



UTILIZATION OF TiO₂ IMPREGNATED ZEOLIT-ZSM-5 TO DECREASE CONCENTRATION OF CR (VI) IN SOLUTION AT pH VARIANCE

Siska Nurprihandayani, Stalis Norma Ethica, Ana Hidayati Mukaromah

Faculty of Nursing and Health Sciences, Universitas Muhammadiyah Semarang
fikkes@unimus.ac.id

ABSTRACT

Chromium (VI) or Cr (VI) is one of heavy metal ions, which presence in the environment comes from industrial waste water disposal such as metallic coating, leather tanning and paint industry. Cr (VI) ions are toxic as they could cause lung cancer, chronic infection and polyps. An effort to decrease Cr (VI) concentration has been done by using TiO₂ impregnated Zeolite ZSM-5 (TiO₂-ZSM-5) at 1,25% w/v concentration with pH variation within 75-minute of UV exposure time. This study aims to investigate the effect of pH variation after addition of TiO₂-ZSM-5 powder on Cr (VI) solution, in a way to reduce the presence of the toxic ions in its solution. Object of this study was Cr (VI) solution at concentration of 50 mg/L. The evaluation was carried out on Cr (VI) solutions as samples including vontrol after adding Zeolite ZSM-5 alone, TiO₂ alone and TiO₂ impregnated Zeolite ZSM-5 powder. Data analysis was carried out statistically using One-way Annova. The results showed that initial Cr (VI) concentration was 49,73 mg/L and the percentages of Cr (VI) decrease at pH 2, 4, 6, 8 and 10 respectively were 37,55; 34,72; 25,88; 18,10; 11,11%. It means that the highest percentage of Cr (VI) concentration decrease was at pH 2. Based on the statistical analysis results (p value 0,000), the most significant effects in the decrease of concentration of Cr (VI) solution used in this study were shown by the addition of TiO₂-ZSM-5 powder and by addition of H⁺ ion (causing pH=2) into the used solution. As conclusion, treatment using TiO₂ impregnated Zeolite ZSM-5 at pH 2 is potential to be used as a way to handle water pollution caused by Cr (VI).

Keywords : Chromium ions (IV), pH variations, TiO₂-ZSM-5, TiO₂ impregnated zeolite-ZSM-5

1. Introduction

The development of the industrial sector today causes an increase in heavy metals that can pollute the environment. One of the hazardous wastes is heavy-duty Chromium (VI) heavy wastewater which usually comes from the electroplating industry, the paint / pigment industry and the leather tanning industry (Slamet et al., 2003). According to the Minister of Health Regulation of the Minister of Health RI Permenkes RI / 492 / MENKES / PER / IV / 2010 on the maximum allowable maximum chromium of drinking water is 0.05 mg / liter (Minister of Health, 2010), while according to Regulation of the Minister of Health RI Permenkes RI / 416 / Menkes / Per / IX / 1990, the maximum allowable chromium for the benefit of clean water is 0.05 mg / liter (Menkes, 1990). Low threshold and high Cr (VI) toxicity properties, requiring treatment of Cr (VI) ions.

Efforts to reduce Cr (VI) ion contamination could be done by photodegradation method. The photodegradation method is an effective method because it is known to break down heavy Cr (VI) to Cr (III) metal by adding semiconductor catalyst such as TiO₂ (Slamet et al., 2003). TiO₂ is the most effective semiconductor

catalyst because it has a relatively large band energy (3.2 eV) suitable for photocatalysts, non-toxic, and has a good absorbency to ultra violet light (Joshi and Shirivastva, 2010). Photocatalyst TiO₂ is less than optimal if used in pure state because it has a relatively low surface area. Thus, TiO₂ needs to be embedded in an adsorbent. the commonly used adsorbent is Zeolite ZSM-5 because it has an active group of silica alumina (SiO₂.Al₂O₃), large surface area, has a channel that can filter the ion or molecule so as to absorb heavy metals especially Cr (VI) metal (Nuropiyah et al, 2015). In other words mengimregnasikan TiO₂ into supporting media such as Zeolit ZSM-5. Impregnation is an effort made to maximize the work of TiO₂.

This study aims to determine the effect of ph variation of Cr (VI) solution after the addition of TiO₂ powder impregnated ZSM-5 Zeolite (TiO₂-ZSM-5) to the decrease of Cr (VI) in its aqueous solution. The pH effect is known to influence the adsorption process due to the variation of pH changes in absorbance prices of compounds. In the study (Agusty, 2012) it was reported that Congo Red degradation was effective at acidic pH. The results of this study obtained Congo Red degradation on ph 4, 5, 6, 7, 8 and 9 respectively

amounted to 82.18%; 65.98%; 64.37%; 63.36%; 49.95% and 48.42%. From the research it can be seen that the lower the pH used the higher photocatalytic activity of TiO₂. The results of the study by Mukaromah *et al.* (2010) on the use of self-cleaning of TiO₂ photocatalyst in ammonium degradation (NH₄⁺) showed that duration of exposure 1500 minutes and optimum concentration of NH₄⁺ 30 ppm could decrease 11.40% ammonium levels.

2. Research methods

2.1 Material

The materials used in this study were 0.1 N HCl, 0.1 M TPC solution, NaAlO₂, NaOH 50%, Ludox HS-40%, TiO₂ powder, absolute ethanol, K₂Cr₂O₇, 0.1 N NaOH, diphenylcarbazide, all artificial brands, and aquades.

