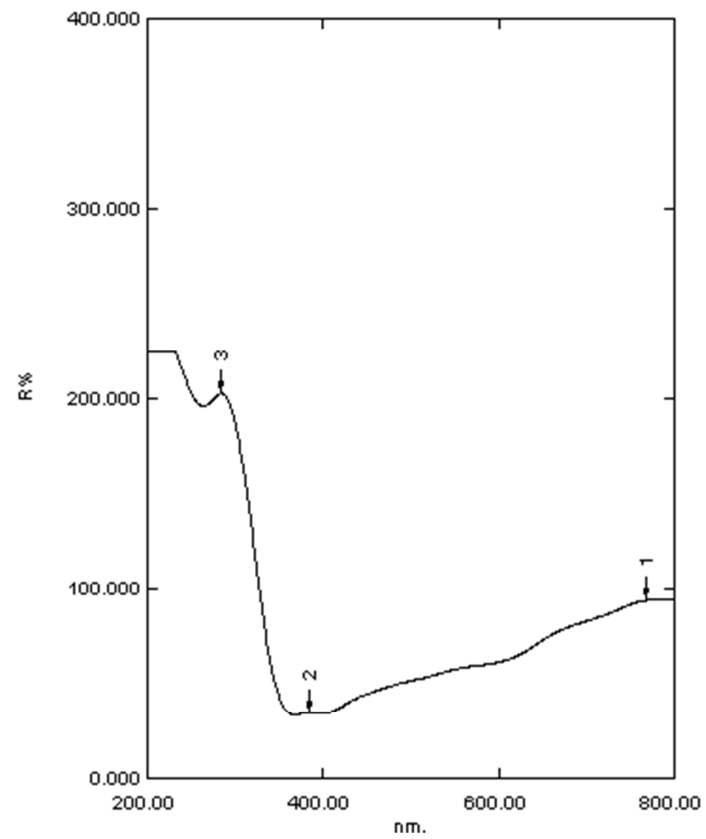
❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	Nm	Abs.
1	361.00	0.650
2	288.00	0.896

Sampel :CaCoTiO₃ 3

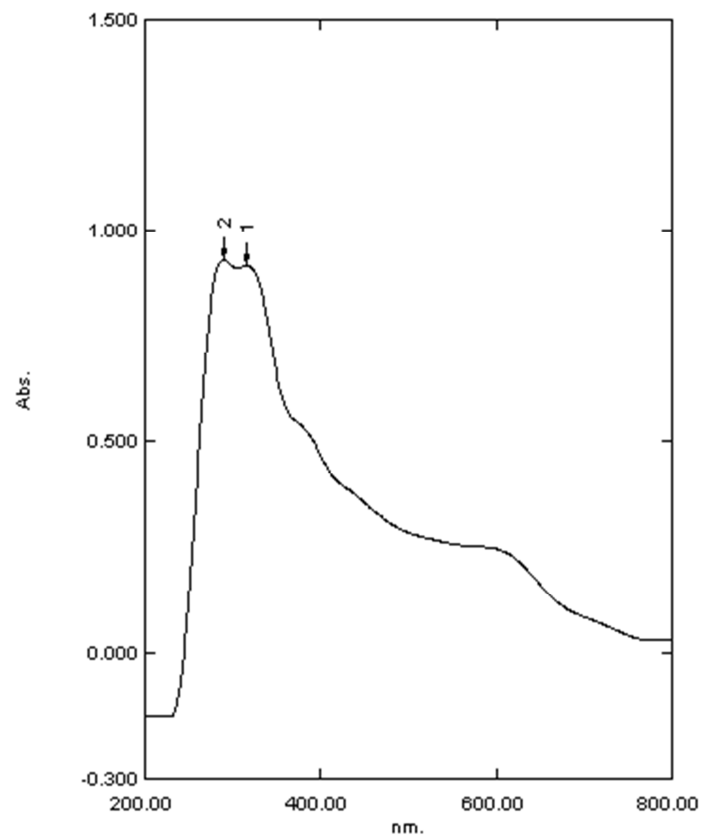
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	nm	R%
1	768.00	93.598
2	384.00	34.553
3	284.00	202.536

KODE SAMPEL :CaCoTiO₃ 4

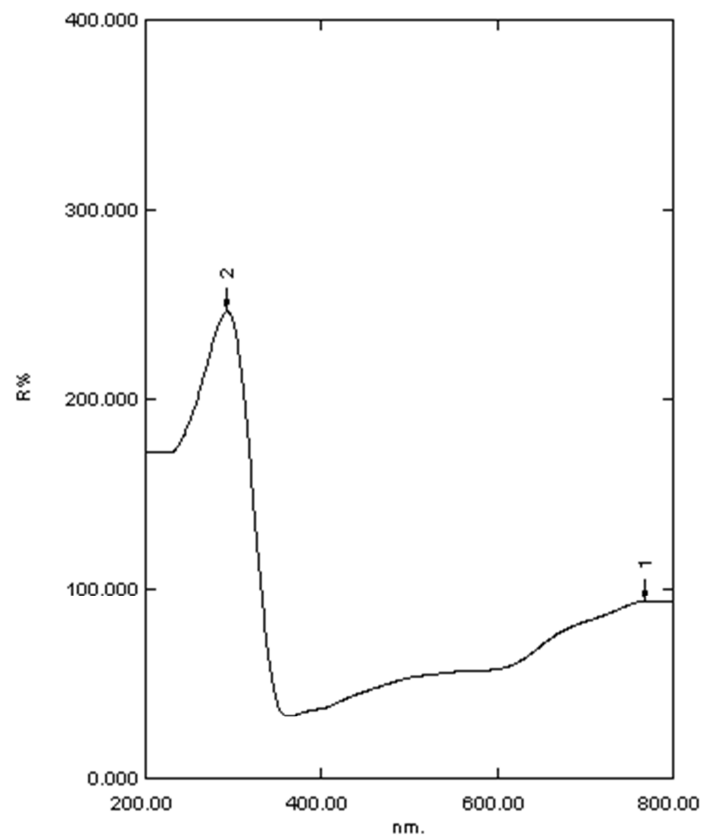
❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	Nm	Abs.
1	316.00	0.917
2	289.00	0.931

Sampel :CaCoTiO₃ 4

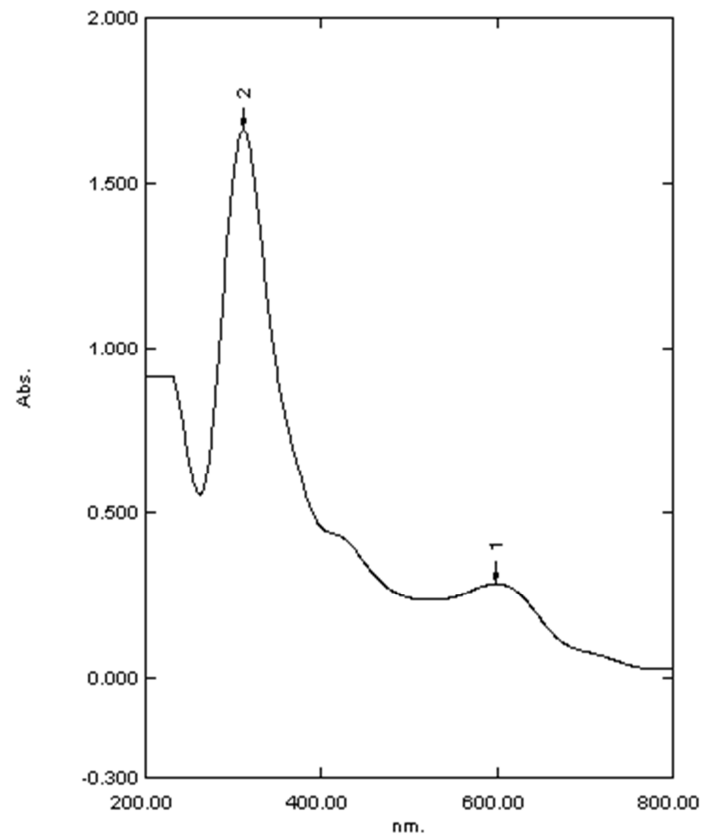
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	nm	R%
1	768.00	93.538
2	293.00	246.203

KODE SAMPEL :CaCoTiO₃ 5

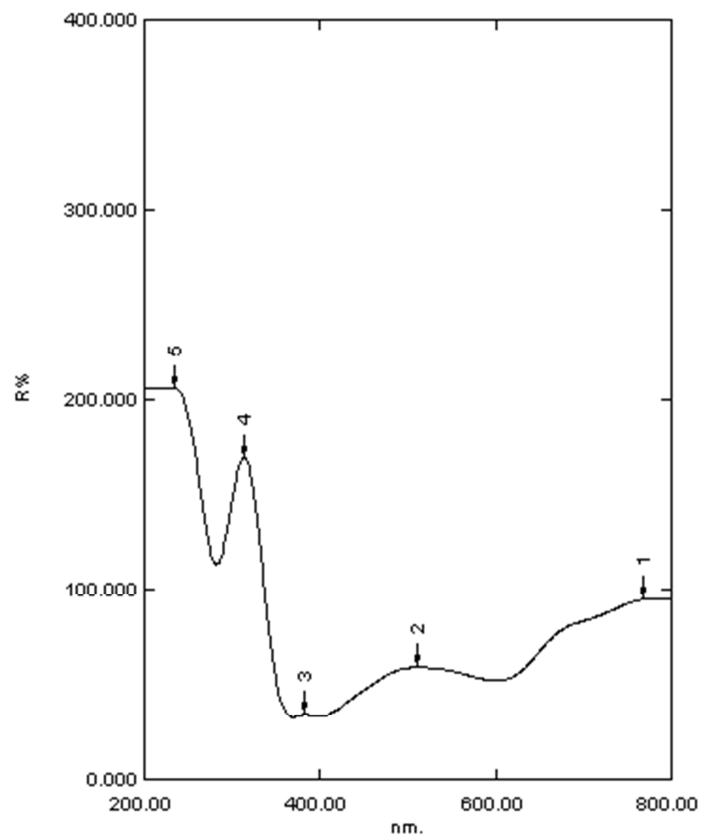
❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800



