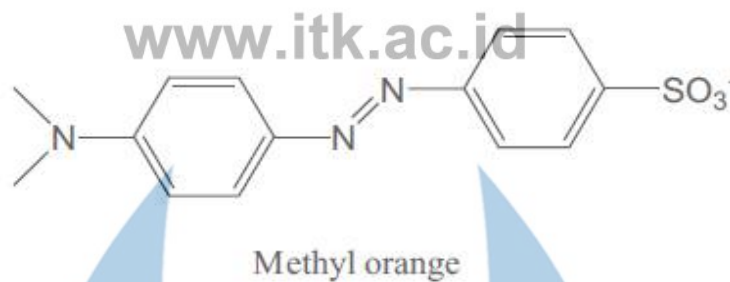


BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Pada bab 2 tinjauan pustaka akan dijelaskan mengenai keterkaitan beberapa referensi terhadap penelitian “Pengaruh Variasi Konsentrasi CaO/Fe₂O₃ Terhadap Degradasi *Methylene Orange*”. Bab 2 ini meliputi beberapa aspek bahasan, diantaranya: “*Methylene Orange*, limbah cangkang telur, *Advance Oxidation Process* (AOPs), Fenton, Katalis, *Impregnation*, Adsorpsi, SEM, FTIR, dan XRD”

2.1 *Methylene Orange*

Methylene orange merupakan zat warna anionik yang biasanya digunakan pada industry tekstil, percetakan, kertas, makanan, bidang farmasi dan penelitian laboratorium. *Methylene orange* memiliki struktur molekul yang ditunjukkan pada gambar 2.1 (Haque, 2011). *Methylene orange* adalah senyawa yang memiliki rumus kimia C₁₄H₁₄N₃NaO₃S dan biasanya dipakai sebagai indikator titrasi asam basa pada penelitian laboratorium. Indikator *methylene orange* ini akan berubah warna dari merah pada pH di bawah 3,1 dan menjadi warna kuning pada pH di atas 4,4. (Amalina, 2016) Selain itu *methylene orange* juga merupakan zat warna azo yang banyak digunakan dalam pewarnaan kain pada industri tekstil. Gugus azo dalam *methylene orange* adalah zat warna sintetis yang paling reaktif dalam proses pencelupan bahan tekstil. Masuknya senyawa azo ke dalam lingkungan tidak diinginkan karena beberapa zat warna azo dan produk turunannya bersifat toksik dan mutagenik bagi lingkungan (Dewi, 2019). *Methylene orange* dalam bentuk padatan maupun larutan juga dapat memberikan dampak buruk bagi makhluk hidup apabila terhirup dan terkontak dengan kulit. Oleh karena itu, diperlukan metode pemurnian terhadap air yang tercemar limbah zat warna *methylene orange* ini. Salah satu metode yang paling sering digunakan adalah metode adsorpsi (Pal, 2013).



Gambar 2. 1 Struktur Molekul Methylene Orange (Haque, 2011)

2.2 Limbah Cangkang Telur

Di Indonesia mayoritas penduduknya mengonsumsi telur sebagai sumber protein hewani. Tiap tahunnya Indonesia menghasilkan hampir 170 ton limbah cangkang telur (Novalius, 2019). Menurut data BPS (2019), pada tahun 2017-2019 produksi telur di Kalimantan Timur mengalami kenaikan. Pada 2017 sebesar 10.171.32 ton, sedangkan pada tahun 2019 mencapai 13.834.74 ton. Sehingga dapat disimpulkan bahwa produksi telur di Kalimantan Timur sangat besar sehingga menghasilkan limbah cangkang telur yang sangat besar pula. Limbah cangkang telur selama ini hanya menjadi sampah, dan belum banyak diolah secara maksimal, cangkang telur hanya dimanfaatkan sebagai pakan unggas, pupuk organik, dan bahan baku kerajinan tangan.

Pembuangan limbah cangkang telur dengan cara yang tidak tepat dapat berbahaya bagi manusia dan ekosistem karena pertumbuhan jamur yang terjadi pada cangkang telur. Bahkan pembuangan cangkang telur di lingkungan TPA (Tempat Pembuangan Akhir) dapat pula menjadi masalah karena dapat meningkatkan jumlah hama yang mengganggu. Sehingga diperlukan pemanfaatan limbah cangkang telur untuk mengurangi permasalahan lingkungan yang terjadi yaitu dengan cara memanfaatkannya sebagai *catalyst support* alternatif (Waheed, 2020). Cangkang telur mengandung CaCO₃ murni (94%), MgCO₃ (1%), Ca₃PO₄ (1%), dan bahan organik lain (4%). Cangkang telur memiliki pori yang sedikit berkembang. Agar cangkang telur dapat diaplikasikan secara efektif menjadi *catalyst support* diperlukan proses kalsinasi terhadap cangkang telur yang bertujuan untuk meningkatkan pori dan menghasilkan CaCO₃ murni (Wei, 2019).