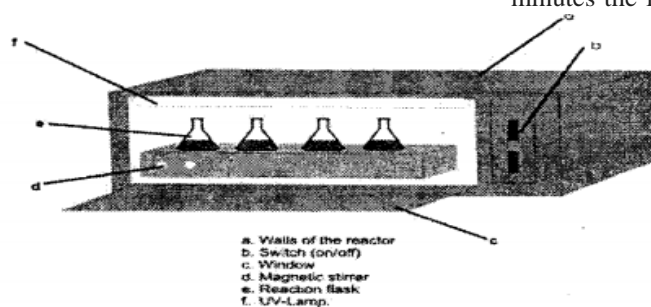
2.2 Tools

Equipment used in this research is oven, propylene bottle, magnetic stirrer, muffle furnace, mortar, mesh size 100 mesh, analytical balance, spectrophotometer, measuring flask, bowl, filter paper, pH meter, filler, funnel, measuring cup, UV lamp, and stirring rod.

2.3 Research Procedure

2.3.1 Zeolite ZSM-5

NaAlO₂ was weighed 0.136 g and 1,390 g NaOH 50% v / v was mixed in a propylene container. Dissolved 1.549 g of Br-landfill with 7,3802 g of tPA put on propylene container, stirred with magnetic stirrer for 5 min, and added 24.940 g LUDOX HS-40%, until semi-gel formed, stirred for 6 hours until homogeneous gel. The container was introduced into the oven 90 °C. for 4 days to form a white solid, washed with distilled water and filtered using whatman paper 42, inserted into 60 °C oven



for 3 hours. The dried solid was heated at 550 °C

in the furnace for 6 hours, then the solid was crushed and sieved with a mesh size of 100 mesh (Mukaromah, 2017).

2.3.2 Preparation of TiO₂

Titanium Dioxide powder is heated at 100 °C for 1 hour then sieved.

2.3.3 TiO Imp impregnation into zeolite ZSM-5

ZSM-5 Zeolite synthesized 20 g and added 1 g of TiO₂ was mixed with 20 mL of absolute ethanol and stirred with a magnetic stirrer for 5 hours. After that the mixture was dried in an oven at 120 °C for 5 hours, then crushed until smooth and calcined at 400 °C for 5 hours (Agusty, 2012).

2.3.4 Optimization of wavelength, stability time, and raw Cr (VI) series

Prior to determining the level of Cr (VI) content and after the prior treatment, the optimization of wavelength, stability, and series time using Cr (VI) 10 mg /L.

2.3.5 Determination of initial Cr (VI) content at initial pH of the solution

The Cr (VI) 50 mg / L solution of sample is 5,0 mL, inserted into a 50.0 mL measuring flask, and precisely with the boundary syringe. Furthermore, 5.0 mL of the result of the casting was put into a 50.0 mL measuring flask. Next add 2.5 mL diphenylcarbazide and precise with the aquadest until the marks are homogeneous. read absorbance with spectrophotometer at 540 nm wavelength and 5 min stability time.

2.3.6 Decrease of Cr (VI) metal using TiO₂-ZSM-5 1,25% with pH 2 with 75 minute exposure time.

Provide 5 250 ml erlenmeyer pieces and 50.0 ml of 50 mg / L Cr (VI) solution added with pH 2 and add 0.625 g of TiO₂-ZSM-5 mixed with a magnetic stirrer and UV irradiated for 75 minutes. After 75 minutes the filtrate was filtered using Whatman 42

filter paper. The filtrate filtrate was adjusted with aquadest until the limit mark was determined Cr (VI) after treatment.

The procedure was repeated for variations of pH 4, 6, 8, and 10.

2.3.7 Determination of Cr (VI) level which has been added TiO₂-ZSM-5 1,25% at pH 2 with 75 minute exposure time.

The filtrate resulting from a decrease in Cr (VI) concentration of pH 2 which has been added 0.625 g of TiO₂-ZSM-5 disinari for 75 minutes of 5.0 mL dipipet is fed into a 50.0 mL measuring flask, and it is adjusted with aquadest until marked and homogenized. A 5,0 mL dipipet was added to a 50.0 mL measuring flask, plus ± 35 mL distilled water and 2.5 mL diphenylkarbazide, adjusted to the limit and homogenized. Absorbance is read using a spectrophotometer at the wavelength and the optimum stability time. Procedure repeated as much as 4x. The procedure was repeated on the filtrate resulting from a decrease in Cr (VI) levels which had been treated for pH 4, 6, 8, and 10 for 75 minutes.

Calculation Formulas

Cr (VI) content can be seen using the calibration curve equation: the equation of line $y = ax + b$

$$x = \frac{y-b}{a} \times fp$$

y = chromium absorbance. x = Cr (VI) concentration, a = constant, b = coefficient and fp = dilution factor

Percentage (%) decrease Cr (VI):

$$\left[\frac{\text{kadar Cr}^{6+} \text{ awal} - \text{kadar Cr}^{6+} \text{ akhir}}{\text{kadar Cr}^{6+} \text{ awal}} \right] \times 100 \% = \dots \%$$

3. Results and Discussion

a. Optimization of wavelength (λ)

The optimum wavelength was determined using Cr (VI) solution 0,1; 0,3; 0,5 mg/L, then absorbance was measured at 520-560 nm wavelength. The results of wavelength absorbance can be seen in Figure 2.