NO	Nm	Abs.
1	599.00	0.288
2	311.00	1.657

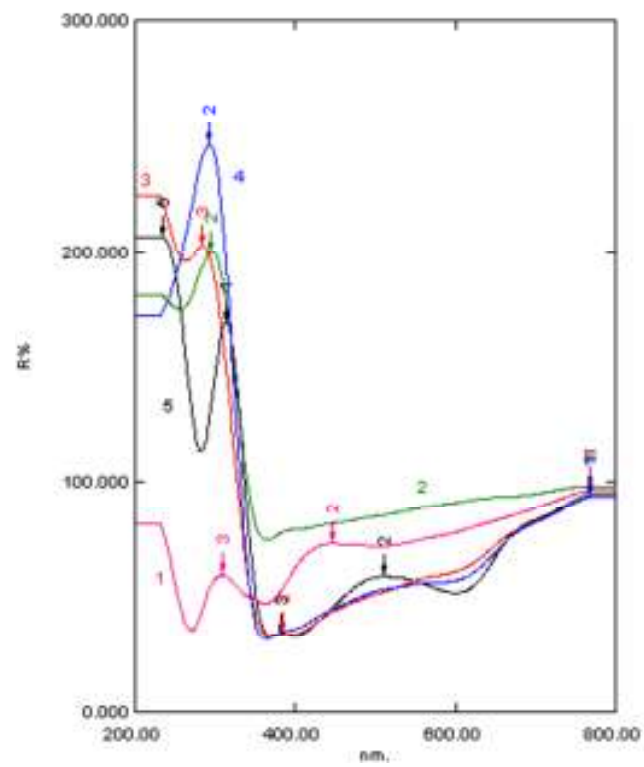
Sampel :CaCoTiO₃ 5

❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800

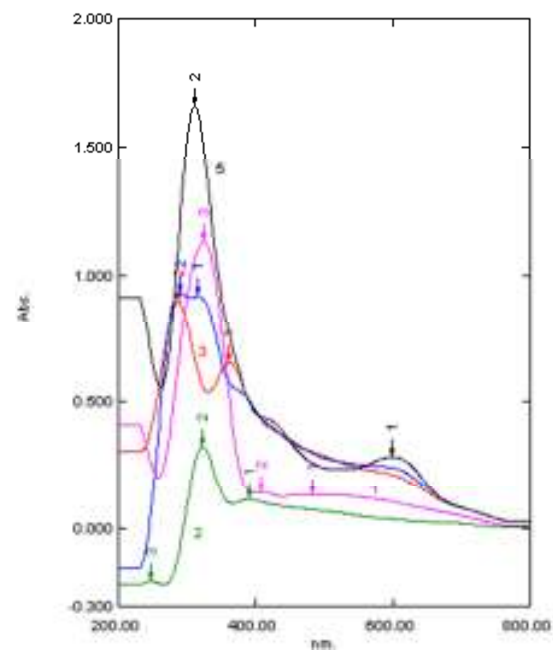


NO	nm	R%
1	768.00	94.819
2	511.00	59.102
3	383.00	34.248
4	314.00	169.472
5	234.00	206.171

Reflektansi



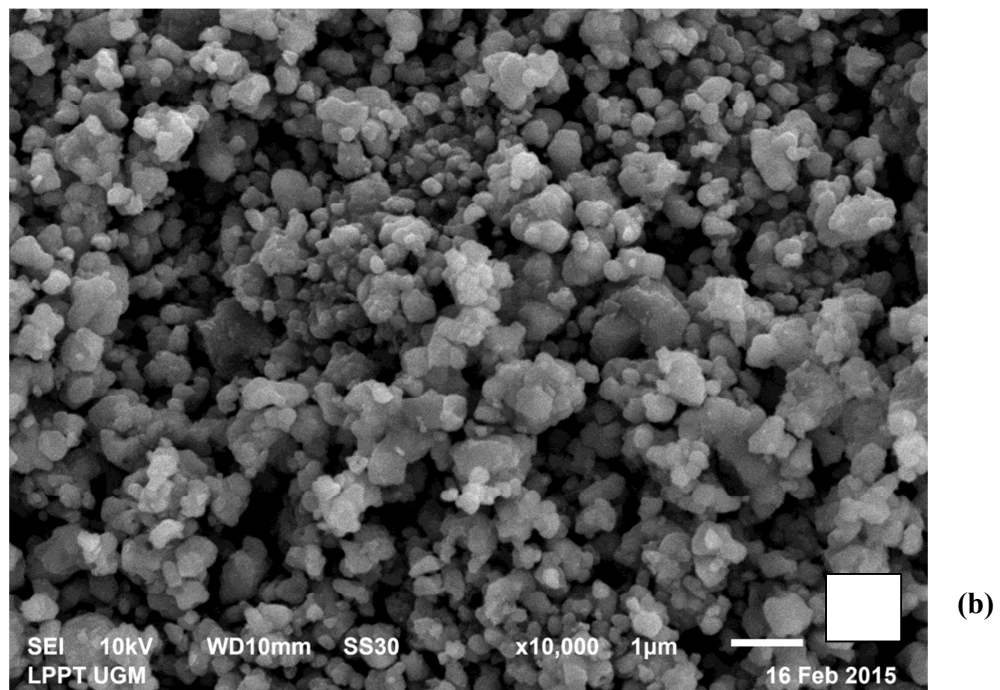
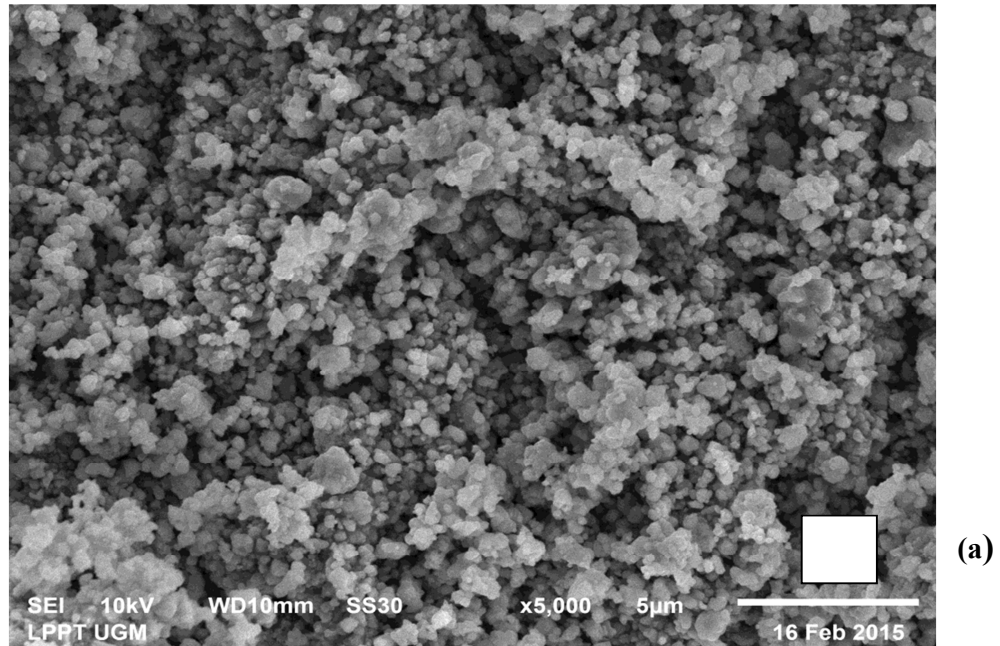
Absorbansi



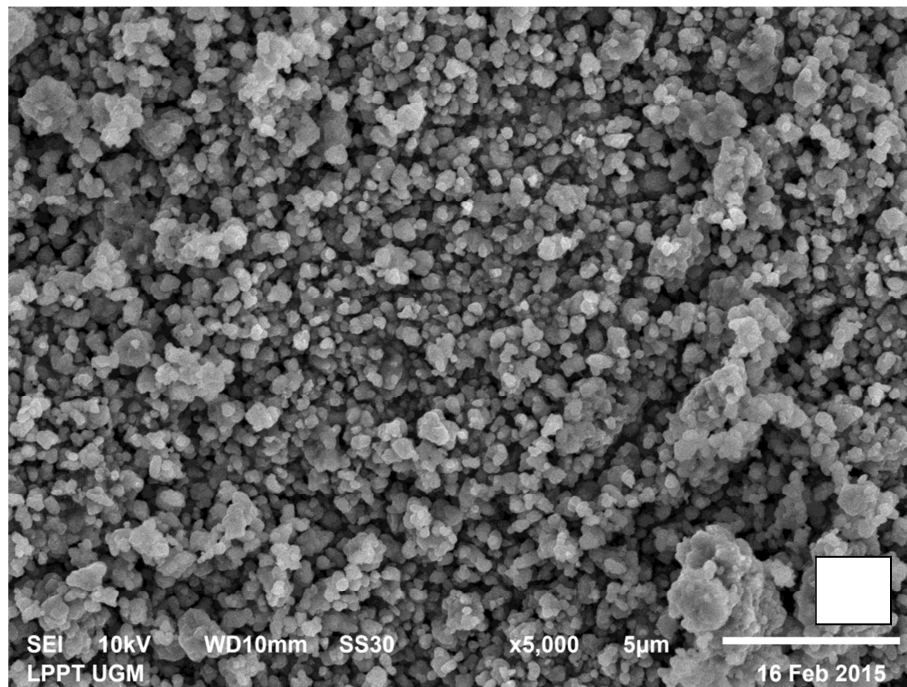
LAMPIRAN 2

Hasil dari analisis SEM-EDX

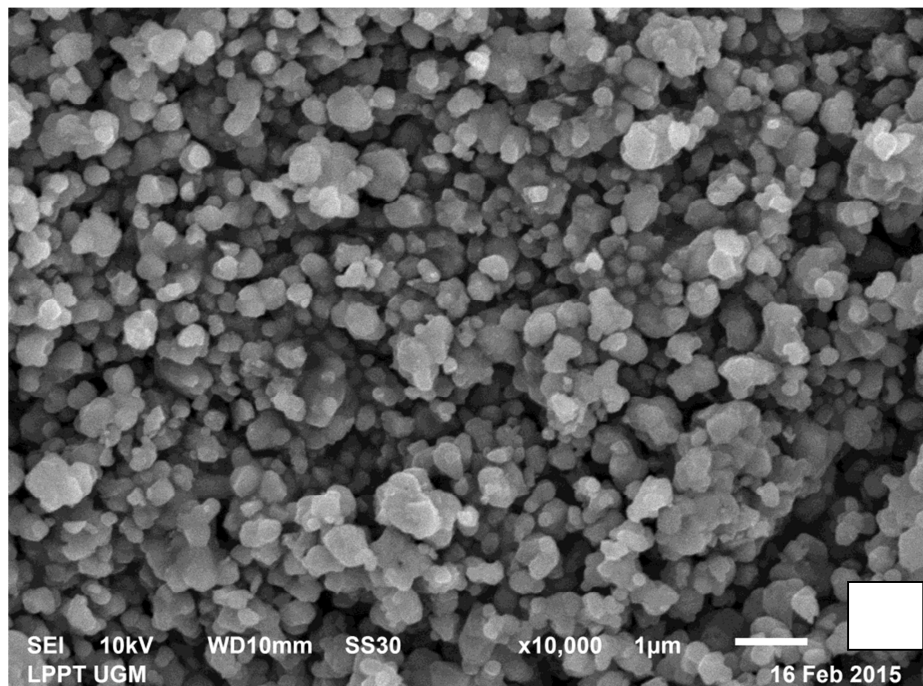
1. Foto SEM



SEM Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0$) dengan Perbesaran 5000 x (a) Dan Perbesaran 10000 x (b)

