

SYNTHESIS OF Fe_2O_3 -MONTMORILLONITE AND ITS APPLICATION AS A PHOTOCATALYST FOR DEGRADATION OF CONGO RED DYE

Sintesis Fe_2O_3 -Montmorillonit Dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis Untuk Degradasi Zat Pewarna Congo Red

Karna Wijaya^{*}, Iqmal Tahir and Nanik Haryanti
Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Gadjah Mada University, Yogyakarta

Received 17 February 2005; Accepted 26 February 2005

ABSTRACT

The preparation of Fe_2O_3 -montmorillonite and its application as a catalyst for congo red dye photodegradation has been carried out. Fe_2O_3 -montmorillonite was prepared by mixing the iron complex pillaring agent and montmorillonite. The product was calcined at 250 °C for 5 hours. Montmorillonite and calcined product was analyzed by X-ray diffractometry (X-RD), infrared spectrophotometry (FTIR), gas sorption analyser, X-ray fluorescence (X-RF) and UV/Vis diffuse reflectance spectrophotometry (UV-DRS). Fe_2O_3 -montmorillonite then was used as a catalyst on congo red dye photodegradation by UV-illuminating a mixture of 50 mg Fe_2O_3 -montmorillonite and 25 mL congo red $10^{-4}M$ at 365 nm at various illuminating times. Adsorption of congo red on Fe_2O_3 -montmorillonite and montmorillonite was also performed as a comparison.

Result of X-RD analysis showed that the 001 reflection of Fe_2O_3 -montmorillonite was not detected that probably indicating the formation of house of card structure and this result was supported also by the analysis result of distribution of pores and SEM photography result. Results of the XRF analysis showed that iron content increased from 5.21 % (w/w) in montmorillonite to 25.12 % (w/w) in Fe_2O_3 -montmorillonite. UV-DRS analysis showed the increment of band gap energy from 3.69 eV in the iron oxide bulk to 3.8 eV in Fe_2O_3 -montmorillonite. Specific surface area of the montmorillonite also increased significantly from 69,71 m^2/g to 126,49 m^2/g and total pores volume increased from $50.70 \times 10^{-3} mL/\text{Å}^3$ to $107.89 \times 10^{-3} mL/\text{Å}^3$, respectively. Photodegradation of congo red using Fe_2O_3 -montmorillonite caused the decrement of congo red concentration up to 90.22 % on UV illumination for 60 minutes. Adsorption of congo red on Fe_2O_3 -montmorillonite reached 84.4% and on montmorillonite was 75.15 %.

Keywords: photodegradation, congo red, Fe_2O_3 -montmorillonite, UV light.

PENDAHULUAN

Limbah cair yang dikeluarkan oleh industri tekstil mengandung berbagai zat pewarna yang berbahaya bagi lingkungan. Dewasa ini sekitar lima belas persen dari total produksi zat pewarna di dunia hilang ketika proses pewarnaan dan dikeluarkan sebagai limbah industri tekstil. Pelepasan limbah zat pewarna tersebut ke ekosistem merupakan sumber polusi yang berbahaya. Namun seiring dengan meningkatnya standar lingkungan internasional yang semakin memperhatikan kualitas lingkungan, berbagai sistem teknologi atau metode-metode untuk menanggulangi limbah yang dilepaskan oleh industri-industri limbah zat pewarna juga telah dikembangkan [1-5].

Metode penanggulangan limbah seperti adsorpsi, biodegradasi serta metode kimia seperti klorinasi dan ozonasi merupakan metode-metode yang paling sering digunakan. Metode-metode tersebut walaupun cukup efektif namun memerlukan biaya operasional yang tidak sedikit sehingga perlu dicari alternatif lain yang relatif lebih murah tapi cukup efektif. Berangkat dari fakta tersebut selanjutnya dikembangkan metode-metode yang lebih modern seperti koagulasi kombinasi, oksidasi elektrokimia, flokulasi, osmosis balik dan adsorpsi menggunakan karbon aktif. Namun metode-metode ini juga ternyata memiliki banyak kelemahan yaitu munculnya permasalahan baru seperti dihasilkan fasa baru yang mengandung polutan yang lebih terkonsentrasi [6-8].