www.itk.ac.id

Berdasarkan penelitian (Sree, 2020) limbah cangkang telur memiliki komposisi CaO yang dihasilkan dari dekomposisi CaCO₃. CaO biasanya digunakan sebagai katalis pada degradasi zat warna berbahaya, bahan pengikat cat, dan lain-lain. CaO merupakan katalis heterogen yang paling ideal dalam mendegradasi zat warna berbahaya. CaO memiliki luas permukaan yang tinggi, memiliki jumlah pori yang banyak pada permukaannya, dan memiliki nilai *yield* yang tinggi sebagai katalis (Awogbemi, 2018). Menurut (Ummartyotin, 2015), untuk dapat menghasilkan CaO murni dari limbah cangkang telur, diperlukan proses kalsinasi dengan menggunakan temperatur 900-1000°C. Kalsinasi dengan temperatur tinggi diperlukan untuk mendapatkan dekomposisi CaCO₃ dari limbah cangkang telur menjadi CaO yang efektif dengan menggunakan reaksi eksotermik yang ditunjukkan pada reaksi dibawah ini:



2.3 *Advanced Oxidation Process* (AOPs)

Advanced oxidation process merupakan teknologi yang biasa digunakan sebagai pemurnian air alternatif dengan menggunakan oksigen reaktif tinggi seperti hidroksil radikal ($\bullet\text{OH}$) yang mampu menghilangkan polutan organik berbahaya. AOPs secara general adalah teknologi yang paling baik diantara metode pemurnian air lainnya seperti *sedimentation*, *flocculation*, dan *filtration*. Teknologi AOPs dapat menghasilkan hidroksil radikal ($\bullet\text{OH}$) dengan menggunakan salah satu atau kombinasi dari ozon, hidrogen peroksida dengan atau tanpa radiasi yang bersumber dari *ultrasounds*, *ultraviolet* dan lain-lain. Dengan hidroksil radikal yang dihasilkan, teknologi AOPs memiliki kemampuan untuk membuat mineralisasi terhadap polutan organik berbahaya (Atalay, 2016). Hidroksil radikal merupakan pereaksi oksidasi terkuat kedua setelah *fluorine* dengan nilai potensial oksidasi 2,80 V, dan juga mampu mendegradasi lebih cepat dibandingkan ozon. (Babuponnunami, 2013).

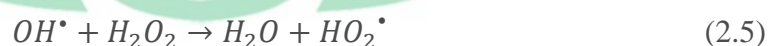
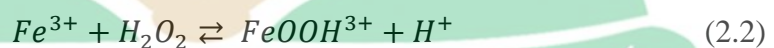
Efisiensi teknologi AOPs dapat ditingkatkan dengan penggunaan katalis yang sesuai. Berdasarkan penggunaan katalisnya teknologi AOPs diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu homogen dan heterogen. Penggunaan katalis yang

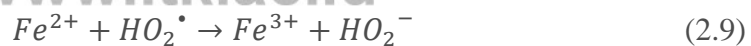
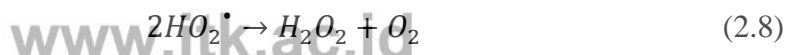
ekonomis dan ramah lingkungan serta dapat digunakan secara berulang akan dapat meningkatkan pemanfaatan teknologi AOPs (Atalay, 2016).

Keunggulan metode AOPs antara lain mampu mendegradasi polutan organik yang tidak terdegradasi dengan proses konvensional, dapat mereduksi zat warna yang tidak bisa diuraikan dengan teknologi lain, tidak menghasilkan *sludge* yang harus diolah lagi seperti pada teknologi koagulasi/sedimentasi (Muruganandham, 2006).

2.4 Fenton

Proses Fenton termasuk dalam AOPs (*Advanced oxidation processes*) (Babuponnusami, 2013). Fenton berkaitan dengan reaksi peroksida, seperti hydrogen peroksida (H_2O_2) dengan ion besi (Babuponnusami, 2013). Pada metode Fenton, hydrogen peroksida (H_2O_2) berfungsi sebagai oksidator dan besi sebagai katalisator. Radikal hidroksil ($\cdot OH$) dapat dihasilkan dari reaksi antara ion besi (*aqueous*) dan *hydrogen peroxide* (H_2O_2), kemudian radikal hidroksil ini dapat mendegradasi polutan pada air limbah (Xu et al, 2020). Fenton merupakan salah satu metode *advance* paling efektif dalam proses penghilangan atau degradasi pada banyak jenis polutan berbahaya pada air limbah. Berikut merupakan reaksi mekanisme fenton (2.2). Dari reaksi tersebut menunjukkan adanya oksidasi besi menjadi ion besi untuk menguraikan H_2O_2 menjadi radikal hidroksil. Proses fenton dapat dilakukan pada kondisi temperature kamar dan tekanan atmosfer. Selain itu, reagen yang dibutuhkan dalam proses ini mudah didapatkan, mudah disimpan dan ditangani, aman dan tidak menyebabkan kerusakan lingkungan (Babuponnusami, 2013).





(Perez dan Benito, 2004)

Radikal hidroksil yang dihasilkan dari reaksi Fenton dapat mendegradasi polutan pada air limbah seperti zat pewarna tekstil (persamaan 2.10 dan 2.11), hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Tasaki dkk (2009). Semakin banyaknya radikal bebas OH^{\bullet} yang terbentuk maka semakin banyak pula senyawa pewarna yang terdegradasi (Perdana, 2014). Semakin banyaknya radikal bebas OH^{\bullet} yang terbentuk maka semakin banyak pula senyawa pewarna yang terdegradasi (Liu dkk., 2015).



2.5 Katalis

Katalis merupakan suatu senyawa yang dapat meningkatkan laju reaksi tetapi tidak dikonsumsi oleh reaksi. Katalis digunakan secara luas baik di alam, laboratorium dan industri. (Atkins, 1999). Berdasarkan fasanya, katalis dibedakan menjadi dua yaitu katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang berada pada fase yang sama (liquid) dengan reaktan. Sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang berada pada fase yang berbeda dengan reaktannya (dapat berupa padatan, cairan yang tidak dapat bercampur ataupun gas) (Helwani, Z. 2009).