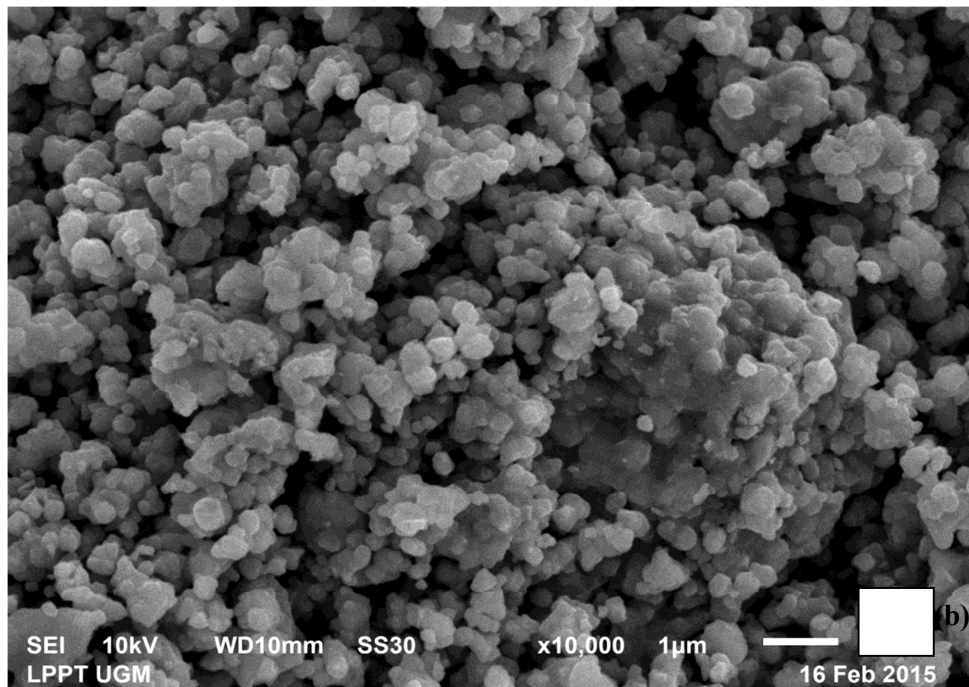
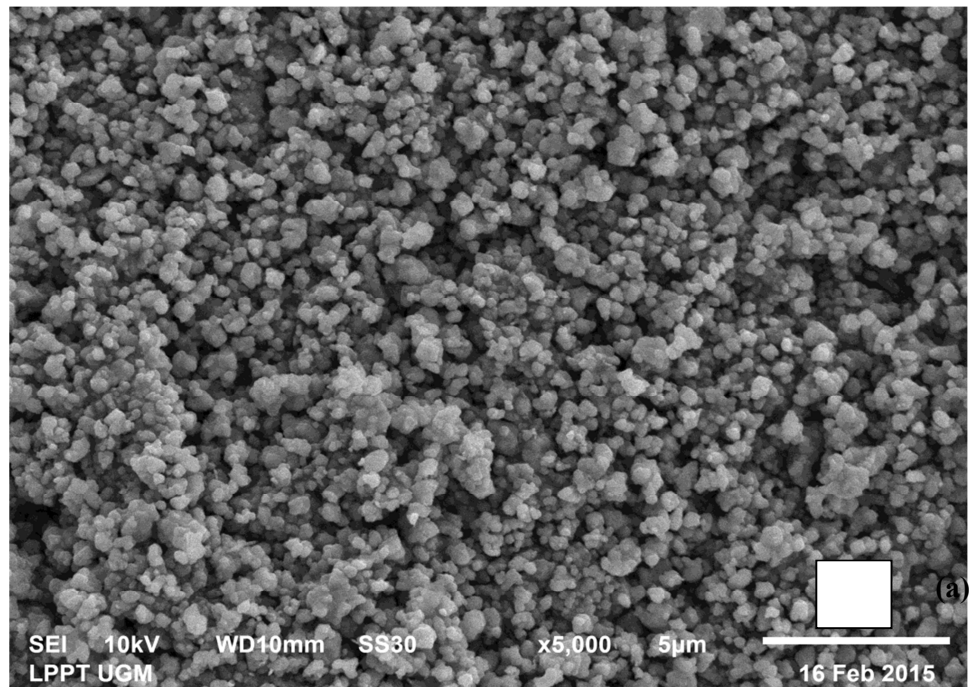


(a)

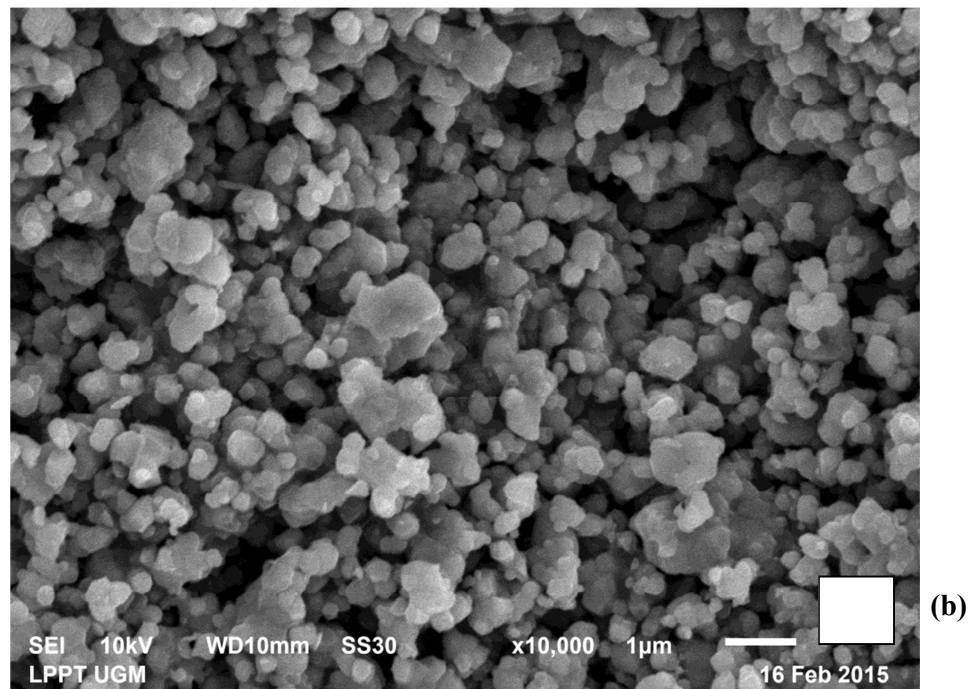
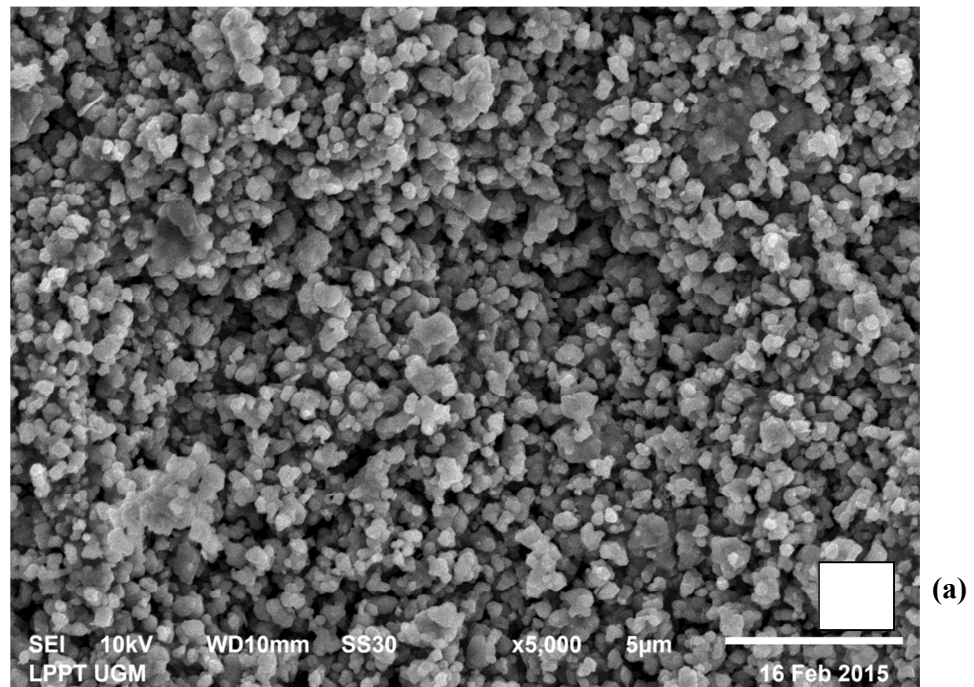


(b)

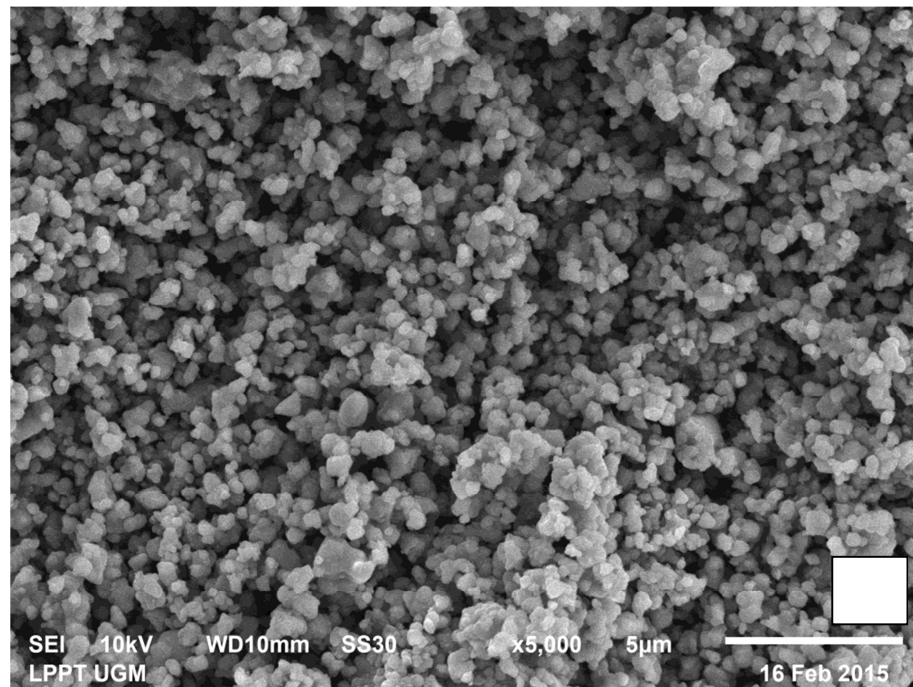
SEM Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0,001$) dengan Perbesaran 5000 x (a) dan Perbesaran 10000 x (b)