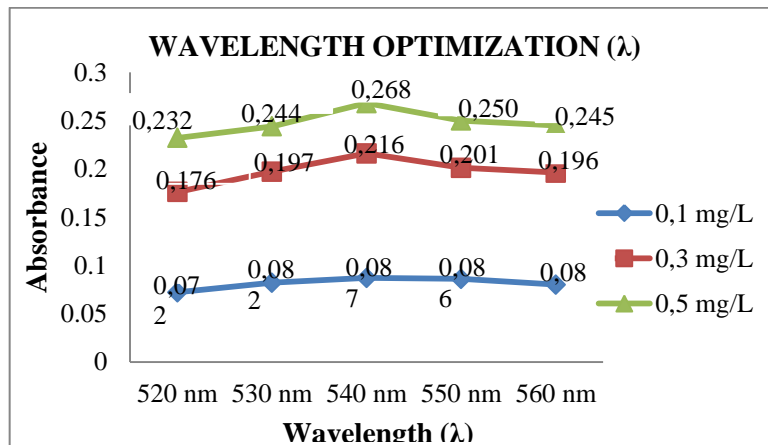


Figure 2. Graph of wavelength determination of Cr (VI)

Figure 2 shows wavelength 520-540 nm Cr (VI) absorbance increases, whereas at 550 wavelength and 560 nm Cr (VI) absorbance decreases. So the optimum wavelength for the determination of Cr (VI) is 540 nm.

b. Stability Time

Optimum Stability Time was determined using Cr (VI) solution 0.1 mg/L, 0.3 mg/L, 0.5 mg/L, then absorbance was measured at optimum wavelength. The result of absorbance of stability time can be seen in Figure 3.

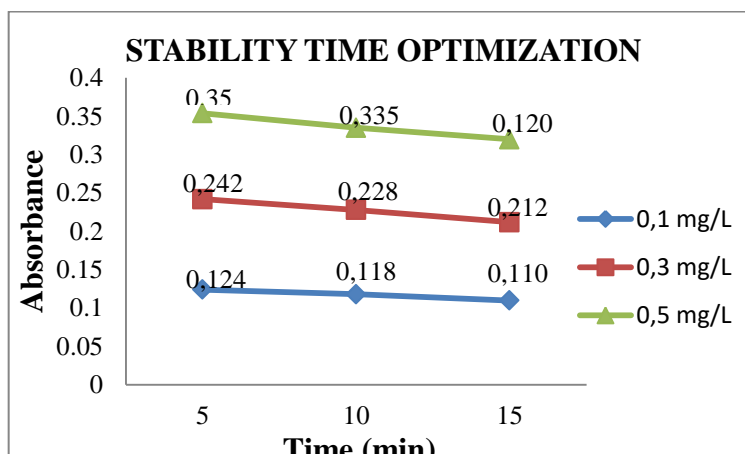


Figure 3. Time stability chart of the determination of Cr (VI)

Figure 3 The optimization of the stability time is carried out with the standard series of 0.1 mg/L, 0.3 mg/L, 0.5 mg/L using the optimum wavelength with a time of 5 minutes, 10 minutes and 15 minutes. At 5 minutes, 10 minutes and 15 minutes of absorbance decreased. The optimum stability time for determination of Cr (VI) is 5 minutes.

c. Calibration Curve

The calibration curve was determined using Cr (VI) solution 0.1-1.0 mg/L, then absorbance was measured at wavelength and optimum stability time. The result of absorbance of calibration curve can be seen in Figure 4.

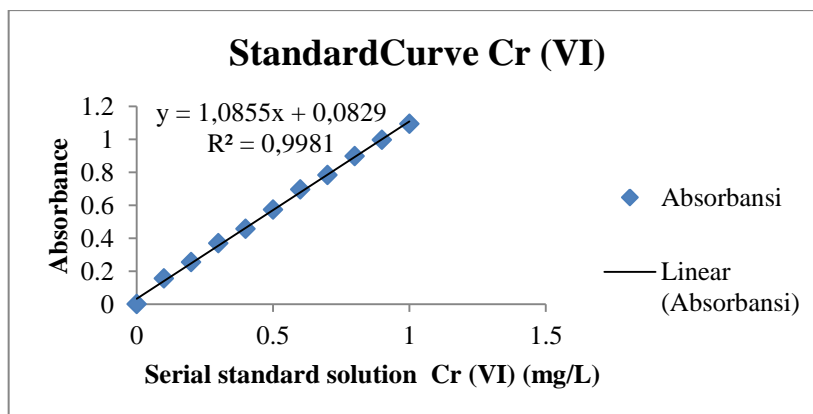


Figure 4. Standard Curve of Cr Series (VI)

Fig. 4 shows a straight-line equation of $y = 1.0855x + 0.0829$ with $R^2 = 0.9981$ which is used to calculate the initial Cr (VI) and Cr (VI) d. Determination of Cr (VI) Preliminary Levels Before Treatment

concentration after addition with TiO₂-ZSM-5 powder and pH variation 2, 4, 6, 8, and 10 solutions.

The determination of Cr (VI) levels prior to treatment is shown in Table 1.

Table 1. Cr (VI) levels before treatment

Repetition	Absorbance of Sampel	Initial Cr (VI) concentration (mg/L)	Average initial Cr (VI) levels (mg/L)
1	0,623	49,76	49,73 ± 0,103
2	0,624	49,85	
3	0,615	49,02	
4	0,613	48,83	

5 0,621 49,57

Table 1 of the initial Cr (VI) content measured by absorbance by spectrophotometric method, obtained the average Cr (VI) level on the sample was 49.73 ± 0.103 mg/L.

e. Cr Level End (After Treatment) with TiO-ZSM-5

Table 2. The final Cr (VI) content after addition of TiO₂ 1.25% b/v with a radiation time of 75 min

Variations pH Solutions	The average percentage decrease in Cr (VI)
2	$37,55 \pm 0,13\%$
4	$34,72 \pm 0,20\%$
6	$25,88 \pm 0,12\%$
8	$18,10 \pm 0,12\%$
10	$11,11 \pm 0,24\%$

Cr (VI) solution pH affects the adsorption process. The percentage of Cr (VI) absorption has increased in line with the

decrease in pH or acidity of conditions. The pH curve figure

the solution is presented in figure 5.