Bagaimanapun juga, pengembangan teknologi penanggulangan limbah terkini telah memberikan kontribusi nyata dalam upaya mendegradasi

^{*} Corresponding author.
Email address : karna_ugm@yahoo.com

polutan, khususnya polutan zat pewarna yang terlarut atau terdispersi dalam media air. Fotokatalisis heterogen yang merupakan metode penanggulangan limbah terkini telah menjadi teknologi yang penting dan memimpin dalam mineralisasi sebagian besar polutan zat pewarna. Fotokatalis yang mendapat perhatian utama dan banyak dikembangkan adalah bahan semikonduktor. Semikonduktor oksida logam seperti TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , sering digunakan sebagai katalis dalam penanganan berbagai polutan organik dan zat pewarna [9-13]. Fotoaktivitas oksida-oksida logam tersebut dapat ditingkatkan dengan cara menurunkan ukuran partikel hingga 1-10 nanometer. Semikonduktor yang dibuat hingga ukuran tersebut dikenal sebagai nanopartikel. Nanopartikel dapat dibuat dengan cara mengembankan oksida logam dalam bahan inang, seperti polimer, lempung dan zeolit. Sebagai bahan inang, lempung lebih mudah diperoleh dan lebih murah dibandingkan dengan bahan lain karena keberadaannya yang melimpah dan tersebar luas di alam terutama di Indonesia. Lempung yang digunakan adalah jenis montmorilonit yang memiliki kemampuan mengembang serta kapasitas tukar kation yang tinggi. Jadi dengan memilarkan lempung dengan menggunakan oksida logam diharapkan dapat dihasilkan fotokatalis yang tetap memiliki kemampuan fotoaktivitas yang tinggi [14-17].

Dalam tulisan ini akan dipaparkan hasil penelitian aplikasi Fe_2O_3 -Montmorillonit sebagai pendegradasi zat warna congo red dengan bantuan radiasi sinar ultraviolet.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck), lempung montmorilonit yang dibeli dari PT. Tunas Inti Makmur Semarang, congo red (CR) (Merck), NaOH (Merck), AgNO_3 (Merck) dan akuades dari Laboratorium Pasca Sarjana UGM.

Alat-alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain satu set alat-alat preparasi gelas, termometer, pengayak berukuran 100 dan 250 mesh, lumpang porselin dan penggerus, pengaduk, oven, pengaduk magnet, kertas saring Whatman 42, penyaring Buchner, timbangan analit (Mettler AT-200), satu set alat sentrifus dan tabungnya, difraktometer sinar-x Philips model PW 3710 BASED, spektrofotometer inframerah Shimadzu FTIR-8201PC, Gas Sorption Analyzer NOVA 1000, X-Ray Fluorescence Analyzer dengan merek

ORTEG 7010, spektrofotometer UV-Vis Milton Roy Spectronic 3000, spektrofotometer difus reflektansi UV-Vis (Cary 2415).

Prosedur Kerja

Pencucian Montmorilonit

Seratus gram lempung Na-montmorilonit digerus sampai halus sehingga lolos penyaring 100 mesh. Montmorilonit itu kemudian dicuci dengan menambahkan 2 L akuades dan diaduk selama 24 jam, disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 110-120 °C. Setelah kering, montmorilonit digerus dan diayak dengan pengayak 100 mesh. Hasil yang dipeoleh dianalisis dengan metode difraktometri sinar-x, spektrofotometri FTIR, fluoresensi sinar-x, dan serapan gas untuk mempelajari struktur montmorilonit dan kandungan besi dalam montmorilonit.

Preparasi Fe_2O_3 -montmorilonit

Untuk langkah ini terlebih dahulu dibuat larutan oligomer sebagai agen pemilar (*pillaring agent*). Larutan ini dibuat dengan menambahkan natrium hidroksida (NaOH) secara perlahan ke dalam larutan 0,2 M besi(III) klorida yang diaduk dengan cepat. Penambahan basa dihentikan jika pH larutan sudah menunjukkan 2-2,5. Setelah homogen pengadukan dihentikan dan larutan diperam (*diaging*) selama 24 jam.