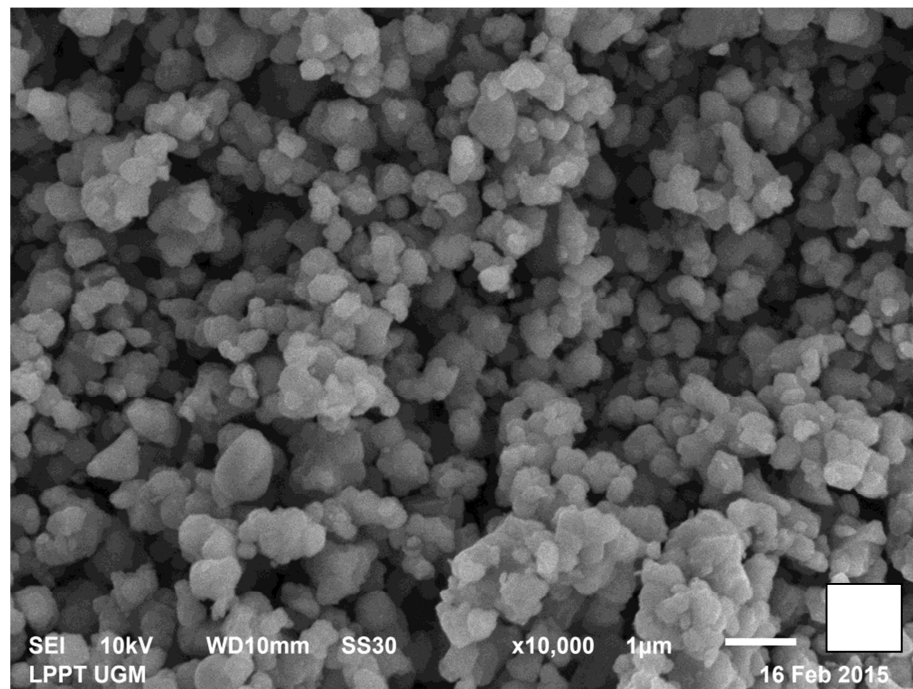
SEM Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0,025$) dengan Perbesaran 5000 x (a) dan Perbesaran 10000 x (b)



SEM Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0,05$) dengan Perbesaran 5000 x (a) dan Perbesaran 10000 x (b)



(a)



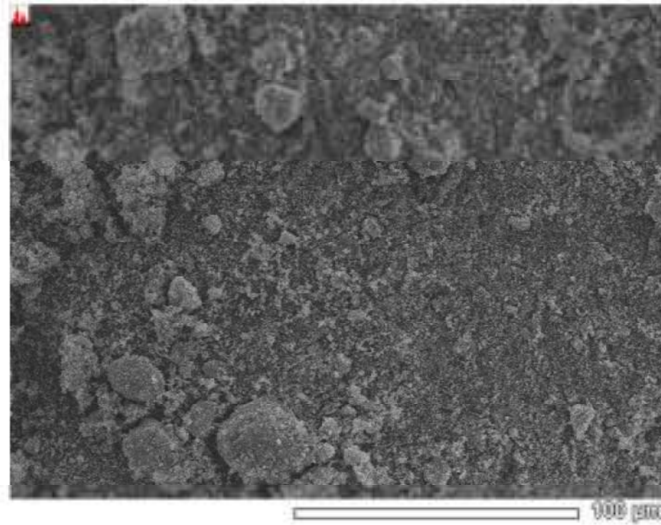
(b)

SEM Senyawa $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ ($x=0,1$) dengan Perbesaran 5000 x (a) dan Perbesaran 10000 x (b)

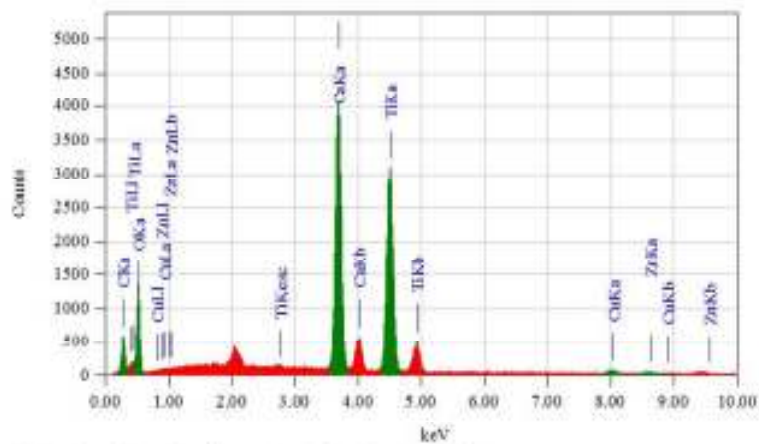
2. Spektra EDX

EDS-1 Sampel A

JEDOL I/1



Title : IMG1
Instrument : 6510(LA)
Volt : 20.00 kV
Mag. : x 550
Date : 2015/02/16
Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
Instrument : 6510(LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PMA mode : 13
Real Time : 51.62 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 3674 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

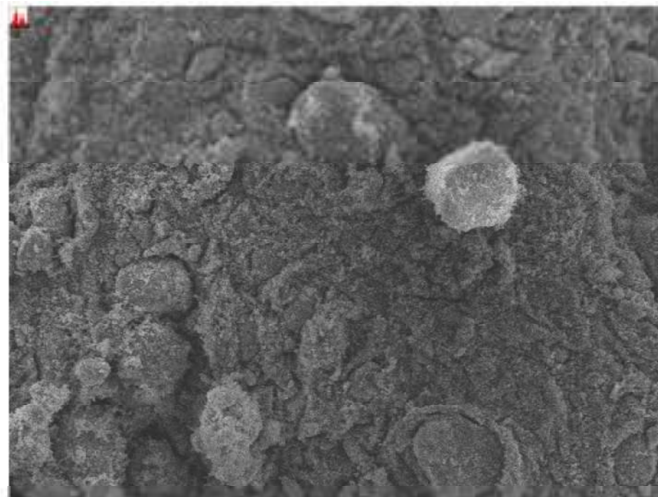
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis							
Fitting Coefficient : 0.0772							
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277	10.73	0.09	18.79			6.84
O K	0.525	46.36	0.49	60.96			25.27
Ca K	3.690	18.46	0.11	9.69			33.77
Ti K	4.508	79.88	0.14	10.03			17.16
Cu K	8.040	1.12	0.07	0.37			1.50
Zn K	8.630	0.48	0.05	0.15			0.64
Total		100.00		100.00			

JED-2300 AnalyzaStation

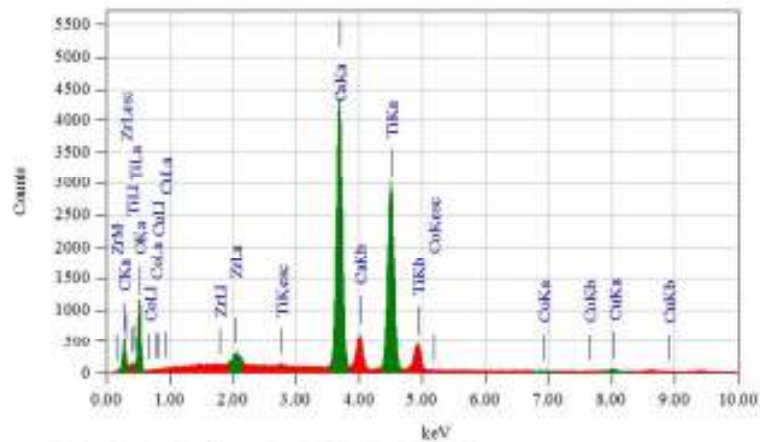
JEOL

EDS-2 Sampel B

JEDOL 1/1



Title : 1951
Instrument : 6510 (LA)
Volt : 20.00 kV
Mag. : x 500
Date : 2015/02/16
Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
Instrument : 6510 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PMA mode : r3
Real Time : 51.73 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 3512 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

RAE Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.0698

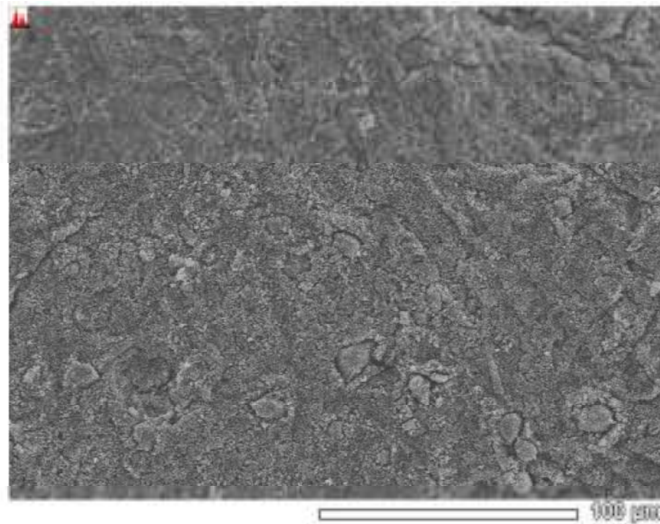
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277	9.53	0.09	17.22			5.73
O K	0.525	44.80	0.50	60.74			23.72
Ca K	3.690	20.14	0.12	10.90			36.24
Ti K	4.508	21.17	0.15	10.47			11.10
Co K	6.924	0.06	0.03	0.02			0.07
Cu K	8.040	0.86	0.06	0.30			1.15
Zr L	2.042	1.49	0.06	0.35			1.86
Total		100.00		100.00			

JED-2300 AnalysisStation

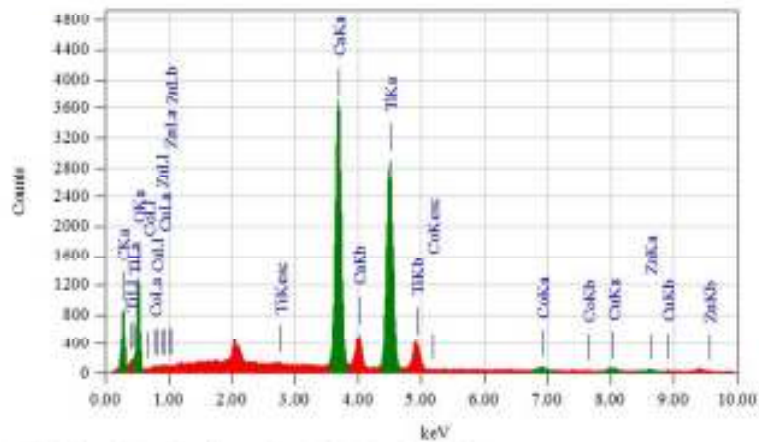
JEOL

EDS-2 Sampel C

JEDOL 1/1



Title : 1951
Instrument : 6510(LA)
Volt : 20.00 kV
Mag. : x 500
Date : 2015/02/16
Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
Instrument : 6510(LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PMA mode : r3
Real Time : 51.77 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 3559 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

RAE Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.9805

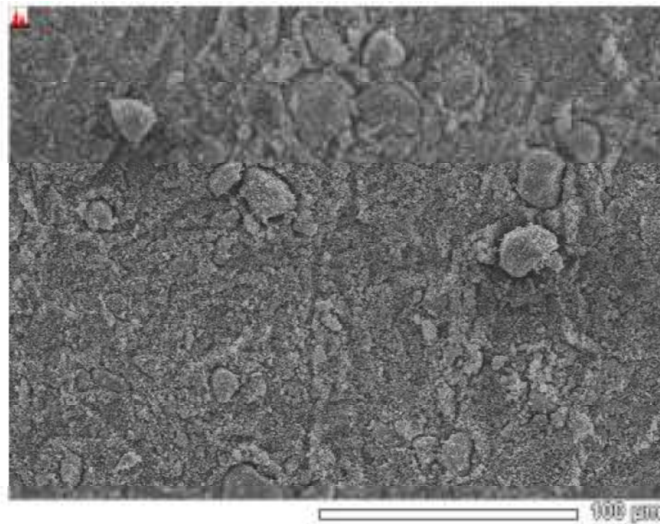
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atcn%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277	15.45	36.00	25.66			10.27
O K	0.535	44.78	270.16	56.28			26.00
Ca K	3.690	16.73	70.72	8.39			31.27
Ti K	4.508	20.83	98.53	8.75			29.41
Co K	6.924	0.79	27.85	0.27			1.09
Cu K	8.040	1.01	37.74	0.32			1.38
Zn K	8.630	0.40	22.36	0.12			0.55
Total		100.00		100.00			