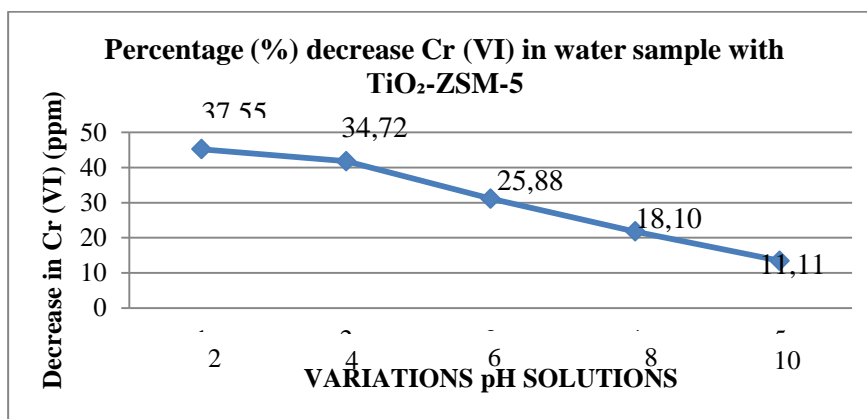


Figure 5. Percentage (%) decrease Cr (VI) in water sample

Table 2 and Figure 5 shows the highest percentage of Cr (VI) absorption at pH 2 of 37.55% while the lowest percentage of Cr (VI) lowest absorption is at pH 10. This is because the more acidic Cr (VI) the amount or availability of H⁺ ions. Where in Cr (VI) reduction requires

H⁺ ions so that with increasing H² ions the Cr (VI) reduction reaction rate is increasing (Slamet, 2003). While at the base pH Cr (VI) undergoes deposition in the form of Cr (OH)₃, so that Cr (VI) reduction reaction rate decreases.

Table 3. Percentage (%) decrease of Cr (VI) content using TiO₂ only, ZSM-5 only, and TiO₂-ZSM-5

Variations pH Solutions	TiO ₂	Zeolit-ZSM-5	TiO ₂ -ZSM-5
2	20,15	24,71	37,55
4	18,60	23,84	34,72



6	16,16	22,05	25,88
8	14,65	5,88	18,10
10	7,40	9,95	11,11

4. Conclusions

Addition of TiO₂-ZSM-5 1,25% w / v with the duration of exposure can decrease Cr (VI) solution. The lower the pH of the solution used, the higher the TiO₂-ZSM-5 photocatalyst activity, and the optimum result at pH 2 is 37.55%. So very nice to reduce cr (vi) Cr (vi)

REFERENCES

- Agusty, I. P (2012). *Penggunaan zeolit terimpregnasi tio2 untuk mendegradasi zat warna congo red* (Doctoral dissertation, universitas airlangga).
- Departemen kesehatan RI. Peraturan menteri kesehatan RI No.492/ MenKes/ Per/ IV/ 2010. *Persyaratan kualitas air minum*.
- Departemen kesehatan RI. Peraturan menteri kesehatan RI No.416/ MenKes/ Per/ IX/ 1990. *Persyaratan kualitas air bersih*.
- Joshi, K.M., Shirivastva, V. S. 2010. Removal of Hazardious Textile dyes From Aqueous Solution by Using Commercial Activated Carbon With TiO₂ and ZnO as Photocatalyst. *International Journal of Chem Tech Research*, (2), 427-435.
- Nurropiah, P., dan Mukaromah, A. H. (2015). *Penurunan kadar krom (vi) dalam air menggunakan zeolit zsm-5 dengan variasi konsentrasi dan lama waktu perendaman*. In prosiding seminar nasional & internasional.
- Mukaromah, A.H., Amin, M., & Darmawati, S.(2010)*Penggunaan self cleaning Fotokatalis TiO₂ dalam Mendegradasi Ammonium (NH₄⁺) Berdasarkan lama waktu penyinaran*. JURNAL KESEHATAN, 3(1)
- Mukaromah, A. H., Ariyadi, T., Saputri, M. J., & Utami, R. A. (2017, October). Penurunan konsentrasi gas karbon moksida dengan membran Zeolit ZSM-5 secara coating menggunakan kasa aisi 316
- Slamet, R. S., & Danumulyo, W. (2003). Pengolahan limbah logam berat chromium (vi) dengan fotokatalis TiO₂. *Makara Teknologi*, 7(1), 27-32.