2.5.1 Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang berada pada fasa yang sama seperti reaktan dan produk. Beberapa contoh misalnya oksidasi SO_2 oleh NO_2 (uap-uap), hidrolisis ester oleh asam (cair-cair), dan dekomposisi potasium klorat dengan MnO_2 (padat-padat). Menurut Husin dkk (2011), pemisahan antara produk dengan katalis sulit karena berada pada satu fasa, penggunaan katalis ini hanya sekali saja dan tidak dapat didaur ulang. Katalis homogen ini memiliki beberapa kelemahan antara lain hanya dapat digunakan pada skala laboratorium, operasi pada fase cair

dibatasi pada kondisi temperatur dan tekanan, sehingga peralatan lebih kompleks dan sulit dilakukan secara komersial (Widyawati, 2007).

2.5.2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang berada dalam fasa yang berbeda dengan reaktan, biasanya katalis heterogen berupa padatan dan interaksi pada permukaan padat-gas atau padat-cair (Ulyani, 2008). Dalam katalis heterogen, zat padat yang bertindak sebagai katalis dapat mengikat sejumlah gas atau cairan pada permukaannya berdasarkan adsorpsi. Proses katalitik heterogen dibagi menjadi dua kelompok besar, yakni reaksi reduksi-oksidasi (redoks) yang meliputi reaksi dimana katalis mempengaruhi pemecahan ikatan secara homolitik pada molekul-molekul reaktan menghasilkan elektron tak berpasangan, dan kemudian membentuk ikatan secara homolitik dengan katalis melibatkan elektron dari katalis, sedangkan pada reaksi-reaksi asam-basa meliputi reaksi-reaksi dimana reaktan membentuk ikatan heterolitik dengan katalis melalui penggunaan pasangan elektron bebas dari katalis atau reaktan (Li, 2005).

Katalis heterogen memiliki keuntungan dibandingkan dengan katalis homogen yaitu: mudah dipisahkan dari produk reaksi. (Drelinkiewicz, 2014). Sehingga pada penelitian ini menggunakan katalis heterogen yang berada pada fasa yang berbeda dari reaktan dan produknya yaitu $\text{CaO/Fe}_2\text{O}_3$ dan MO (padat-cair).

2.6 *Impregnation*

Impregnasi didefinisikan sebagai salah satu metode dalam preparasi katalis yang paling sederhana dan cepat. Metode impregnasi dilakukan dengan cara mengadsorpsikan garam prekursor yang mengandung komponen aktif logam di dalam larutan pada padatan pengemban (*material support*). Tujuan dari impregnasi adalah untuk memenuhi pori pengemban dengan larutan garam logam dengan konsentrasi tertentu. Metode impregnasi memiliki beberapa keuntungan, yaitu sangat cocok untuk katalis dengan persen berat komponen aktif katalis yang kecil, yaitu komponen aktif yang termasuk logam transisi namun diinginkan terdistribusi sempurna sehingga diperoleh luas permukaan komponen aktif yang besar. Secara umum, impregnasi dapat dilakukan melalui tahapan-tahapan berikut.

- www.itk.ac.id
- a) Bahan pengemban dicuci kemudian dipanaskan dalam oven untuk menguapkan zat pengotornya. Adanya zat pengotor dapat menghalangi penetrasi larutan impregnan ke dalam bahan pengemban.
 - b) Kemudian bahan pengemban katalis dikontakkan dengan larutan garam logam atau impregnan.
 - c) Selanjutnya larutan impregnan berlebih dihilangkan.
 - d) Kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 – 120°C.
 - e) Setelah kering dikalsinasi pada suhu tertentu untuk menguapkan pelarut dan dekomposisi garam logam

2.7 Adsorpsi

Salah satu metode dalam penghilangan kontaminan, seperti logam berat pada air limbah adalah adsorpsi (Rios dkk, 1999). Adsorpsi merupakan proses penyerapan suatu zat pada suatu permukaan zat lainnya. Dimana zat yang menyerap disebut adsorben dan zat yang terserap disebut adsorbat. Adsorben merupakan zat padat yang dapat menyerap komponen tertentu dari suatu fase fluida. Adsorpsi adalah metode untuk mencapai deposisi yang konsisten dari komponen aktif pada komponen pendukung (*support*). Partikel atau bubuk akan mengadsorpsi ion garam logam (Bagheri 2017). Kebanyakan adsorben adalah bahan-bahan yang sangat berpori dan adsorpsi berlangsung terutama pada dinding pori-pori atau pada letak-letak tertentu di dalam partikel tersebut (Ali, 2017).

Pada dasarnya adsorben dibagi menjadi tiga bagian yaitu adsorben yang dapat mengadsorpsi secara fisik (karbon aktif, silica gel, dan zeolite), adsorben yang mengadsorpsi secara kimia (*calcium chloride, metal hydride, dan complex salts*) dan adsorben yang mengadsorpsi secara kimia dan fisik (*composite adsorbent*). Proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat kimia dan fisika (Reynolds, 1982). Proses adsorpsi tergantung pada sifat zat yang mengadsorpsi, sifat atom atau molekul yang diserap, konsentrasi, temperatur dan lain-lain. Berikut merupakan mekanisme adsorpsi terbagi menjadi 4 tahap yaitu:

1. Transfer molekul-molekul zat terlarut yang teradsorpsi menuju lapisan film yang mengelilingi adsorben.
2. Difusi zat terlarut yang teradsorpsi melalui lapisan film (*film diffusion process*).
3. Difusi zat terlarut yang teradsorpsi melalui kapiler atau pori dalam adsorben (*pore diffusion process*).
4. Adsorpsi zat terlarut yang teradsorpsi pada dinding pori atau permukaan adsorben (proses adsorpsi sebenarnya) (Reynolds, 1982).