Tahap selanjutnya adalah pembuatan suspensi Na-montmorilonit dengan cara mendispersikan 10 g montmorilonit (lolos ayakan 100 mesh) ke dalam 500 mL akuades sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Kemudian ke dalam suspensi tersebut secara perlahan dan sedikit demi sedikit larutan oligomer besi sampai perbandingannya 40 mmol Fe/g montmorilonit, sambil diaduk dengan kuat dengan menggunakan pengaduk magnetik selama 24 jam. Padatan dipisahkan melalui proses sentrifugasi kemudian dicuci dengan akuabides dan disaring dengan penyaring vakum. Pencucian dilakukan berulang kali sampai montmorilonit terbebas dari ion klorida. Pencucian dihentikan jika filtrat ditetesi dengan larutan AgNO_3 tidak terbentuk endapan putih dari AgCl. Montmorilonit yang telah terinterkalasi kompleks besi dikeringkan dalam oven pada temperatur 110-120 °C. Setelah kering digerus sampai halus kemudian diayak menggunakan pengayak 250 mesh. Selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 250 °C selama 5 jam.

Karakterisasi montmorilonit dan Fe_2O_3 -montmorilonit

Penentuan jenis mineral montmorilonit dilakukan dengan difraktometer sinar-x, dengan

metode bubuk (*powder*) menggunakan sumber radiasi Cu-K α . Pengukuran dilakukan pada daerah $2\theta = 0-40^\circ$ dengan laju kecepatan 5° per menit.

Spektroskopi IR digunakan untuk mengetahui gugus fungsional senyawa penyusun montmorilonit. Sampel padatan dicampur dengan bubuk KBr dan dibuat pelet yang tipis. Kemudian pelet tersebut diletakkan pada sel dan diukur pada bilangan gelombang 300-4000 cm^{-1} .

Analisis kandungan Fe yang ada pada montmorilonit dan komposit Fe_2O_3 -montmorilonit dilakukan dengan *X Ray Fluorescence Analyser*. Dari hasil analisis sampel kandungan Fe diperoleh dengan membandingkan luas puncak sampel dengan standar.

Penentuan energi celah pita pada oksida besi (Fe_2O_3) maupun pada komposit Fe_2O_3 -montmorilonit dilakukan dengan spektrofotometer DRF yang terdapat di Laboratorium Fisika Universitas Indonesia. Padatan Fe_2O_3 maupun komposit Fe_2O_3 -montmorilonit diletakkan pada sel dan diukur pada panjang gelombang 220-700 nm, pada interval 2 nm.

Luas permukaan dan distribusi pori dihitung dengan metode BET (Brunauer-Emmet-Teller) dari data adsorpsi-desorpsi N_2 , $P_0 = 747,54$ mmHg dan *temperature bath* 77,4 K menggunakan *Gas Sorption Analyser Nova 1000*.

Fotodegradasi Congo Red dengan Katalis Fe_2O_3 -montmorilonit

Dua puluh satu gelas beker 50 mL masing-masing diisi dengan 25 mL larutan *congo red* (CR) 10^{-4} M. Ke dalam tujuh gelas tersebut dimasukkan masing-masing 50 mg komposit Fe_2O_3 -montmorilonit sehingga membentuk suspensi. Tujuh gelas tersebut dibungkus dengan plastik hitam sebelum dikenakan radiasi sinar UV (panjang gelombang 365 nm) masing-masing selama 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit (sampel berturut-turut diberi kode C_{10} , C_{20} , C_{30} , C_{40} , C_{50} , C_{60}) sedangkan tujuh gelas yang lain berisi Fe_2O_3 -montmorilonit dalam *congo red* dibiarkan di tempat gelap sebagai pengontrol adanya adsorpsi *congo red* pada Fe_2O_3 -montmorilonit. Tujuh gelas sisanya diisi dengan lempung asal untuk mengetahui tingkat

adsorpsi *congo red* pada montmorilonit. Kedua perlakuan terakhir ini juga menggunakan selisih waktu 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit.