**PEMANFAATAN ZEOLIT ZSM-5 TERIMPREGNASI TiO₂
UNTUK MENURUNKAN KADAR LARUTAN Cr (VI)
DENGAN VARIASI pH LARUTAN**

Siska Nur Prihandayani, Stalis Norma Ethica, Ana Hidayati Mukaromah

**Fakultas Ilmu Keperawatan dan kesehatan Universitas Muhammadiyah Semarang
fikkes@unimus.ac.id**

ABSTRAK

Ion Cr (VI) (kromium) merupakan salah satu logam berat yang keberadaannya dalam lingkungan berasal dari pembuangan air limbah industri seperti pelapisan logam, penyamakan kulit, dan industri cat. Ion Cr (VI) bersifat toksik, karena dapat menyebabkan kanker paru-paru, infeksi kronis, dan polip. Telah dilakukan penelitian penurunan kadar Cr (VI) dengan menggunakan TiO₂ terimpregnasi Zeolit ZSM-5 (TiO₂-ZSM-5) 1,25% b/v dengan variasi pH larutan selama waktu penyinaran 75 menit. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh variasi pH larutan Cr (VI) setelah penambahan serbuk TiO₂-ZSM-5 terhadap penurunan Cr (VI) dalam air. Objek penelitian larutan Cr (VI) dengan konsentrasi 50 mg/L. Pengujian dilakukan pula pada kontrol sampel Cr (VI) dengan penambahan Zeolit ZSM-5 atau TiO₂ saja. Hasil penelitian diperoleh Cr (VI) awal 49,73 mg/L dan persentase penurunan kadar ion Cr (VI) variasi pH 2, 4, 6, 8, dan 10 berturut-turut adalah 37,55; 34,72; 25,88; 18,10; 11,11%. Persentase penurunan kadar ion Cr (VI) tertinggi pada pH 2 yaitu 37,55%. Berdasarkan hasil statistik p value 0,000 menunjukkan terdapat pengaruh penambahan serbuk TiO₂-ZSM-5 dengan variasi pH larutan Cr (VI) terhadap persentase penurunan Cr (VI) dalam air. Semakin rendah pH larutan Cr (VI) maka persentase penurunan semakin meningkat.

Kata kunci : ion Cr (VI), variasi ph, TiO₂-ZSM-5, TiO₂ terimpregnasi Zeolit ZSM-5

1. Pendahuluan

Berkembangnya sektor industri saat ini menyebabkan peningkatan logam berat yang dapat mencemari lingkungan. salah satu limbah yang berbahaya adalah limbah logam berat *Chromium* (VI) yang biasanya berasal dari industri pelapisan logam (*electroplating*), industri cat/pigmen dan industri penyamakan kulit (*leather tanning*) (Slamet dkk., 2003). Menurut peraturan Menteri Kesehatan RI Permenkes RI/492/MENKES/PER/IV/2010 tentang kadar krom maksimum yang diperbolehkan bagi kepentingan air minum adalah 0,05 mg/liter (Menkes, 2010), sedangkan menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI Permenkes RI/416/Menkes/Per/IX/1990, kadar krom maksimum yang diperbolehkan bagi kepentingan air bersih adalah 0,05 mg/liter (Menkes, 1990). Ambang batas yang rendah dan sifat toksisitas Cr (VI) yang tinggi, sehingga diperlukan adanya pengolahan (*treatment*) terhadap ion Cr (VI).

Upaya untuk mengurangi pencemaran ion Cr (VI) dapat dilakukan dengan metode fotodegradasi. Metode fotodegradasi merupakan metode yang efektif karena diketahui dapat menguraikan logam

berat Cr (VI) menjadi Cr (III) yang tidak berbahaya yaitu dengan penambahan katalis katalis berupa semikonduktor seperti TiO₂ (Slamet dkk., 2003). TiO₂ adalah katalis semikonduktor yang paling efektif karena mempunyai energi band relatif besar (3,2 eV) yang cocok digunakan untuk fotokatalis, tidak beracun, dan memiliki daya serap yang baik terhadap cahaya ultra violet (Joshi dan Shirivastva, 2010). Fotokatalis TiO₂ kurang maksimal jika digunakan dalam keadaan murni karena mempunyai luas permukaan yang relatif rendah. Dengan demikian maka TiO₂ perlu diimbangkan pada suatu adsorben. adsorben yang biasa digunakan adalah Zeolit ZSM-5 karena memiliki gugus aktif berupa silika alumina (SiO₂.Al₂O₃), luas permukaan yang besar, mempunyai saluran yang dapat menyaring ion atau molekul sehingga mampu menyerap logam berat khususnya logam Vr (VI) (Nuropiyah dkk, 2015). Dengan kata lain mengimpregnasikan TiO₂ kedalam media pendukung seperti Zeolit ZSM-5. Impregnasi adalah upaya yang dilakukan untuk memaksimalkan kerja dari TiO₂.



Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi PH larutan Cr (VI) setelah penambahan serbuk TiO₂ terimpregnasi Zeolit ZSM-5 (TiO₂-ZSM-5) terhadap penurunan kadar Cr (VI) dalam air. pengaruh pH diketahui dapat mempengaruhi proses adsorpsi karena variasi pH menyebabkan perubahan harga absorbansi senyawa kompleks. pada penelitian (Agusty, 2012) dilaporkan bahwa degradasi *Congo Red* efektif pada pH asam. Hasil penelitian tersebut didapatkan degradasi *Congo Red* pada pH 4, 5, 6, 7, 8, dan 9

2. Metode Penelitian

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah, HCl 0,1 N, larutan TPABr 0,1 M, NaAlO₂, NaOH 50%, Ludox HS-40%, serbuk TiO₂, etanol absolut, K₂Cr₂O₇, NaOH 0,1 N, diphenilkarbazida, semuanya buatan merk, dan akuades.

2.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven, botol propilen, magnetik stirer, *mufflefurnace*, mortir, ayakan ukuran 100 mesh, neraca analitik, spektrofotometer, labu ukur, mangkok, kertas saring, pH meter, filler, corong, gelas ukur, lampu UV, dan batang pengaduk.

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Pembuatan Zeolit ZSM-5

NaAlO₂ ditimbang 0,136 g dan 1,390 g NaOH 50% v/v dicampur dalam wadah propilen. Dilarutkan 1,549 g TPA-Br dengan sejumlah air 7,3802 g masukkan pada wadah propilen, diaduk dengan pengaduk magnetik selama 5 menit, dan ditambahkan 24,940 g LUDOX HS-40%, sampai terbentuk semi gel, diaduk selama 6 jam sampai terbentuk gel yang homogen. Wadah dimasukkan ke dalam oven 90 °C selama 4 hari sehingga terbentuk padatan putih, dicuci dengan akuades dan disaring menggunakan kertas whatman 42, dimasukkan ke dalam oven 60 °C selama 3 jam. Padatan yang telah kering dipanaskan pada suhu 550 °C di dalam *furnace* selama 6 jam, kemudian padatan digerus dan diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh (Mukaromah, 2017).