JED-2300 AnalysisStation

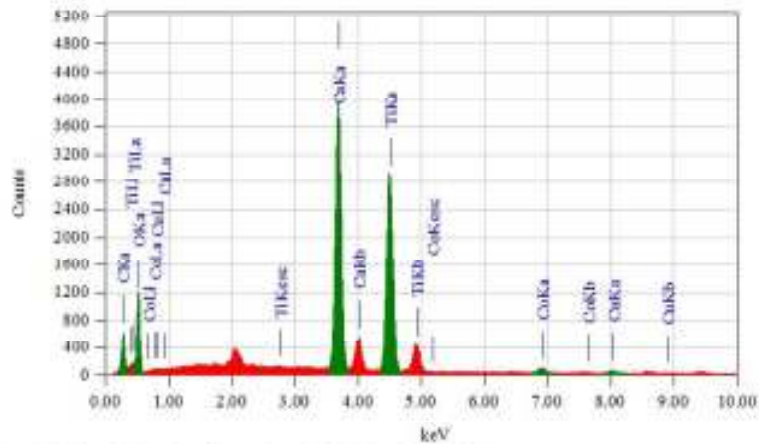
JEOL

EDS-1 Sampel D

JEDOL 1/1



Title : 1951
Instrument : 6510(LA)
Volt : 20.00 kV
Mag. : x 500
Date : 2015/02/16
Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
Instrument : 6510(LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PMA mode : R3
Real Time : 51.73 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 3542 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

RAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.0831

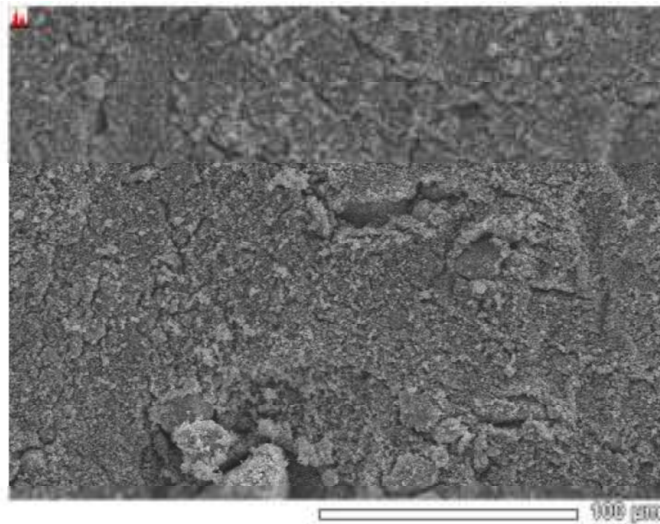
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atcn%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277	11.33	0.03	19.89			7.20
O K	0.525	45.24	0.24	58.61			25.02
Ca K	3.690	18.62	0.07	9.79			33.90
Ti K	4.508	22.57	0.08	8.61			10.84
Co K	6.924	1.25	0.04	0.45			1.68
Cu K	8.040	0.98	0.05	0.33			1.31
Total		100.00		100.00			

JED-2300 AnalysisStation

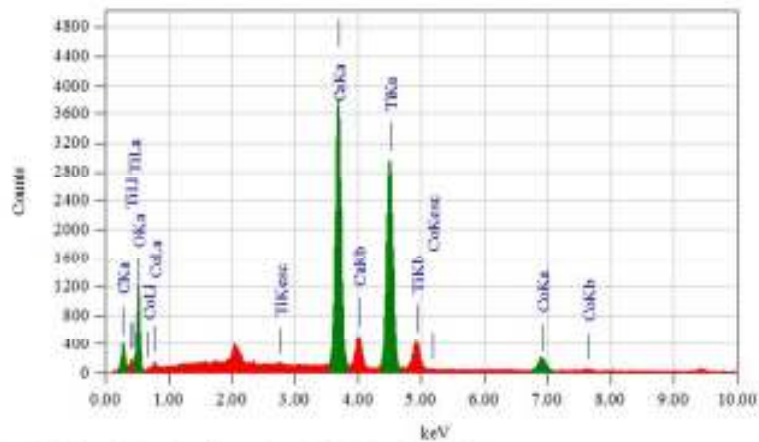
JEOL

EDS-2 Sampel E

JEDOL 1/1



Title : 1951
Instrument : 6510(LA)
Volt : 20.00 kV
Mag. : x 500
Date : 2015/02/16
Pixel : 512 x 384



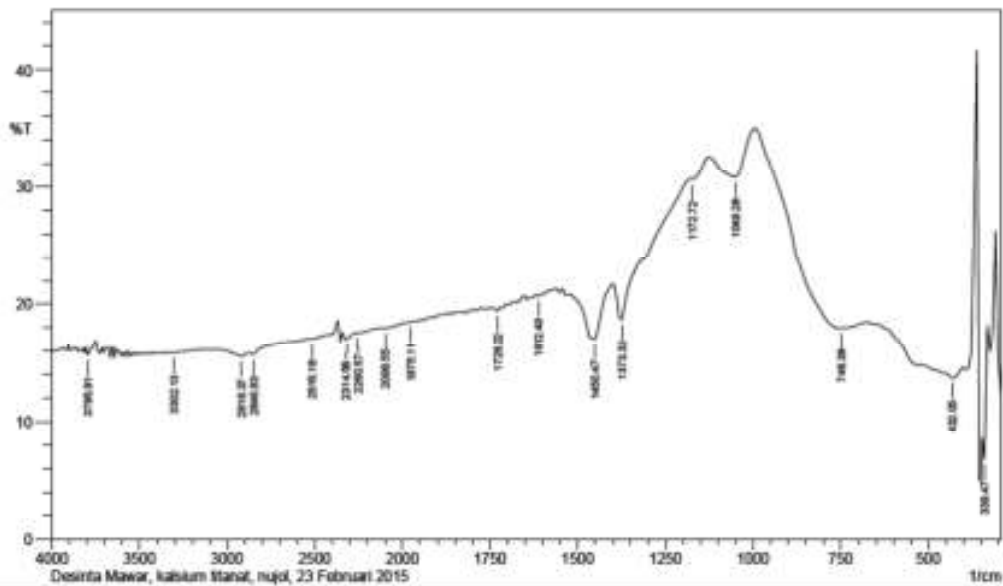
Acquisition Parameter
Instrument : 6510(LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PMA mode : R3
Real Time : 51.75 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 3541 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

RAE Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.9834

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277	8.07	0.02	14.69			4.88
O K	0.525	46.14	0.20	63.05			25.53
Ca K	3.690	18.47	0.06	10.07			32.98
Ti K	4.511	24.01	0.07	16.46			17.77
Co K	6.924	3.32	0.05	1.23			4.36
Total		100.00		100.00			

LAMPIRAN 3

Hasil dari Spektra FTIR Nujol mull



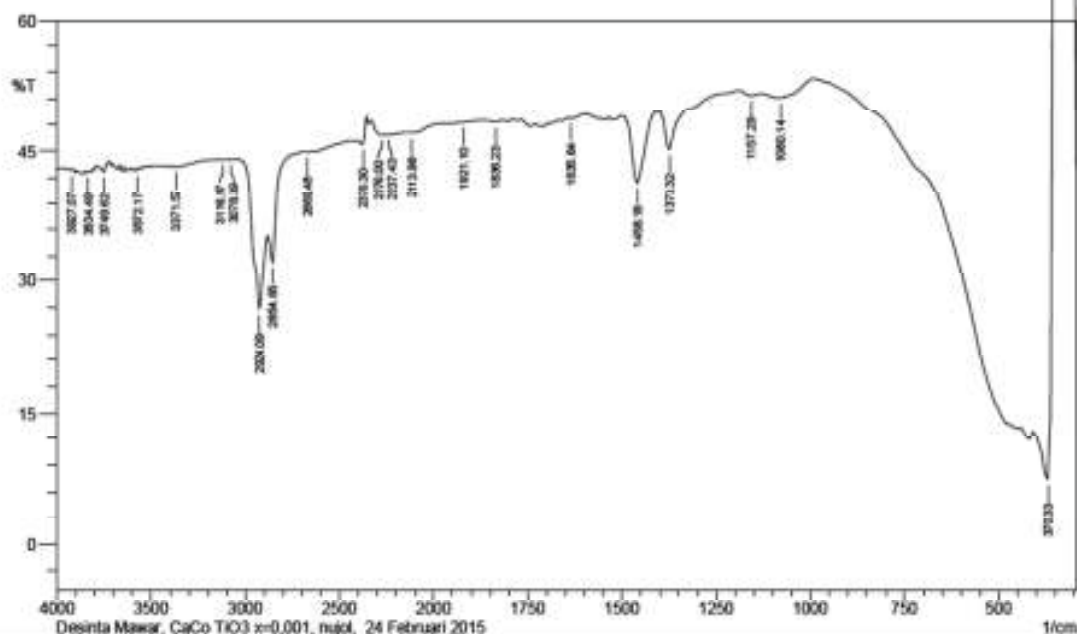
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	339.47	6.758	17.331	362.62	331.76	36.67	17.013
2	432.06	13.695	0.501	447.49	408.91	33.024	0.384
3	748.38	17.977	4.149	987.55	678.94	200.289	15.205
4	1049.28	30.794	3.082	1118.71	995.27	60.859	2.666
5	1172.72	30.613	0.296	1180.44	1126.43	27.109	0.188
6	1373.32	18.712	3.903	1396.46	1180.44	130.124	3.529
7	1450.47	17.038	4.263	1519.91	1404.18	82.716	4.843
8	1612.49	20.672	0.158	1620.21	1566.2	36.619	0.066
9	1728.22	19.441	0.278	1735.93	1705.07	21.76	0.096
10	1975.11	18.425	0.061	1982.82	1921.1	44.999	0.052
11	2098.55	17.971	0.088	2121.7	1998.25	91.577	0.27
12	2260.57	17.533	0.037	2268.29	2121.7	110.006	0.077
13	2314.58	16.987	0.505	2337.72	2276	47.109	0.48
14	2515.18	17.023	0.071	2522.89	2376.3	111.457	1.291
15	2846.93	15.688	0.175	2870.08	2538.32	259.048	0.09
16	2916.37	15.515	0.18	2931.8	2877.79	43.507	0.133
17	3302.13	15.822	0.036	3309.85	3194.12	92.29	0.048
18	3795.91	15.624	0.742	3803.63	3757.33	36.657	0.492

Comment:

Desinta Mawar, kalsium titanat, nujol, 23 Februari 2015



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



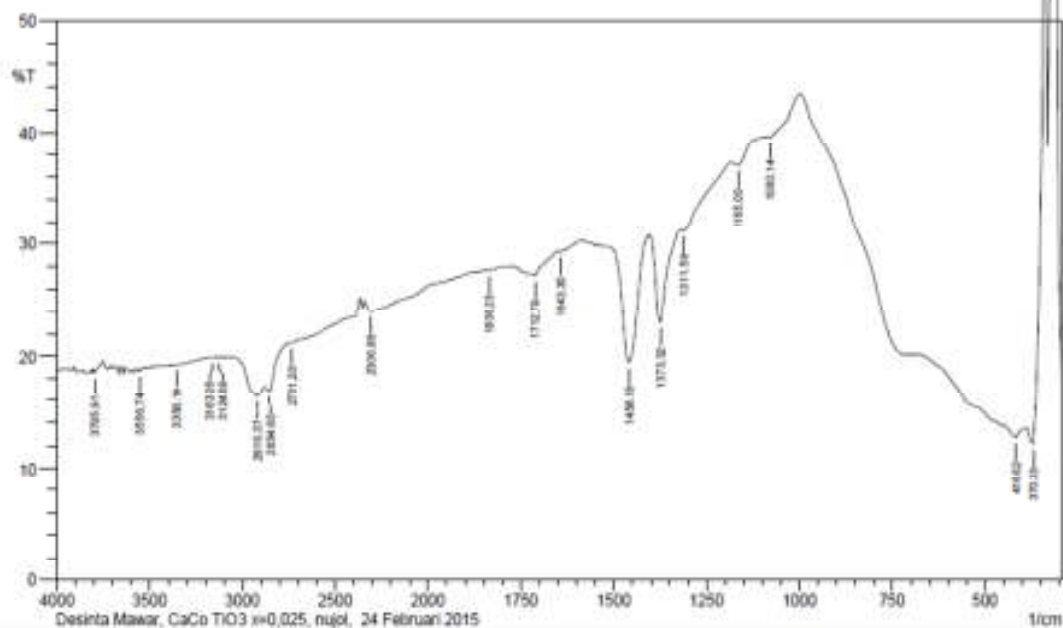
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	370.33	7.36	73.32	401.19	347.19	37.92	20.67
2	1080.14	51.07	1.12	1126.43	995.27	37.5	0.78
3	1157.29	51.35	0.4	1168.15	1134.14	15.55	0.1
4	1373.32	45.11	4.5	1396.46	1195.87	60.56	1.37
5	1458.18	41.42	7.66	1496.76	1404.18	31.15	2.6
6	1635.64	48.59	0.14	1643.35	1597.06	14.41	0.03
7	1836.23	48.22	0.19	1859.38	1820.8	12.2	0.05
8	1921.1	48.11	0.04	1920.82	1890.24	12.21	0
9	2113.98	46.98	0.17	2137.13	1982.82	50.01	0.17
10	2237.43	46.75	0.04	2252.86	2144.84	35.54	0.01
11	2276	46.71	0.39	2322.29	2260.57	20.27	0.22
12	2376.3	45.68	2.02	2414.88	2360.87	18.05	0.53
13	2669.48	44.84	0.14	2692.63	2422.59	92.52	0.22
14	2854.65	32.23	4.32	2877.79	2700.34	67.63	1.1
15	2924.09	26.82	10.5	3039.81	2885.51	68.98	6.8
16	3078.39	44.03	0.02	3086.11	3047.53	13.73	0.01
17	3116.97	43.96	0.04	3140.11	3086.11	19.26	0.01
18	3371.57	43.24	0.06	3379.29	3201.83	64.02	0.1
19	3672.17	42.85	0.2	3679.88	3541.31	14.11	0.03
20	3749.62	42.68	0.82	3788.19	3734.19	19.75	0.21
21	3834.49	42.68	0.23	3849.92	3795.91	19.88	0.13
22	3927.07	42.87	0.11	3965.65	3919.35	16.99	0.02

Comment;

Desinta Mawar, CaCo TiO₃ x=0.001, nujol, 24 Februari



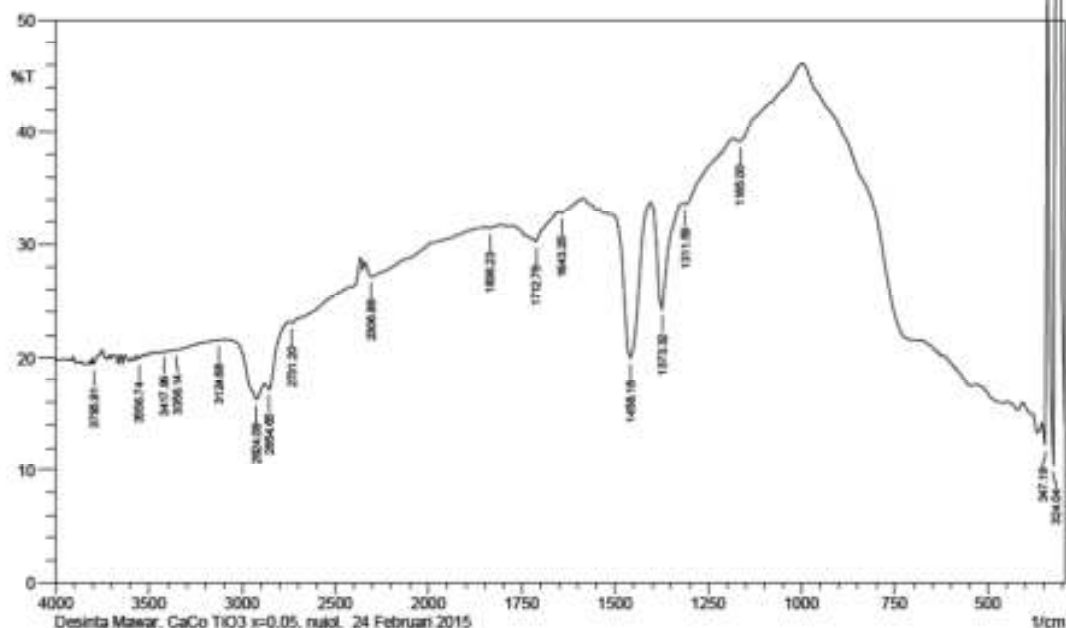
Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	370.33	12.153	12.087	385.76	347.19	27.703	5.159
2	416.62	12.72	1.368	671.23	393.48	222.614	4.992
3	1080.14	39.624	0.666	1095.57	1002.98	35.858	0.625
4	1165	37.022	0.71	1180.44	1095.57	35.149	0.209
5	1311.59	31.102	0.443	1319.31	1188.15	60.877	0.136
6	1373.32	22.888	7.615	1396.46	1327.03	39.311	3.67
7	1458.18	19.433	10.938	1535.34	1404.18	76.193	8.193
8	1643.35	29.227	0.248	1651.07	1589.34	32.508	0.117
9	1712.79	27.202	1.502	1774.51	1651.07	68.202	1.352
10	1836.23	27.648	0.139	1851.66	1805.37	25.747	0.045
11	2906.86	23.967	1.192	2337.72	1874.81	274.866	6.083
12	2731.2	21.149	0.103	2738.92	2368.59	240.216	5.049
13	2854.65	16.856	1.077	2877.79	2746.63	93.66	0.739
14	2916.37	16.352	1.278	3070.68	2885.51	137.498	2.268
15	3124.68	19.905	0.023	3132.4	3093.82	27.033	0.012
16	3163.26	19.821	0.04	3178.69	3155.54	16.247	0.002
17	3356.14	19.21	0.073	3371.57	3194.12	125.984	0.154
18	3556.74	18.656	0.284	3572.17	3533.59	27.975	0.101
19	3795.91	18.501	0.51	3803.63	3757.33	33.395	0.238

Comment:

Desinta Mawar, CaCo TiO₃ x=0,025, nujol, 24 Februari



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	324.04	10.329	56.967	339.47	316.33	14.485	10.42
2	347.19	12.233	35.107	378.05	339.47	29.009	10.351
3	1165	39.163	0.837	1180.44	1002.98	66.045	0.572
4	1311.59	33.58	0.462	1319.31	1188.15	57.221	0.141
5	1373.32	24.18	9.088	1396.46	1327.03	37.109	4
6	1458.18	19.953	13.926	1581.63	1404.18	93.832	10.53
7	1643.35	32.783	0.335	1651.07	1589.34	29.359	0.125
8	1712.79	30.27	1.992	1774.51	1658.78	58.369	1.504
9	1836.23	31.438	0.201	1851.66	1813.09	19.322	0.059
10	2306.86	27.134	1.544	2337.72	1874.81	249.012	6.612
11	2731.2	23.08	0.167	2738.92	2368.59	223.38	5.828
12	2854.65	17.132	1.487	2877.79	2746.63	90.332	1.017
13	2924.09	16.263	2.137	3070.68	2885.51	134.333	3.273
14	3124.68	21.539	0.018	3132.4	3093.82	25.704	0.008
15	3356.14	20.646	0.047	3363.86	3132.4	156.252	0.038
16	3417.86	20.496	0.067	3425.58	3371.57	37.082	0.035
17	3556.74	19.857	0.345	3572.17	3533.59	26.899	0.111
18	3796.91	19.446	0.591	3803.63	3757.33	32.316	0.246

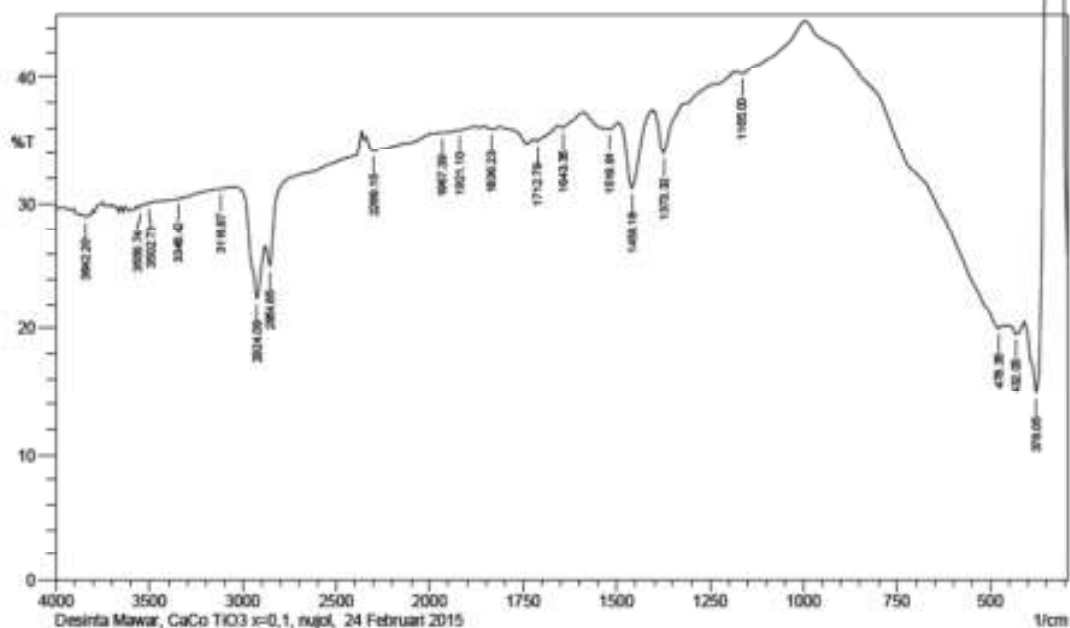
Comment;