Suspensi disaring dengan penyaring vakum menggunakan kertas saring Whatman 42. Larutan *congo red* (CR) yang dibuat kemudian diukur absorbansinya pada kisaran panjang gelombang untuk mengetahui panjang gelombang yang memberikan absorbansi maksimum. Filtrat kemudian dianalisis absorbansinya dengan Spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang maksimum. Hasil pembacaan absorbansi dikonversi ke konsentrasi seperti pada Tabel 1 dengan bantuan larutan standar *congo red*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada tahap awal, bentonit asal yang mengandung montmorilonit dicuci terlebih dahulu menggunakan akuades. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan kotoran-kotoran yang mungkin ada di permukaan dan larut dalam air. Sesudah bentonit dipisahkan dari akuades pencuci, bentonit tersebut dikeringkan di dalam *oven* pada suhu 110-120 $^\circ\text{C}$ yang bertujuan untuk menguapkan semua sisa akuades yang terjebak dalam bentonit serta senyawa organik lain yang dimungkinkan ada di permukaan maupun antar lapis bentonit sehingga diharapkan bentonit bebas senyawa organik dan siap diinterkalasi oleh molekul lain.

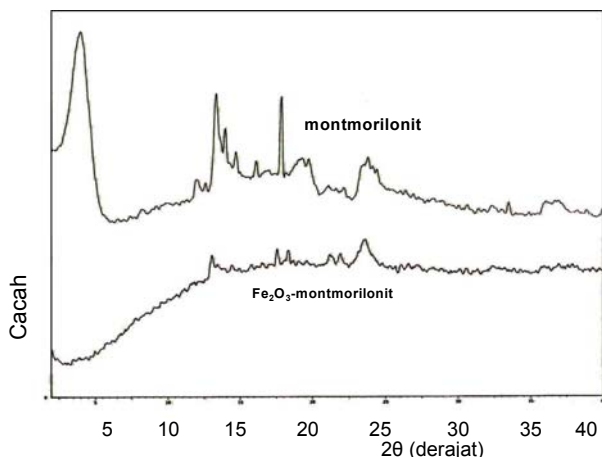
Sebagai langkah awal pada preparasi Fe_2O_3 -montmorilonit, didispersikan 10 g montmorilonit hasil pencucian ke dalam 500 mL akuades, dan diaduk selama 5 jam. Pendispersian ke dalam akuades ini bertujuan untuk memperluas bidang permukaan yang akan berinteraksi dengan molekul interkalat, sehingga interaksi yang terjadi lebih mudah. Selain itu dengan adanya air, kation-kation yang teradsorpsi di permukaan lapisan montmorilonit maupun pada antar lapis montmorilonit tersolvasi, sehingga interaksinya dengan muatan negatif montmorilonit semakin lemah sehingga membuat kation-kation ini mudah dipertukarkan dengan molekul interkalat.

Tabel 1 Persentase pengurangan *congo red* (CR)

Kondisi	C_0 (M)	C_t (M)	Kehilangan (%)
Lart.CR + Fe_2O_3 -monmorilonit (terang)	A1	B1	$(A1-B1)/A1 \times 100\%$
Lart. CR + Fe_2O_3 -monmorilonit (gelap)	A2	B2	$(A2-B2)/A2 \times 100\%$
Larutan CR + montmorilonit (terang)	A3	B3	$(A3-B3)/A3 \times 100\%$

Keterangan: C_0 = Konsentrasi awal (M)

C_t = Konsentrasi setelah t menit (M)

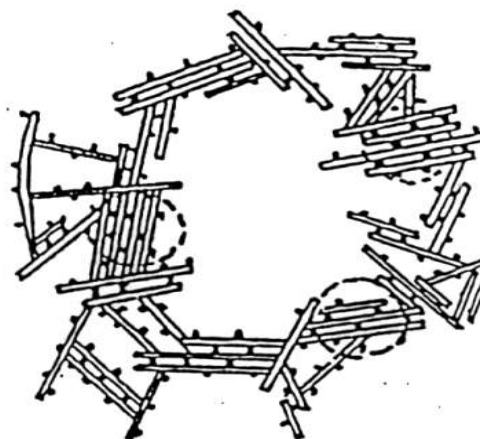


Gambar 1 Difraktogram sinar-x untuk montmorillonit dan Fe_2O_3 -montmorillonit.