2.3.2 Persiapan TiO₂

Serbuk Titanium Dioksida di panaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam kemudian diayak.

2.3.3 Impregnasi TiO₂ ke dalam zeolit ZSM-5

berturut-turut sebesar 82,18%; 65,98%; 64,37%; 63,36%; 49,95%; dan 48,42%. Dari penelitian tersebut dapat diketahui bahwa semakin rendah pH yang digunakan maka aktifitas fotokatalitik TiO₂ semakin tinggi. Hasil penelitian oleh Mukaromah dkk., (2010) tentang penggunaan self cleaning fotokatalis TiO₂ dalam mendegradasi amonium (NH₄⁺) menunjukkan bahwa lama waktu penyinaran 1500 menit dan konsentrasi optimum NH₄⁺ 30 ppm dapat menurunkan 11,40% kadar amonium.

Zeolit ZSM-5 hasil sintesis 20 g dan ditambah 1 g TiO₂ dicampur dengan 20 mL etanol absolut dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Setelah itu campuran dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 5 jam, kemudian digerus sampai halus dan dikalsinasi pada temperatur 400 °C selama 5 jam (Agusty, 2012).

2.3.4 Optimasi panjang gelombang, waktu kestabilan, dan baku seri Cr (VI)

Sebelum dilakukan penetapan kadar Cr (VI) awal maupun setelah perlakuan terlebih dahulu dilakukan penetapan optimasi panjang gelombang, waktu kestabilan, dan baku seri menggunakan sampel logam Cr (VI) 10 mg/L.

2.3.5 Penetapan kadar Cr (VI) awal pada pH awal larutan

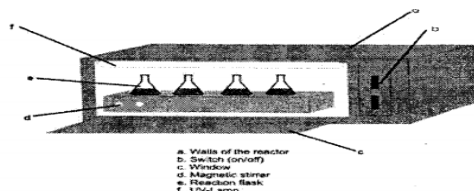
Larutan sampel Cr (VI) 50 mg/L dipipet 5,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 mL, dan tepatkan dengan akuades sampai tanda batas. Selanjutnya diambil 5,0 mL hasil pengeceran dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 mL. Selanjutnya tambahkan 2,5 mL difenilkarbazida dan tepatkan dengan akuades sampai tanda batas dan homogenkan. dibaca absorbansi dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 540 nm dan waktu kestabilan 5 menit.

2.3.6 Penurunan logam Cr (VI) menggunakan TiO₂-ZSM-5 1,25% dengan pH 2 dengan lama waktu penyinaran 75 menit.

Sediakan 5 buah erlenmeyer 250 mL dan masing-masing dimasukkan 50,0 mL larutan sampel Cr (VI) 50 mg/L dengan pH 2 dan tambahkan 0,625 g TiO₂-ZSM-5 diaduk dengan pengaduk magnetik dan disinari UV selama 75 menit. Setelah 75 menit dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring Whatman 42. Filtrat hasil penyaringan ditepatkan

dengan akuades sampai tanda batas ditentukan kadar Cr (VI) setelah perlakuan. Prosedur diulang

untuk variasi pH 4, 6, 8, dan 10.



Gambar 1. Reaktor degradasi Cr (VI) dengan TiO₂-ZSM-5

2.3.7 Penetapan kadar Cr (VI) yang sudah ditambah TiO₂-ZSM-5 1,25% pada pH 2 dengan lama waktu penyinaran 75 menit.

Filtrat hasil penurunan kadar larutan Cr (VI) pH 2 yang sudah ditambah 0,625 g TiO₂-ZSM-5 disinari selama 75 menit dipipet 5,0 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 mL, dan ditepatkan dengan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan. Dipipet 5,0 mL dimasukkan ke labu ukur 50,0 mL, dan ditambah ± 35 mL akuades dan 2,5 mL difenilkarbazide, ditepatkan sampai tanda batas dan dihomogenkan. Absorbansi dibaca menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang dan waktu kestabilan yang optimum. Prosedur diulang sebanyak 4x. Prosedur diulang pada filtrat hasil penurunan kadar Cr (VI) yang sudah mendapat perlakuan pH 4, 6, 8, dan 10 selama 75 menit.

Rumus Perhitungan

Kadar Cr (VI) dapat dilihat dengan menggunakan persamaan kurva kalibrasi : persamaan garis $y = ax + b$

$$x = \frac{y-b}{a} \times fp$$

y = absorbansi krom. x + konsentrasi Cr (VI), a = konstanta, b = koefisien dan fp = faktor pengenceran