Adapun faktor – faktor yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi antara lain yaitu ukuran molekul adsorbat, kemurnian adsorben, luas permukaan dan volume pori adsorben (Ginting, 2008).

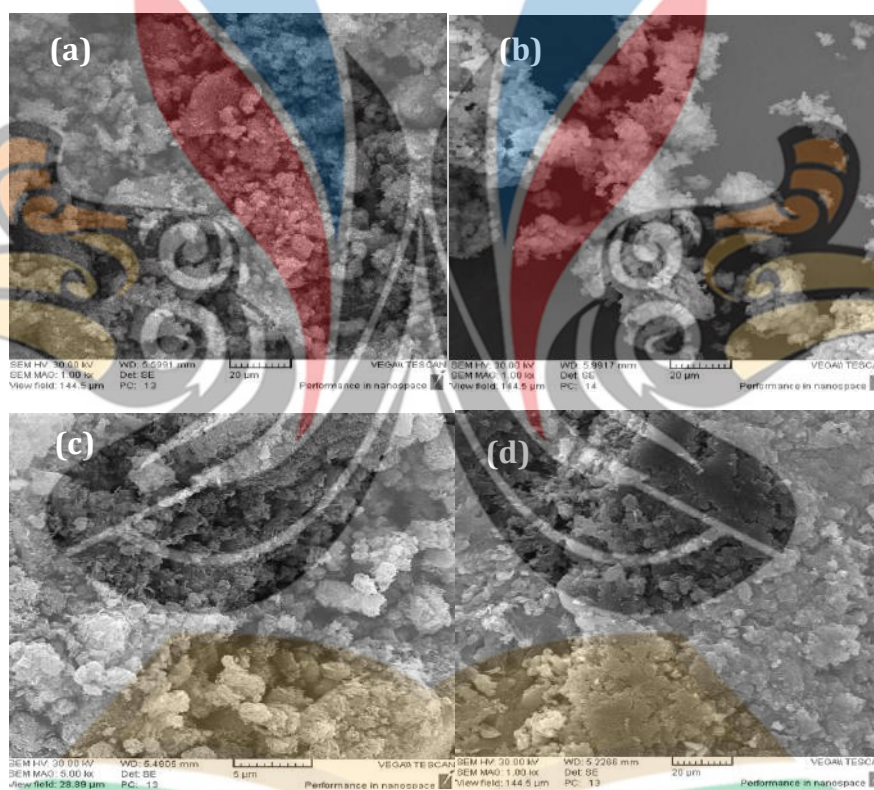
2.8 **Scanning Electron Microscope (SEM)**

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan salah satu tipe mikroskop elektron yang mampu menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah permukaan sampel. Selama ini SEM dikembangkan untuk mengatasi batasan-batasan pada mikroskop optik dan meningkatkan perbesaran dan resolusi jauh lebih besar dari sistem optikal. SEM merupakan alat yang sangat kuat untuk menguji dan menginterpretasikan mikro-struktur dari suatu material, dan digunakan secara luas pada material-material sains. Mikroskop ini digunakan untuk mempelajari struktur permukaan objek, yang secara umum diperbesar antara 1.000-40.000 kali.

Prinsip dasar SEM didasarkan atas sebuah peristiwa interaksi antara sinar elektron dengan spesimen padatan. Gambar atau foto yang dihasilkan oleh SEM memiliki penampilan tiga dimensi serta berguna dalam menentukan struktur permukaan dari sebuah sampel. Sebuah filament (electron gun) pada scanning electron microscope digunakan untuk membangkitkan sinar elektron pada sebuah vakum yang dihasilkan dalam sebuah kamar dimana sampel disimpan untuk dianalisis. Sinar tersebut diarahkan dengan akurat oleh lensa kondensor elektromagnetik, difokuskan oleh lensa objektif, dipindai melewati permukaan sampel oleh gulungan pendeteksi elektromagnetik. Metode penggambaran yang utama ialah dengan mengumpulkan elektron sekunder yang dilepaskan oleh sampel. Elektron sekunder dideteksi oleh sebuah material kilau yang menghasilkan

kilat cahaya dari elektron-elektron. Selanjutnya kilat cahaya dideteksi dan diperkuat oleh sebuah photomultiplier tube. Dengan menghubungkan posisi pemindaian sampel dengan sinyal yang dihasilkan, maka dihasilkan gambar atau foto berwarna hitam putih (Ayyad, 2011).

Gambar 2.3 menunjukkan hasil *Scanning Electron Microscope* (SEM) pada $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ untuk adsorpsi $\text{Pb}(\text{II})$ dan $\text{Co}(\text{II})$ dari air limbah sintetis. Pada gambar 2.3 a dan b memperlihatkan morfologi CaO dan $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ sebelum adsorpsi, dimana terdapat permukaan heterogen dengan kekasaran yang tinggi. Setelah adsorpsi, seperti yang di tunjukkan pada gambar 2.3 c dan d, dapat dilihat dengan jelas bahwa banyak ion Fe yang terletak pada permukaan $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ (Khuo,2018).