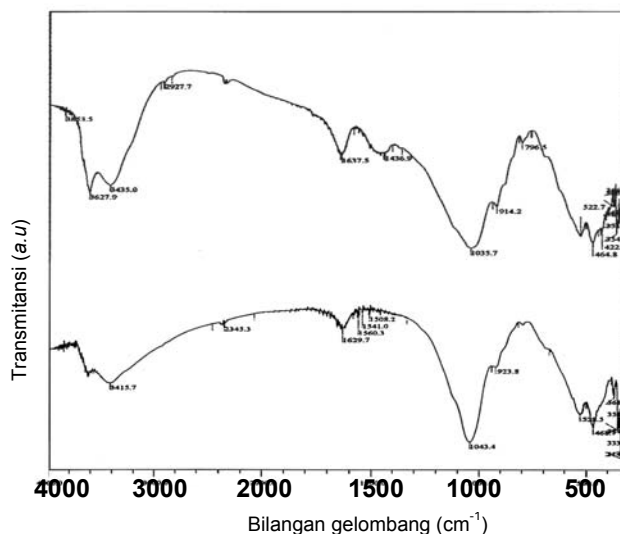
Preparasi Fe_2O_3 -montmorillonit dilakukan dengan mengacu pada prosedur yang digunakan oleh Rightor *et al* (1991)(11). Dengan menggunakan metode difraksi sinar-x (X-RD), montmorillonit memberikan pola difraksi seperti ditunjukkan pada Gambar 1. Gambar tersebut menunjukkan adanya puncak-puncak yang muncul pada sudut difraksi (2θ) tertentu. Dari difraktogram terlihat bahwa sampel mempunyai puncak pada $2\theta = 5,91$ ($d_{001} = 14,95 \text{ \AA}$) dan $2\theta = 19,92$ ($d_{001} = 4,45 \text{ \AA}$) yang merupakan daerah karakteristik mineral montmorillonit. Dari difraktogram tersebut, dapat dikatakan bahwa mineral utama dari bentonit ini adalah montmorillonit.

Hasil analisis X-RD untuk Fe_2O_3 -montmorillonit juga ditunjukkan pada Gambar 1. Pada Gambar 1 tidak terlihat lagi puncak pada $2\theta = 5,91$ yang merupakan karakteristik untuk bidang (001). Hal ini mengindikasikan kemungkinan terbentuknya struktur rumah kartu yang dapat teramati pada sudut 2θ yang kecil dengan intensitas yang rendah. Struktur rumah kartu ditunjukkan pada Gambar 2. Dengan terbentuknya struktur rumah kartu maka produk interkalasi ini memiliki struktur mesopori. Hasil X-RD ini nantinya akan didukung dengan data analisis serapan gas dan analisis UV/Vis DRF.

Hasil analisis dengan spektrofotometer inframerah (FTIR) ditunjukkan pada Gambar 3. Spektra untuk montmorillonit memperlihatkan adanya serapan pada bilangan gelombang $3627,9 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi regang H-O-H dari molekul air yang memiliki ikatan hidrogen lemah dengan permukaan Si-O. Serapan pada bilangan gelombang 3435 cm^{-1} merupakan serapan dari H-O-H yang terserap yang merupakan serapan khas yang nampak untuk semua anggota smektit.



Gambar 2 Representasi skematik struktur rumah kartu [1]