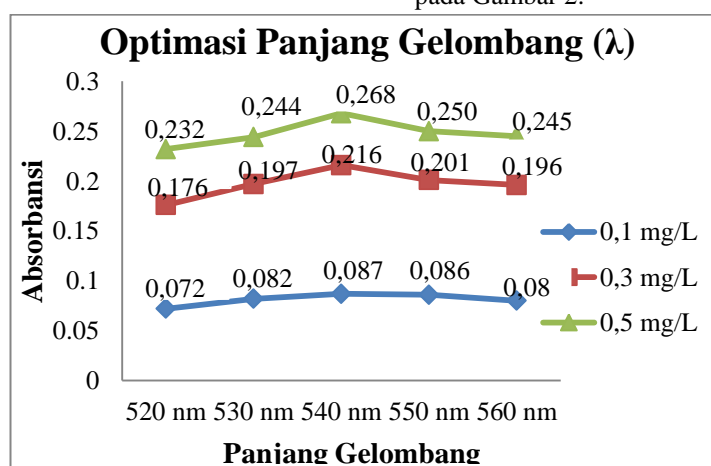
Persentase (%) penurunan kadar Cr (VI) :

$$\left[\frac{\text{kadar Cr}^{6+} \text{ awal} - \text{kadar Cr}^{6+} \text{ akhir}}{\text{kadar Cr}^{6+} \text{ awal}} \right] \times 100 \% = \dots \%$$

3. Hasil dan Pembahasan

a. Optimasi panjang gelombang (λ)

Panjang gelombang optimum ditentukan menggunakan larutan Cr (VI) 0,1 mg/L, 0,3 mg/L, 0,5 mg/L, kemudian absorbansi diukur pada panjang gelombang 520-560 nm. Hasil absorbansi panjang gelombang dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik panjang gelombang penetapan kadar Cr (VI)

Gambar 2 diketahui panjang gelombang 520-540 nm absorbansi Cr (VI) mengalami kenaikan, sedangkan pada panjang gelombang 550 dan 560 nm absorbansi Cr (VI) mengalami penurunan. Sehingga panjang gelombang

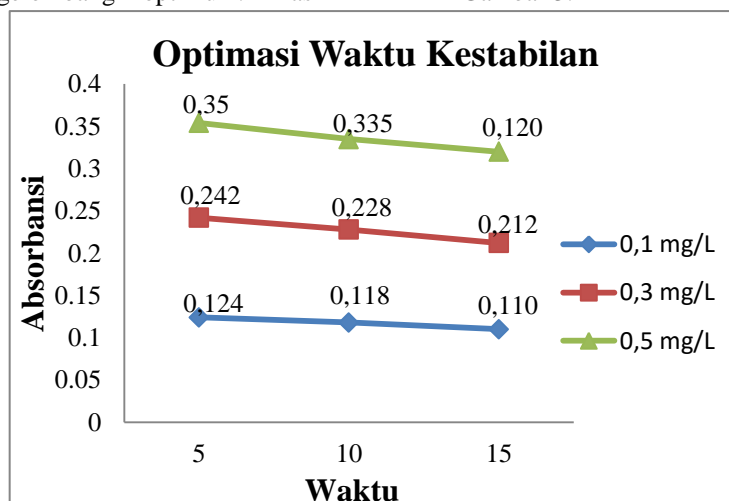
optimum untuk penetapan kadar Cr (VI) adalah 540 nm.

b. Waktu Kestabilan

Waktu Kestabilan optimum ditentukan menggunakan larutan Cr (VI) 0,1 mg/L, 0,3

mg/L, 0,5 mg/L, kemudian absorbansi diukur pada panjang gelombang optimum. Hasil

absorbansi waktu kestabilan dapat dilihat pada Gambar 3.



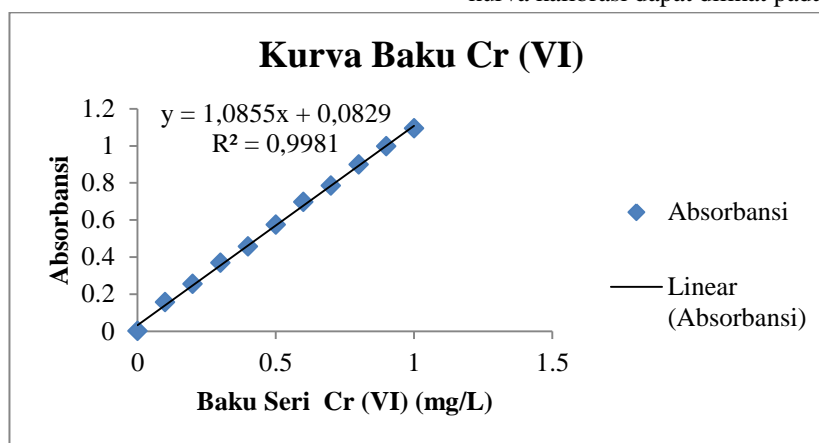
Gambar 3. Grafik waktu kestabilan penetapan kadar Cr (VI)

Gambar 3 diketahui Optimasi waktu kestabilan dilakukan dengan baku seri 0,1 mg/L, 0,3 mg/L, 0,5 mg/L menggunakan panjang gelombang optimum dengan waktu 5 menit, 10 menit, dan 15 menit. Pada waktu 5 menit, 10 menit dan 15 menit absorbansi mengalami penurunan. Sehingga diperoleh waktu kestabilan

optimum untuk penetapan kadar Cr (VI) adalah 5 menit.

c. Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi ditentukan menggunakan larutan Cr (VI) 0,1-1,0 mg/L, kemudian absorbansi diukur pada panjang gelombang dan waktu kestabilan optimum. Hasil absorbansi kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva Baku Seri Cr (VI)

Gambar 4 diperoleh persamaan garis lurus yaitu $y = 1,0855x + 0,0829$ dengan $R^2 = 0,9981$ yaitu digunakan untuk menghitung kadar Cr (VI) awal dan konsentrasi Cr (VI) setelah penambahan dengan serbuk TiO₂-ZSM-5 dan variasi pH larutan 2, 4, 6, 8, dan 10.

d. Penetapan kadar Cr (VI) Awal Sebelum Perlakuan

Penetapan kadar Cr (VI) sebelum perlakuan tertera pada Tabel 1.