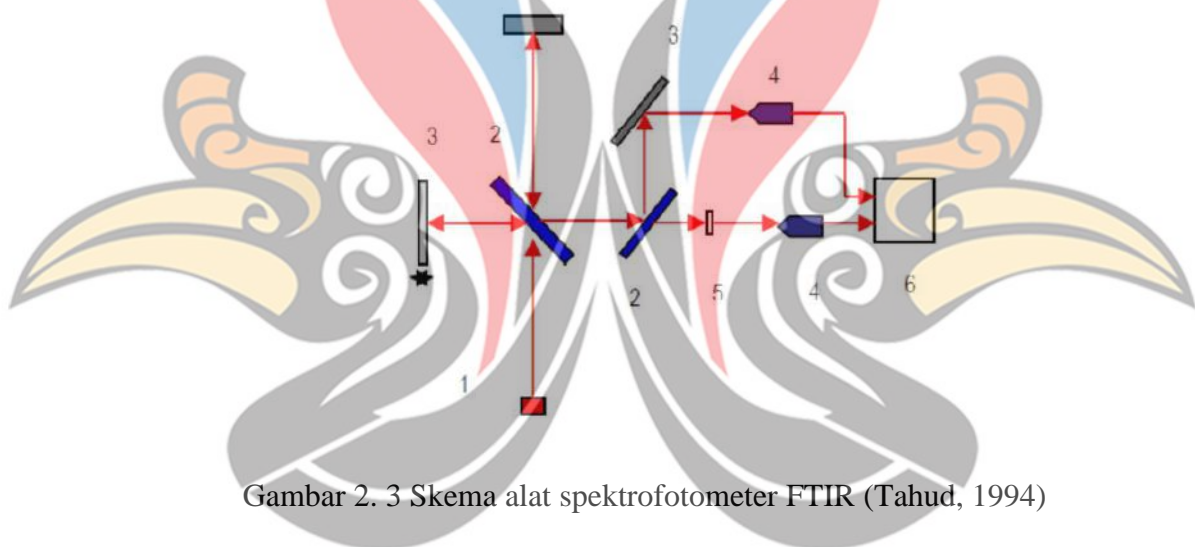
Gambar 2. 2 Gambar SEM pada a) CaO , b) $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$, c) $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4+\text{Pb}^{2+}$ dan d) $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4+\text{Co}^{2+}$ (Khuo, 2018)

2.9 Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (Spektroskopi FTIR)

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan salah satu metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi *Fourier* untuk menganalisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan dalam FTIR

adalah metode absorpsi, yaitu metode yang didasarkan pada perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Suatu materi dapat terabsorpsi oleh inframerah apabila telah memenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasi molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal, 1985).

Pada data FTIR, ukuran puncak (*peak*) menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat pada sampel. Data hasil FTIR berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa, sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam suatu sampel (Alfaruqy, 2008).

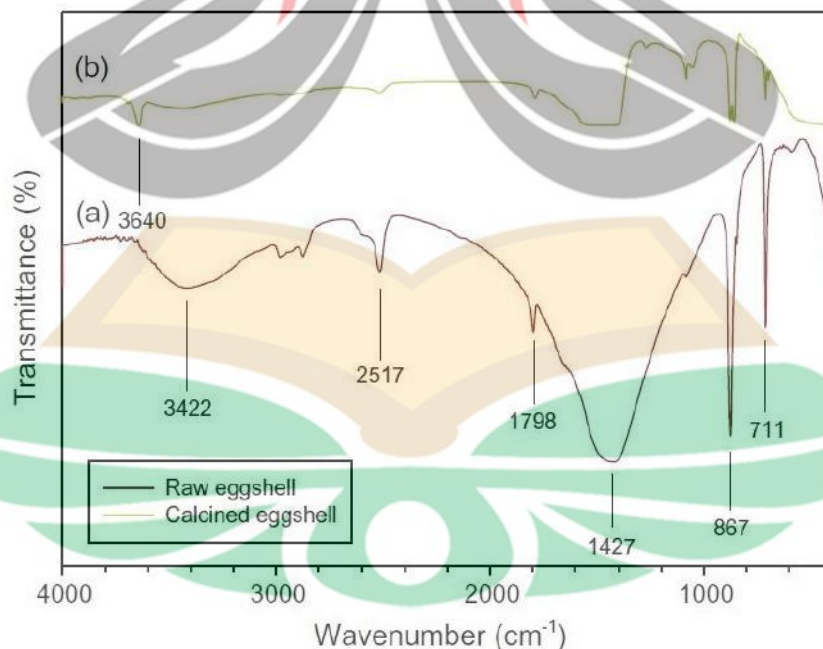


Gambar 2. 3 Skema alat spektrofotometer FTIR (Tahud, 1994)

Pada gambar diatas menunjukkan (1) Sumber inframerah (2) Pembagi Berkas (3) Kaca Pemantul (4) Sensor Inframerah (5) Sampel dan (6) Detektor Mekanisme yang terjadi pada pengukuran menggunakan FTIR adalah, sinar yang berasal dari sumber sinar akan diteruskan dan dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tagak lurus. Selanjutnya sinar dipantulkan kembali menuju pemecah sinar untuk saling berinteraksi. Dari pemecah sinar, sebagian sinar akan diarahkan menuju sampel dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur akan mengakibatkan sinar yang sampai pada detektor akan berfluktuasi. Ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor, maka sinar akan saling menguatkan dan sinar akan melemah jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang sampai pada detektor akan

menghasilkan interferogram. Interferogram akan diubah menjadi spektra IR dengan bantuan komputer berdasarkan operasi matematika (Tahud, 1994).