Gambar 3 Spektra serapan IR untuk montmorillonit dan Fe_2O_3 -montmorillonit

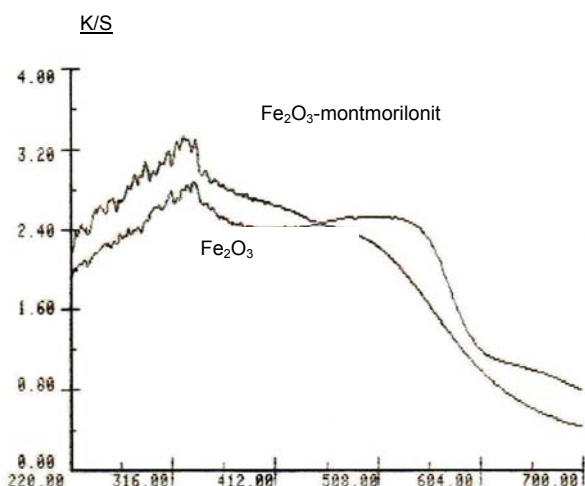
Serapan pada bilangan gelombang $2927,7 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas $-\text{CH}_2$ dari bahan organik pengotor yang dimungkinkan masih tertinggal di permukaan montmorillonit.

Selanjutnya serapan pada bilangan gelombang $1637,5 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan dari H_2O secara lengkung (O-H tekuk). Serapan gugus OH yang cukup kuat menunjukkan kuatnya ikatan OH dengan kation-kation yang ada pada antar lapis montmorillonit. Pita serapan pada bilangan gelombang $1035,7 \text{ cm}^{-1}$ diakibatkan oleh vibrasi regang Si-O-Si (*stretching*) oktahedral yang teramati sebagai puncak serapan yang lebar dengan intensitas yang jelas. Pita serapan pada $914,2 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi OH dari Al_2OH pada lapisan oktahedral, sesuai dengan penelitian Madejová (2003)(10). Serapan pada bilangan

gelombang $522,7 \text{ cm}^{-1}$ adalah serapan karakteristik Si-O-Al (Al oktahedral), sedangkan pita serapan pada bilangan gelombang $464,8 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk Si-O-Si.

Spektra serapan untuk Fe_2O_3 -montmorilonit menunjukkan bahwa tidak tampak lagi serapan pada bilangan gelombang $3627,9 \text{ cm}^{-1}$ disebabkan oleh hilangnya air karena kalsinasi. Serapan pada bilangan gelombang 3435 cm^{-1} pada montmorilonit mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih kecil yaitu menjadi tampak pada bilangan gelombang $3388,7 \text{ cm}^{-1}$ pada Fe_2O_3 -montmorilonit yang disertai dengan berkurangnya intensitas yang mengindikasikan berkurangnya air karena pengaruh kalsinasi. Untuk pita serapan pada bilangan gelombang $1637,5 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan dari H_2O secara lengkung (O-H tekuk) menjadi terlihat pada bilangan gelombang $1627,8 \text{ cm}^{-1}$. Penurunan bilangan gelombang ini juga mengindikasikan berkurangnya molekul air yang terdapat dalam montmorilonit, yang disebabkan oleh proses kalsinasi.

Serapan pada bilangan gelombang $2927,9 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya pengotor organik juga sudah tidak terlihat dikarenakan hilangnya pengotor tersebut karena proses kalsinasi. Pita serapan pada bilangan gelombang $1039,6 \text{ cm}^{-1}$, $923,8 \text{ cm}^{-1}$, $528,5 \text{ cm}^{-1}$ dan $464,8 \text{ cm}^{-1}$ masih terlihat dan hanya menunjukkan pergeseran yang menunjukkan pembentukan oksida besi yang tidak merusak kerangka silika alumina montmorilonit, hal ini sesuai dengan Madejová [10].



Gambar 4 Spektra UV-DRS untuk *bulk* Fe_2O_3 dari Fe_2O_3 -montmorilonit

Analisis dengan menggunakan fluoresensi sinar-x dapat digunakan untuk mengetahui kandungan logam tertentu di dalam montmorilonit, dalam hal ini adalah logam besi. Dari hasil analisis dengan metode ini diketahui bahwa dalam montmorilonit yang digunakan, mengandung 5,21 % (b/b) besi. Adanya logam besi ini merupakan substitusi isomorfik atom Fe menggantikan atom Al di dalam lembaran oktahedral. Substitusi inilah yang mengakibatkan montmorilonit mengalami kelebihan muatan negatif sehingga ia mempunyai sifat dapat menarik kation-kation pada permukaannya. Setelah interkalasi, Fe_2O_3 -montmorilonit menunjukkan kandungan besi sebesar 25,19 % (b/b) atau lebih besar sekitar 20 % (b/b) dibandingkan dengan montmorilonit asal. Hal ini mengindikasikan bahwa telah terjadi penyisipan oksida besi ke dalam montmorilonit relatif berhasil.