Tabel 1. Kadar Cr (VI) sebelum perlakuan

Pengulangan	Absorbansi Sampel	Kadar Cr (VI) awal (mg/L)	Rata-rata kadar Cr (VI) awal (mg/L)
1	0,623	49,76	
2	0,624	49,85	

3	0,615	49,02	49,73 ± 0,103
4	0,613	48,83	
5	0,621	49,57	

Tabel 1 kadar Cr (VI) awal yang diukur absorbansinya dengan metode spektrofotometri, diperoleh rata-rata kadar Cr (VI) awal pada sampel adalah 49,73 ± 0,103 mg/L.

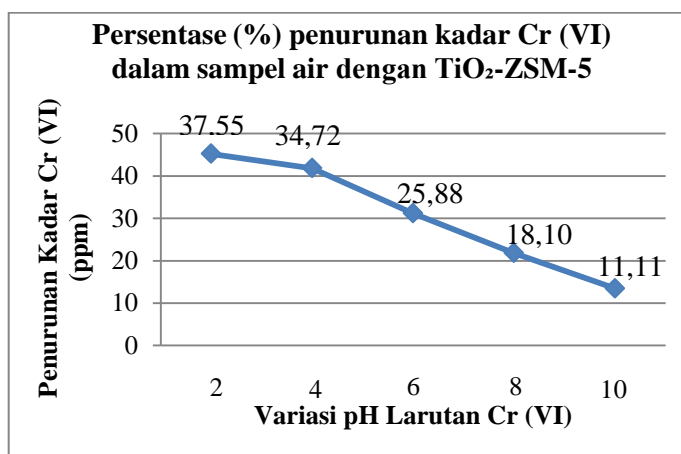
e. Kadar Cr Akhir (Setelah Perlakuan) dengan TiO₂-ZSM-5

Tabel 2. Kadar Cr (VI) akhir setelah penambahan TiO₂ 1,25% b/v dengan lama penyiaran 75 menit

Variasi pH larutan	Rata-rata persentase penurunan kadar Cr (VI)
2	37,55 ± 0,13%
4	34,72 ± 0,20%
6	25,88 ± 0,12%
8	18,10 ± 0,12%
10	11,11 ± 0,24%

pH larutan Cr (VI) mempengaruhi proses adsorpsi. Persentase penyerapan Cr (VI) mengalami peningkatan sejalan dengan penurunan pH atau

semakin asamnya kondisi larutan. Kurva pH disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Persentase (%) penurunan kadar Cr (VI) dalam sampel air

Tabel 2 dan Gambar 5 diperoleh persentase penyerapan Cr (VI) tertinggi terdapat pada pH 2 sebesar 37,55% sedangkan persentase penyerapan terendah Cr (VI) terendah terdapat pada pH 10. Hal ini disebabkan karena semakin asam larutan sampel Cr (VI) maka semakin banyak atau tersedianya ion H⁺. Dimana dalam

reduksi Cr (VI) membutuhkan ion H⁺ sehingga dengan semakin banyaknya ion H⁺ maka laju reaksi reduksi Cr (VI) semakin meningkat (Slamet, 2003). Sedangkan pada pH basa Cr (VI) mengalami pengendapan dalam bentuk Cr (OH)₃, sehingga laju reaksi reduksi Cr (VI) menurun.

Tabel 3. Persentase (%) penurunan kadar Cr (VI) menggunakan TiO₂ saja, Zeolit ZSM-5 saja, dan TiO₂-ZSM-5.

Variasi pH larutan	TiO ₂	Zeolit-ZSM-5	TiO ₂ -ZSM-5
2	20,15	24,71	37,55
4	18,60	23,84	34,72
6	16,16	22,05	25,88
8	14,65	5,88	18,10
10	7,40	9,95	11,11



4. Kesimpulan

Penambahan TiO₂-ZSM-5 1,25% b/v dengan lama waktu penyinaran dapat menurunkan kadar larutan Cr (VI). Semakin rendah pH larutan yang digunakan maka semakin meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂-ZSM-5, dan didapatkan hasil optimum pada pH 2 sebesar 37,55%.

(vi) dengan fotokatalis TiO₂. *Makara Teknologi*, 7(1), 27-32.

DAFTAR PUSTAKA

Agusty, I. P (2012). *Penggunaan zeolit terimpregnasi tio₂ untuk mendegradasi zat warna congo red* (Doctoral dissertation, universitas airlangga).

Departemen kesehatan RI. Peraturan menteri kesehatan RI No.492/ MenKes/ Per/ IV/ 2010. *Persyaratan kualitas air minum*.

Departemen kesehatan RI. Peraturan menteri kesehatan RI No.416/ MenKes/ Per/ IX/ 1990. *Persyaratan kualitas air bersih*.

Joshi, K.M., Shirivastva, V. S. 2010. Removal of Hazardious Textile dyes From Aqueous Solution by Using Commercial Activated Carbon With TiO₂ and ZnO as Photocatalyst. *International Journal of Chem Tech Research*, (2), 427-435.

Nurropiah, P., dan Mukaromah, A. H. (2015). *Penurunan kadar krom (vi) dalam air menggunakan zeolit zsm-5 dengan variasi konsentrasi dan lama waktu perendaman*. In prosiding seminar nasional & internasional.

Mukaromah, A. H., Ariyadi, T., Saputri, M. J., & Utami, R. A. (2017, October). *Penurunan konsentrasi gas karbon moksida dengan membran Zeolit ZSM-5 secara coating menggunakan kasa aisi 316*

Slamet, R. S., & Danumulyo, W. (2003). *Pengolahan limbah logam berat chromium*