Gambar 2.5 menunjukkan hasil analisis FTIR yang dilakukan pada (a) cangkang telur mentah dan (b) cangkang yang dikalsinasi pada suhu 700°C selama 2 jam. Perbandingan kedua spektrum tersebut menunjukkan beberapa perbedaan yang berhubungan dengan perubahan gugus fungsi permukaan setelah kalsinasi. Spektrum kulit telur mentah menunjukkan puncak peregangan yang lebar pada 1427 dan 3422 cm^{-1} masing-masing terkait dengan C-H *bonding* dan O-H *vibration*. Puncak tajam dan intens yang diamati pada 711 dan 867 cm^{-1} mewakili mode C-O *stretching* dan *bending* dari mode *bending* CaCO_3 (Krithiga, 2011) Puncak yang terletak pada 2517 cm^{-1} menunjukkan adanya HCO_3 dan puncak lemah pada 1798 cm^{-1} kemungkinan berasal dari ikatan C=O dari karbonat. Spektrum cangkang telur yang dikalsinasi menunjukkan penurunan dalam intensitas puncak yang terdeteksi dalam sampel cangkang telur mentah yang menunjukkan bahwa sebagian besar gugus fungsi permukaan hancur saat perlakuan panas. Puncak lemah yang ada pada 3640 cm^{-1} sesuai dengan mode OH *stretching* dari molekul air yang teradsorpsi oleh CaO.

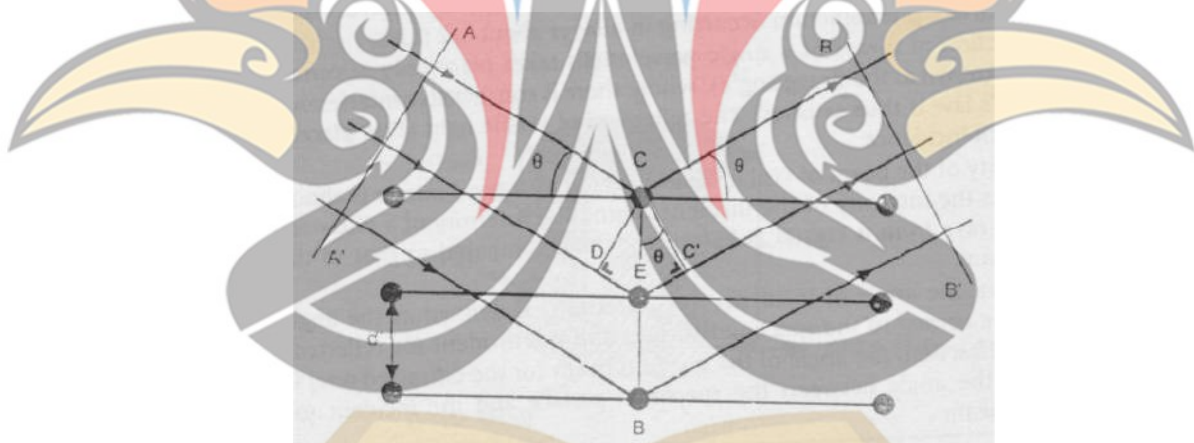


Gambar 2. 4 Spektrum FTIR dari (a) cangkang telur mentah dan (b) CaO cangkang telur pada 700°C

2.10 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan suatu teknik pengujian yang digunakan untuk menentukan unsur dan senyawa kimia, struktur kristal, parameter kisi, volume kisi dan lain-lain. Teknik pengujian ini tidak akan merusak material yang akan diuji (Smallman Bishop, 2000).

Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan dan saling menguatkan. Hamburan tersebut akan saling menghilangkan apabila fasenya berbeda, sedangkan apabila fasenya sama hamburan tersebut akan saling menguatkan. Berkas sinar-X yang saling menguatkan inilah yang disebut sebagai berkas difraksi. Berkas sinar-X yang dihamburkan akan saling menguatkan atau merupakan berkas difraksi, apabila telah memenuhi syarat Hukum Bragg yang akan dijelaskan pada gambar berikut:



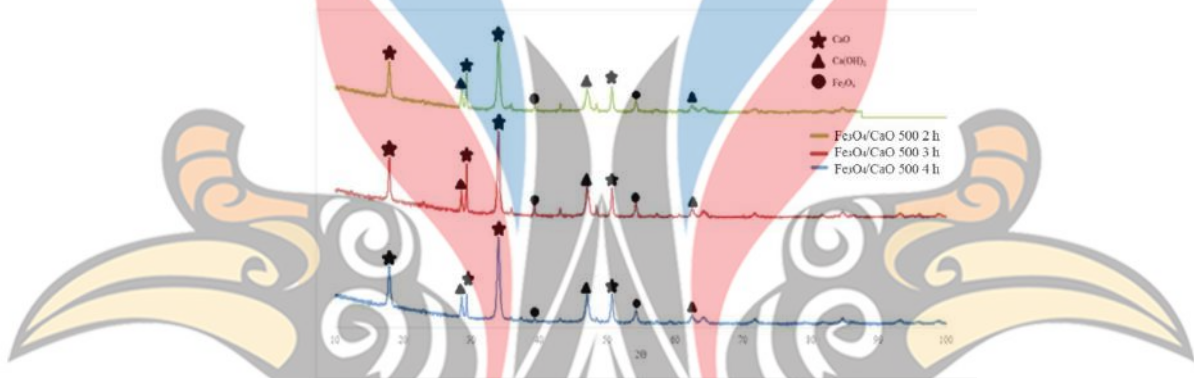
Gambar 2. 5 Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD (Mikrajuddin, 2019)