Hasil karakterisasi dengan menggunakan difusi reflektansi UV-Visible seperti ditunjukkan pada Gambar 4 memperlihatkan grafik K/S lawan panjang gelombang. Harga K/S menunjukkan koefisien sinar yang diserap oleh padatan dalam hal ini oksida besi (Fe_2O_3) maupun komposit Fe_2O_3 -montmorilonit dibandingkan sinar yang dihamburkan (*scattered*). Dari grafik itu dapat dilihat panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum untuk Fe_2O_3 maupun komposit Fe_2O_3 -montmorilonit. Panjang gelombang tersebut merupakan *absorption edge* (λ_g) yang dapat digunakan untuk menghitung energi celah pita (*band gap*) dengan rumus seperti persamaan di bawah yaitu:

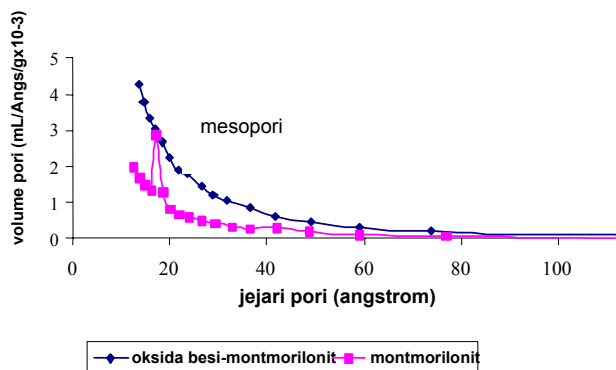
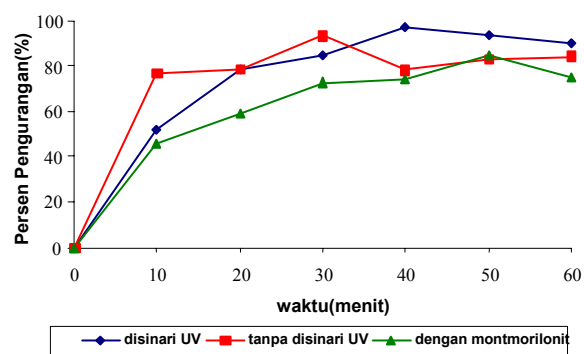
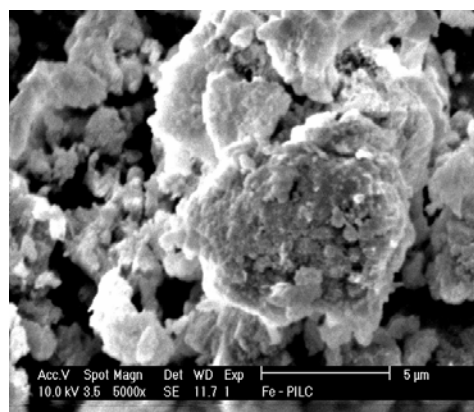
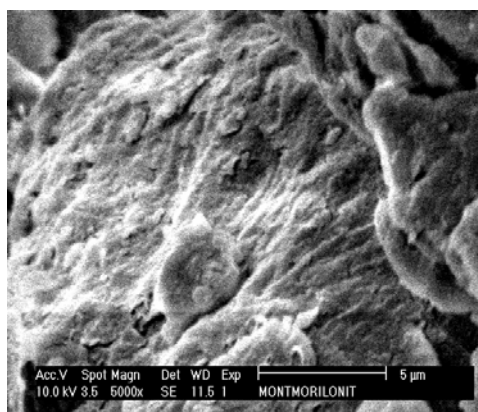
$$E_g = \frac{hc}{\lambda_g} = \frac{1240}{\lambda_g} \cdot (\text{eV})$$