Desinta Mawar, CaCo TiO₃ x=0.05, nujol, 24 Februari



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	378.05	14.81	79.71	401.19	339.47	29.52	22.36
2	432.05	19.5	0.84	447.49	408.91	27.04	0.4
3	478.35	19.95	1.65	995.27	447.49	271.54	1.04
4	1165	40.28	0.49	1180.44	1002.98	67.11	1.1
5	1373.32	33.9	3.64	1396.46	1188.15	87.43	1.8
6	1458.18	31.18	5.52	1489.05	1404.18	39.22	2.48
7	1519.91	35.93	0.73	1581.63	1496.76	37.41	0.56
8	1643.35	36.05	0.42	1658.78	1589.34	30.3	0.16
9	1712.79	34.98	0.32	1720.5	1658.78	27.72	0.16
10	1836.23	35.95	0.22	1851.66	1813.09	17.11	0.07
11	1921.1	35.86	0.05	1928.82	1882.52	20.54	0.01
12	1967.39	35.67	0.04	1975.11	1928.82	20.68	0.03
13	2299.15	34.16	1.24	2337.72	1975.11	166.17	3.2
14	2854.65	24.98	1.99	2877.79	2368.59	251.28	1.56
15	2924.09	22.41	5.19	3039.81	2885.51	87.86	4.56
16	3116.97	31.15	0.04	3132.4	3070.68	31.21	0.01
17	3348.42	30.34	0.03	3356.14	3132.4	114.44	0
18	3502.73	30.04	0.06	3510.45	3464.15	24.12	0.02
19	3556.74	29.69	0.2	3572.17	3533.59	20.26	0.05
20	3842.2	29.01	0.16	3849.92	3780.48	37	0.2

Comment;

Desinta Mawar, CaCo TiO₃ x=0,1, nujol, 24 Februari

LAMPIRAN 4

Hasil dari Porosimetri

1. Sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0$

Surface Area Reports

ASAP 2020 V4.01 (V4.01 E) Unit 1 Serial #: 1864 Page 1
Sample: CTO CaTiO_3
Operator: M.Asiam
Submitter:
File: C:\2020\DATA\CTO.SMP
Started: 29/04/2015 9:57:08 Analysis Adsorptive: N_2
Completed: 29/04/2015 11:21:02 Analysis Bath Temp.: -195.911°C
Report Time: 29/04/2015 11:40:26 Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.2700 g Warm Free Space: 25.6021 cm^3
Measured
Cold Free Space: 81.9051 cm^3 Equilibration Interval: 10 s Ambient
Temperature: 22.00°C Low Pressure Dose: None Automatic
Degas: Yes
Summary Report
Surface Area
Single point surface area at $P/P_0 = 0.300329488$: $3.5106\text{ m}^2/\text{g}$
BET Surface Area: $3.6922\text{ m}^2/\text{g}$

2. Sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0.001$

Surface Area Reports

ASAP 2020 V4.01 Unit 1 Serial #: 1864 Page 1
Sample: $\text{Ca}_{0.999}\text{Ca}_{0.001}\text{TiO}_3$
Operator: M.Asiam
Submitter:
File: C:\2020\DATA\CA99C1TO.SMP
Started: 30/04/2015 12:53:38 Analysis Adsorptive: N_2
Completed: Analysis Bath Temp.: -195.935°C
Report Time: 30/04/2015 15:22:42 Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.3000 g Warm Free Space: 25.9810 cm^3
Measured
Cold Free Space: 82.2376 cm^3 Equilibration Interval: 10 s Ambient
Temperature: 22.00°C Low Pressure Dose: None Automatic
Degas: Yes
Summary Report
Surface Area
Single point surface area at $P/P_0 = 0.300161923$: $4.0413\text{ m}^2/\text{g}$
BET Surface Area: $4.4116\text{ m}^2/\text{g}$

3. Sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0,025$

Surface Area Reports

ASAP 2020 V4.01 (V4.01 E) Unit 1 Serial #: 1864 Page 1
Sample: $\text{CaO}_{0,975}\text{Ca}_{0,25}\text{TiO}_3$
Operator: M.Aslam
Submitter:
File: C:\2020\DATA\CA975CTO.SMP
Started: 30/04/2015 17:00:48 Analysis Adsorptive: N2
Completed: 30/04/2015 16:59:42 Analysis Bath Temp.: 77.219K Report
Time: 02/05/2015 8:15:53 Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.2900 g Warm Free Space: 25.6456 cm³
Measured
Cold Free Space: 80.3600 cm³ Equilibration Interval: 10 s
Ambient Temperature: 22.00 °C Low Pressure Dose: None
Automatic Degas: Yes
Summary Report
Surface Area
Single point surface area at $p/p^\circ = 0.300036501$: 6.8972 m²/g
BET Surface Area: 8.2681 m²/g

4. Sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0,05$

Surface Area Reports

ASAP 2020 V4.01 Unit 1 Serial #: 1864 Page 1
Sample: CA95C5TO Operator:
Submitter:
File: C:\2020\DATA\CA95C5TO.SMP
Started: 02/05/2015 9:16:06 Analysis Adsorptive: N2
Completed: Analysis Bath Temp.: 77.248 K
Report Time: 02/05/2015 10:43:12 Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.2950 g Warm Free Space: 25.9124 cm³
Measured
Cold Free Space: 82.4822 cm³ Equilibration Interval: 10 s Ambient
Temperature: 22.00 °C Low Pressure Dose: None Automatic
Degas: Yes
Summary Report
Surface Area
Single point surface area at $p/p^\circ = 0.300226876$: 2.7795 m²/g
BET Surface Area: 2.9523 m²/g

5. Sampel $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ $x=0,1$

Surface Area Reports

ASAP 2020 V4.01 Unit 1 Serial #: 1864 Page 1

Sample: C9C1TO $\text{Ca}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{TiO}_3$

Operator: M.Aslam

Submitter:

File: C:\2020\DATA\C9C1TO.SMP

Started: 29/04/2015 11:25:40

Analysis Adsorptive: N_2

Completed:

Analysis Bath Temp.: -195.930°C

Report Time: 29/04/2015 13:36:08

Thermal Correction: No

Sample Mass: 0.3100 g

Warm Free Space: 24.0962 cm^3

Measured

Cold Free Space: 77.6662 cm^3

Equilibration Interval: 10 s Ambient

Temperature: 22.00°C

Low Pressure Dose: None Automatic

Degas: Yes

Summary Report

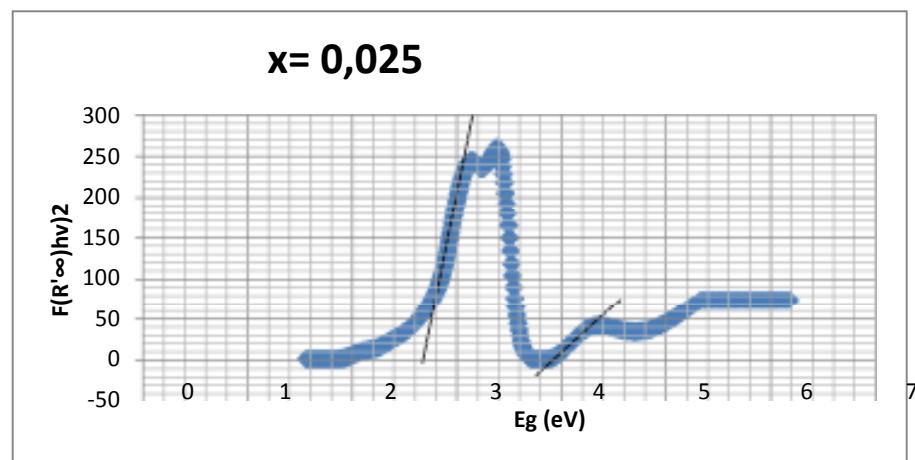
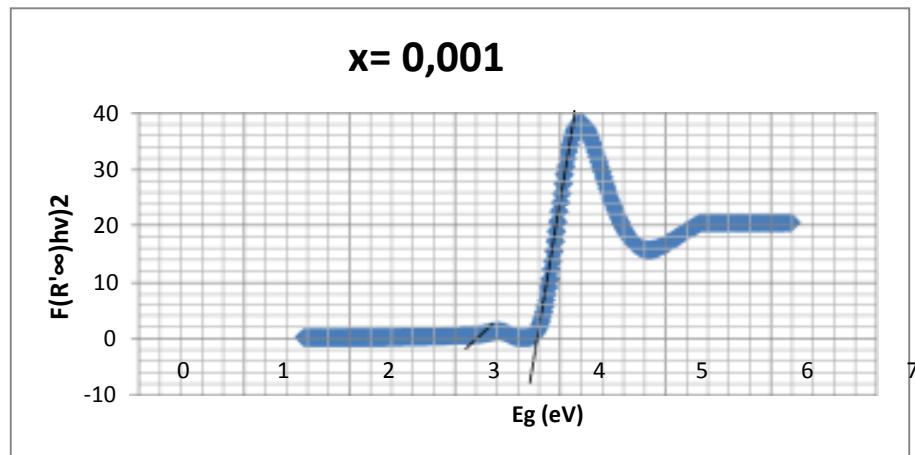
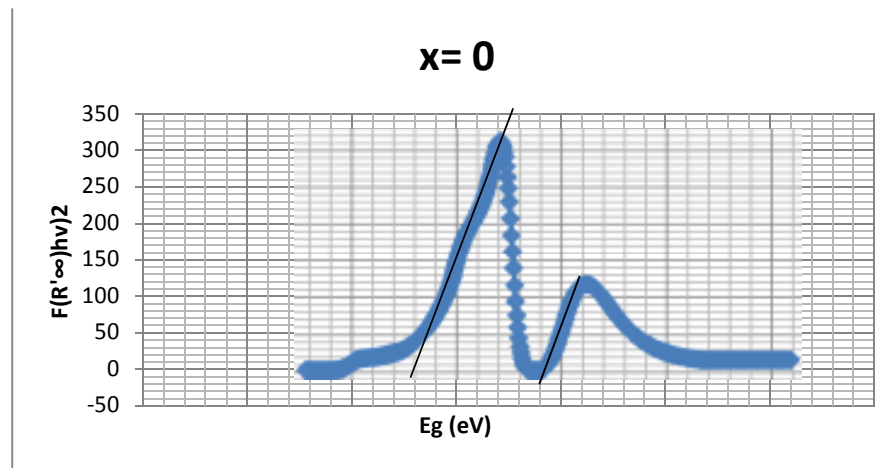
Surface Area