Pada Gambar diatas dijelaskan bahwa sinar datang yang menumbuk pada bidang pertama akan dihamburkan oleh atom C, sedangkan sinar datang yang menumbuk pada bidang kedua akan dihamburkan oleh atom E. Jika kedua sinar tersebut paralel dan merupakan satu fase (yang saling menguatkan), maka jarak yang ditempuh kedua sinar ini adalah $DE + EC'$ yang merupakan kelipatan (n) panjang gelombang (λ) Sehingga akan diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$n\lambda = \overline{DE} + \overline{EC'} \quad (2.10)$$

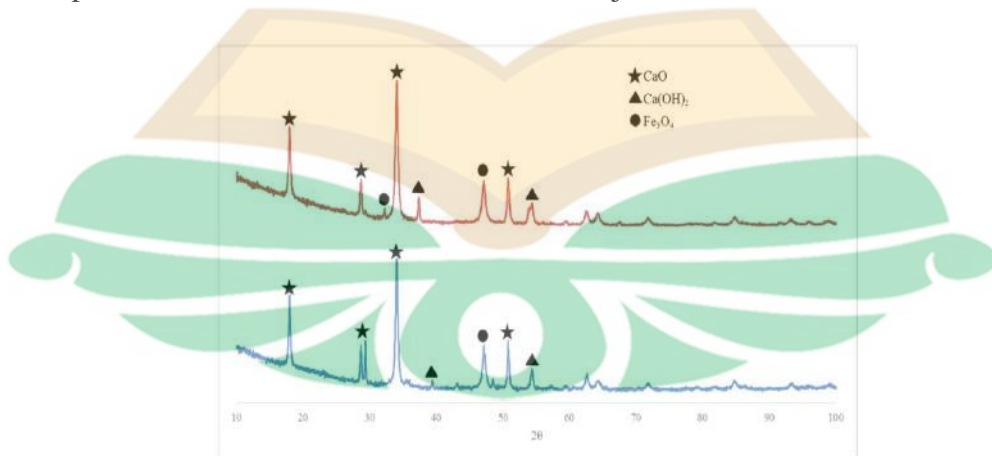
$$\begin{aligned}
 n\lambda &= d_{hkl} \sin \vartheta + d_{hkl} \sin \vartheta \\
 &= 2 d_{hkl} \sin \vartheta
 \end{aligned}
 \tag{2.11}$$

Berdasarkan penelitian yang dilakukan (Helwani dan Wong 2020), pada gambar 2.6 dapat dilihat bahwa semua katalis ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaO}$) menunjukkan puncak yang serupa disetiap waktu kalsinasi sehingga berada pada fasa kristal yang sama. Namun, intensitas puncak ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaO}$) yang diperoleh sedikit meningkat seiring dengan waktu kalsinasi yang meningkat. Sehingga dapat disimpulkan kalsinasi memiliki dampak positif seiring dengan bertambahnya waktu kalsinasi pada keaktifan permukaan katalis.



Gambar 2. 6 Pola XRD pada kalsinasi temperature 500°C dengan variasi waktu 2, 3, 4 jam.

Pada gambar dibawah ini menunjukkan adanya $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang dihasilkan oleh proses reaksi antara kalsium oksida dan sejumlah kecil udara di atmosfer.



Gambar 2. 7 Pola XRD dengan waktu kalsinasi (3 jam) pada temperature kalsinasi 600°C dan 700°C.

Berdasarkan difraktogram XRD yang diperoleh dari tiga sampel katalis yang disintesis pada percobaan ini dapat diketahui bahwa pembentukan kristal CaO meningkat dengan meningkatnya temperatur dan waktu kalsinasi akibat temperatur tinggi dan waktu rekalsinasi yang semakin lama menyebabkan Ca(OH)_2 terurai menjadi CaO (Helwani dan Wong, 2019).

2.12 Penelitian Terdahulu

Berikut adalah rangkuman hasil penelitian terdahulu yang memiliki keterkaitan dengan penelitian yang telah dilakukan.

Tabel 2.1 Penelitian terdahulu

Zuchra Helwani, dkk, 2020	Metode : Preparasi Katalis Fe_3O_4 / CaO yaitu dengan sampel Fe_3O_4 digrintir sehingga menghasilkan ukuran partikel sekitar 75 μm dan 150 μm . Ayakan dengan ukuran sekitar 100 dan 200 mesh. Fe_3O_4 dicuci dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C. Cangkang telur ayam dicuci dengan air destilasi untuk menghilangkan kotoran dan selanjutnya dioven pada suhu 105°C selama 24 jam untuk menghilangkan air. Cangkang telur yang telah dikeringkan digiling dan diayak dengan ukuran 75 dan 150 μm . Cangkang telur dikalsinasi dalam tungku pada suhu 900°C selama 2,5 jam untuk menghasilkan CaO. CaO dan Fe_3O_4 yang diperoleh ditimbang berdasarkan perbandingan berat CaO dan magnetit sekitar 60:40 (wt.). Untuk membuat katalis bermuatan CaO 30% berat, 18 g bubuk cangkang telur yang telah dikalsinasi dilarutkan dalam 250 mL air dalam gelas dan diaduk menggunakan <i>magnetit stirrer</i> pada hotplate hingga mencapai suhu sekitar 70°C. Proses hidrasi digunakan untuk membentuk larutan Ca $(\text{OH})_2$; larutan ini kemudian ditambahkan ke 12 g Fe_3O_4 dan diaduk
---------------------------	---

selama 4 jam pada kecepatan 700 rpm sampai diperoleh larutan homogen. Lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam. Kemudian dikalsinasi dalam tungku dengan variasi temperatur 500°C, 600°C, dan 700°C, dengan variasi waktu 2, 3, dan 4 jam.

Hasil : Kekuatan dasar $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaO}$ yang paling kuat Fe_3O_4 yaitu pada kalsinasi akhir 600°C selama 3 jam.

Goli, Jibril, dkk, 2018

Metode: cangkang telur ayam yang telah dibersihkan di oven dengan temperatur 100°C selama 24 jam lalu dibuat menjadi serbuk, di ayak dengan mesh 120. Kemudian di kalsinasi selama 3 jam dengan temperatur 500-110°C.

Hasil: limbah cangkang telur yang mengandung CaCO_3 terdekomposisi menjadi CaO pada temperatur 900°C selama 3 jam yang merupakan katalis heterogen alkali yang paling aktif.

Yasar, Fevzi, 2019

Metode: limbah cangkang telur dibersihkan dengan air suling. Dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 1 jam. Lapisan dalam dan kotoran lainnya pada cangkang kering dihilangkan dan kemudian digiling pada mesin penggilingan listrik hingga kira-kira 70 mm. Bubuk yang dihasilkan dioven pada temperatur 950°C selama 4 jam dan dikalsinasi untuk konversi dari CaCO_3 menjadi CaO .

Hasil: Dalam produksi biodiesel, parameter yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi metanol dengan minyak lobak dan limbah kulit telur dan katalis CaO berbiaya rendah diteliti. Kondisi reaksi transesterifikasi yang paling sesuai dengan menjaga katalis 4%, waktu reaksi 1 jam dan kondisi reaksi

60°C konstan. Hasil tertinggi diperoleh 96,81% (CaO), 95,12% (cangkang telur). Nilai densitas dan viskositas biodiesel yang diperoleh pada kondisi ini ditentukan sebagai CaO: 888 kg/m³, 4.946mm²/s, cangkang telur: 890 kg/m³, 4.954mm²/s.

Tasaki Tsutomu, dkk, 2008

Metode: Sistem ini terdiri dari lampu UV, modul SPG dan fotoreaktor. Fotodegradasi dilakukan dengan lampu UV merkuri bertekanan rendah yaitu lampu biru muda hitam BLB dengan output intensitas cahaya maksimum pada 365nm, lampu kuman UV-C dengan maksimum pada 254 nm dan lampu ozon dengan maksimum pada 254 nm dan emisi yang lebih kecil (<5%) pada 185 nm. Larutan berair dibuat dengan konsentrasi 10 mg/L jingga metil yang mengandung 0,05 berat SDS yang disesuaikan dengan pH 7,0 dengan HCl dan NaOH. Metil jingga (C₁₄H₁₄N₃SO₃Na, berat molekul = 327 gmol wavelenght¹, panjang gelombang serapan maksimum = 465 nm)

Hasil: Temuan ini menunjukkan bahwa gelembung mikro dengan cahaya VUV 185 nm memainkan peran penting dalam peningkatan laju dekolisasi jingga metil. Dan dapat memberikan pengolahan air limbah potensial untuk degradasi senyawa organik tidak hanya dalam hal laju kinetik, tetapi juga biaya operasi.

Subkhan Mokhamad, dkk, 2018

Metode: Larutan MO (10 ppm) sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam Beaker kemudian ditambahkan HCl 0,1 M sampai diperoleh larutan dengan pH 2. Ditambahkan oksida mangan sebanyak 10 mg dan diaduk dengan kecepatan 400 rpm selama 30 menit

pada temperatur ruang. H₂O₂ 30% ditambahkan sebanyak 10 mL untuk memulai proses reaksi. Campuran diambil pada menit ke 5, 10, 15, 20, 25, 30, 60 dan 90. Setiap pengambilan sampel didinginkan untuk menghentikan reaksi. Konsentrasi MO yang tersisa dianalisis menggunakan spektrofotometer. Prosedur yang sama dilakukan untuk kondisi larutan pada pH 4 dan 6.

Hasil: Semakin tinggi konsentrasi awal MO, laju degradasi semakin menurun. Persentase degradasi maksimum berlangsung pada konsentrasi awal MO 10 mg/L. Reaksi degradasi MO menggunakan katalis *manganosite* mengikuti kinetika reaksi orde ke-dua yang ditunjukkan nilai $k = 0,0021 \text{ L mg}^{-1} \text{ menit}^{-1}$ dan $R^2 = 0,9178$.

Liu, dkk (2015)

Metode dalam penelitian ini menggunakan Fenton dengan oksidator berupa O₃ dan katalis Mn₃O₄ dan Fe₂O₃ dalam mendegradasi *methylene blue*. Pada penelitian ini memvariasikan massa katalis, yaitu sebesar 0.3, 0.5, dan 0.7

Hasil: massa optimal katalis untuk mendegradasi *methylene blue* adalah 0.7, dimana dengan semakin banyaknya massa katalis, tingkat degradasi *methylene blue* juga meningkat