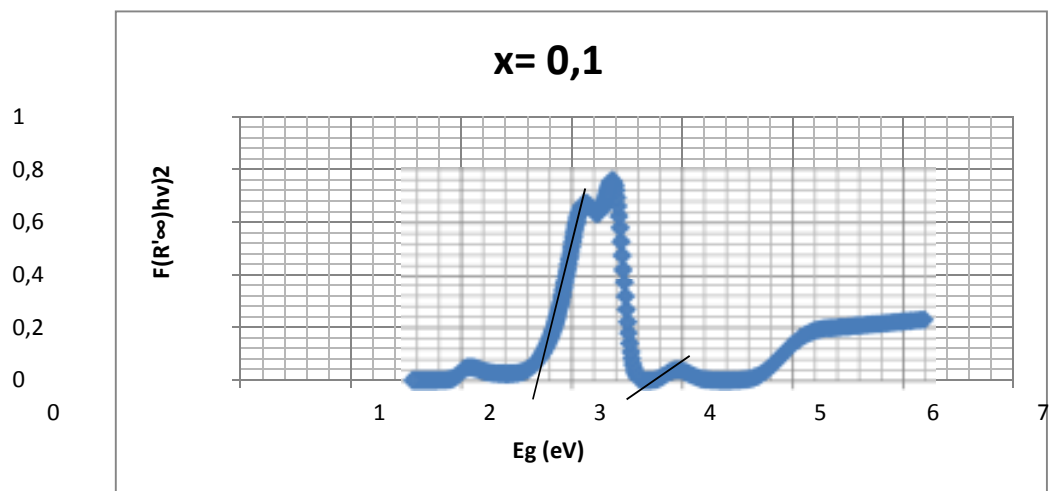
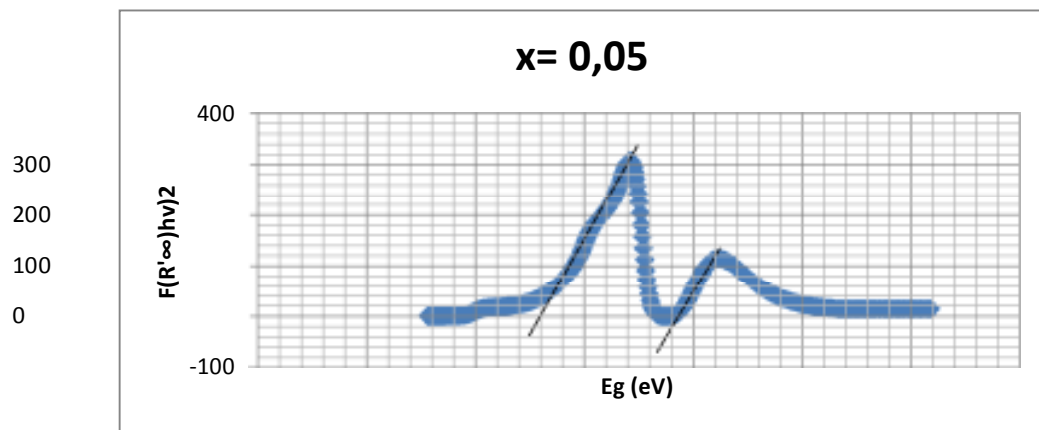
Single point surface area at $P/P_0 = 0.300205450$: $4.6534\text{ m}^2/\text{g}$

BET Surface Area: $5.4518\text{ m}^2/\text{g}$

LAMPIRAN 5

Grafik Perhitungan Energi Celah Pita





LAMPIRAN 6

Isoterm Adsorpsi Katalis pada Adsorpsi Pewarna Metilen Biru

1. Pengenceran pada larutan metilen Biru

Massa molar metilen biru adalah 319,86 gr/mol. Larutan metilen biru dengan konsentrasi 10×10^{-6} mol/L dibuat dengan melarutkan 0,0032 gram metilen biru dengan akuades menjadi 1000 mL. Untuk membuat variasi konsentrasi larutan metilen biru dapat dilakukan pengenceran dengan menggunakan rumus: $V_1.M_1 = V_2.M_2$

2. Isoterm Adsorpsi Langmuir

Grafik isotherm Langmuir didapatkan dengan mengalurkan c/m terhadap c . C merupakan konsentrasi metilen biru setelah 24 jam (mol/ L) dan m merupakan jumlah metilen biru teradsorpsi pada tiap 1 gram katalis (mol/gram). Data hasil perhitungan dalam menentukan isotherm adsorpsi Langmuir dapat dilihat pada table di bawah ini.

Perhitungan nilai b pada isotherm adsorpsi Langmuir :

$$\frac{c}{m} = \frac{c}{b} + \frac{1}{KLb}$$

Dari rumus tersebut didapatkan kapasitas adsorpsi (b) katalis $Ca_{1-x}Co_xTiO_3$ untuk masing-masing variasi $x=0; 0,001; 0,025; 0,05; 0,01$ pada metilen biru untuk setiap

variasi x dengan 7 variasi konsentrasi metilen biru ($1,52; 2; 3; 4; 6; 8; 10 \times 10^{-6}$ mol/L).

Perhitungan Isotherm Langmuir:

Katalis $Ca_{1-x}Co_xTiO_3$	c/m	slope	intersep	b (kapasitas ads) ($1/\text{slope}$)	KL(konstanta ads) ($1/b/\text{intersep}$)
X=0	0,294233862 0,363755523 0,293940645 0,253836273 0,313721294 0,385654675 0,311410114	2122,7	0,3039	0,000471098	6984,863442

X= 0,001	0,832480079 0,482169691 0,247228902 0,238885045 0,230725472 0,251638384 0,268557277	-33179	0,5753	-3,01395E-05	-57672,51869
X= 0,025	0,554555193 0,397032348 0,25124707 0,210693918 0,236503934 0,175335726 0,149561293	-22237	0,4368	-4,49701E-05	-50908,88278
X= 0,05	0,312466659 0,363755523 0,259414461 0,216158725 0,153783642 0,165681901 0,145062408	-14441	0,3349	-6,92473E-05	-43120,33443
X= 0,1	0,509438248 0,363755523 0,231577061 0,218922766 0,18756923 0,182761867 0,138867661	-20004	0,4035	-4,999E-05	-49576,20818

3. Perhitungan untuk menentukan kapasitas adsorbs katalis melalui isotherm Freundlich melalui persamaan:

$$\text{Log } c = \text{Log } k + \frac{1}{n} \text{Log } m$$

Grafik isotherm Freundlich didapatkan dengan mengalurkan Log konsentrasi metilen biru setelah 24 jam (c) dengan Log jumlah metilen biru teradsorpsi pada tiap 1 gram katalis (m). Didapatkan hasil perhitungan kapasitas adsorpsi katalis $\text{Ca}_{1-x}\text{Co}_x\text{TiO}_3$ variasi x=0; 0,001; 0,025; 0,05; 0,01 pada degradasi metilen biru untuk setiap variasi x menggunakan 7 variasi konsentrasi metilen biru (1,52; 2; 3; 4; 6; 8; 10 x 10⁻⁶ mol/L) melalui isotherm Freundlich.

Perhitungan Isotherm Freundlich:

Katalis Ca _{1-X} Co _X TiO ₃	log m	log c	intersep	slope	k(mol/gram)	n	1/n
X=0	-5,718105 -5,635361 -5,422667 -5,275217 -5,132324 -5,044174 -4,90924	-6,249412159 -6,074551246 -5,954407138 -5,870663357 -5,635780433 -5,457975832 -5,415907703	-0,3777	1,0236	0,41908296	0,976944	1,0236
X= 0,001	-5,942817 -5,691157 -5,396332 -5,266517 -5,085603 -4,972919 -4,885676	-6,022443287 -6,007956625 -6,003233167 -5,888327923 -5,722507454 -5,572142076 -5,456639315	-3,0101	0,5264	0,00097701	1,899696	0,5264
X= 0,025	-5,841226 -5,651778 -5,398662 -5,249623 -5,089024 -4,92643 -4,81262	-6,09728095 -6,052952217 -5,998560531 -5,925970608 -5,715185452 -5,682559322 -5,637800927	-3,2982	0,4875	0,00050327	2,051282	0,4875
X= 0,05	-5,727962 -5,635361 -5,403358 -5,252949 -5,037283 -4,920177 -4,809602	-6,233158276 -6,074551246 -5,989363426 -5,918176526 -5,850372658 -5,700901693 -5,64804685	-2,9186	0,5704	0,00120615	1,753156	0,5704
X= 0,1	-5,822236 -5,635361 -5,387139 -5,254622 -5,059165 -4,931179 -4,805411	-6,11514462 -6,074551246 -6,022443287 -5,914331318 -5,786003588 -5,669293684 -5,662809785	-3,286	0,4944	0,00051761	2,022654	0,4944


Keterangan:

k : kapasitas adsorpsi

n: faktor heterogenitas

LAMPIRAN 7

Notulen seminar hasil penelitian

	LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA			
	BERITA ACARA SEMINAR HASIL PENELITIAN			
	No. FRM/LPPM-PNL/314	Revisi : 00	Tgl 1 September 2014	Hal 1 dari 2

1. Nama Peneliti	: Prof. Anti Kolonial P. P. P.
2. Jurusan/Prodi	: P. Kimia
3. Fakultas	: FMIPA
4. Skim Penelitian	: Hibah Bersaing
5. Judul Penelitian	: Sintesis dan karakterisasi material $\text{Ca}_2\text{Co}_2\text{O}_7$ dan aplikasinya sebagai fotokatalis pada ...
6. Pelaksanaan	: Tanggal 2-11-2015 Jam 08.30 - Selesai
7. Tempat	: Ruang Sidang LPPM, Universitas Negeri Yogyakarta
8. Dipimpin oleh	: Ketua Prof. Dr. Suwardi M. Hum Sekretaris Dr. Widiyanto
9. Peserta yang hadir	: a. Konsultan : orang b. Nara sumber : 16 orang c. BPP : 2 orang d. Peserta lain : orang
Jumlah	: 18 orang

SARAN-SARAN	
1. Bentuk seminar dibuat sampai pada	
2. Laporan penelitian dibuat bentuk Jurnal International untuk kepentingan lembaga (akreditasi)	
3. Simpulan & abstrak belum nampak	

	LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA DAFTAR HADIR SEMINAR HASIL PENELITIAN & PPM	
	No. PPM/PPM-PM/000 Revisi: 00 Jlg 1 September 2014 100 0014	
	Certificate No. 0290/0291	

Hari / Tgl. : **SABTU / 7 November 2015**
 Waktu : **08.00 WIB - selesai**
 Tempat : **Gedung LPPM UNY Lt. 2**

NO.	NAMA	JABATAN	TANDA TANGAN
1	Prof. Dr. Anik Ghufron, M.Pd.	Ka. LPPM	1
2	Dr. Widarto, M.Pd.	Sekr. LPPM	2
3	Prof. Dr. Sri Atun, M.Si.	Reviewer	3
4	Dr. drh. Heru Nurcahyo, M.Kes.	Reviewer	4
5	Dr. Heru Kuswanto, M.Si.	Reviewer	5
6	Dr. Dadan Rosana, M.Si.	Reviewer	6
7	Prof. Dr. Suwardi, M.Hum	Reviewer	7
8	Dr. Maman Suryaman, M.Pd	Reviewer	8
9	Dr. Widarto, M.Pd.	Reviewer	9
10	Dr. Siti Hamidah, M.Pd	Reviewer	10
11	Prof. Dr. Suharjana, M.Kes	Reviewer	11
12	Dr. Pamuji Sukoco, M.Pd.	Reviewer	12
13	Dr. Suparno, M.Pd.	Reviewer	13
14	Dr. Marzuki, M.Ag	Reviewer	14
15	Dr. Edi Istiyono, M.Si.	Notulis	15
16	Dr. Tien Aminatun, M.Si.	Notulis	16
17	Dr. Enny Zubaidah, M.Pd.	Notulis	17
18	Dr. Giri Wiyono, M.T.	Notulis	18
19	Dr. Widlyanto, S.Or., M.Kes.	Notulis	19
20	Nur Rohmah Muktiati, S.Pd., M.Pd	Notulis	20


 Prof. Dr. Anik Ghufron
 NIP 19621111 198803 1 001