Pada grafik diketahui bahwa λ_g (dalam nm) untuk Fe_2O_3 -montmorilonit terlihat pada panjang gelombang 326 nm yang relatif tidak berbeda jauh dengan Fe_2O_3 fasa *bulk*nya yaitu pada 336 nm. Hal ini juga didukung dengan hasil spektra Fe_2O_3 -montmorilonit yang tidak jauh berbeda dengan *bulk* oksida besi (Fe_2O_3 fasa ruah). Hasil ini menjelaskan bahwa oksida besi lebih banyak terdistribusi di permukaan montmorilonit. Hal ini dikarenakan mudahnya besi teroksidasi hingga terdistribusi di permukaan, juga menjelaskan terbentuknya produk interkalasi dengan struktur rumah kartu yang menyebabkan terbentuknya mesopori sehingga penurunan bilangan gelombang relatif kecil.

Dari data panjang gelombang serapan maksimum (λ_g) ini dapat diketahui bahwa energi celah pita (E_g) untuk Fe_2O_3 -montmorilonit adalah 3,8 eV sedangkan untuk Fe_2O_3 fasa ruah adalah 3,69 eV.

Tabel 2 Data luas permukaan spesifik dan volume total pori dari montmorilonit dan Fe₂O₃-montmorilonit

Sampel	Luas permukaan spesifik (m ² /g)	Volume total pori (x10 ⁻³ mL /g)
Montmorilonit	69,71	50,70
Fe ₂ O ₃ - montmorilonit	126,49	107,89

**Gambar 5** Distribusi ukuran pori montmorilonit dan Fe₂O₃-montmorilonit**Gambar 7** Tingkat pengurangan konsentrasi *congo red* lawan waktu**Gambar 6.** Foto SEM montmorillonit (kiri) dan Fe₂O₃-montmorillonit (kanan) dengan perbesaran 5000 kali.

Hasil analisis serapan gas dapat digunakan untuk mengetahui luas permukaan dan distribusi pori suatu padatan dengan bantuan metode BET. Analisis serapan gas untuk montmorillonit dan Fe₂O₃-montmorillonit disajikan dalam Tabel 2.

Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan yang signifikan dari luas permukaan spesifik dan volume total pori, oleh karena proses pembentukan oksida besi di dalam antarlapis dan permukaan montmorillonit.

Dari Gambar 5 terlihat bahwa pada daerah ukuran pori sama, volume pori Fe₂O₃-montmorillonit lebih besar dibandingkan dengan yang terdapat pada montmorillonit. Luas permukaan yang besar serta distribusi ukuran pori yang utamanya adalah mesopori sekali lagi menunjukkan pembentukan struktur rumah kartu sesuai dengan Cool dan

Vansant [1]. Dengan bertambahnya ukuran pori ini adsorpsi *congo red* lebih efektif dan fotodegradasi yang terjadi lebih efektif juga.

Hasil analisis permukaan montmorillonit dan Fe₂O₃-montmorillonit dengan SEM ditampilkan dalam Gambar 6. Foto SEM memperlihatkan bahwa pembentukan Fe₂O₃ di dalam antarlapis maupun permukaan montmorillonit mengakibatkan perubahan morfologi yang ditunjukkan dengan bongkahan-bongkahan putih yang besar kemungkinannya adalah Fe₂O₃. Hasil analisis SEM ini sejalan dengan hasil analisis DRS yang menghasilkan nilai kenaikan *band gap energy* yang relatif kecil. Kenaikan yang kecil ini mengindikasikan bahwa sebagian besar oksida besi terdapat dipermukaan montmorillonit.

Fotodegradasi Congo Red

Dari hasil penelitian yang ditampilkan dalam gambar 7, terlihat bahwa secara umum Fe₂O₃-montmorilonit dengan radiasi sinar UV memberikan persen pengurangan yang relatif lebih tinggi daripada Fe₂O₃-montmorilonit tanpa radiasi UV dan montmorillonit tak termodifikasi.

Tanpa adanya sinar UV maka proses yang terjadi hanyalah sorpsi pada permukaan Fe₂O₃-montmorilonit maupun montmorilonit. Adsorpsi *congo red* pada Fe₂O₃-montmorilonit tampak lebih besar dibandingkan sorpsi dengan montmorilonit disebabkan luas permukaan dan distribusi pori Fe₂O₃-montmorilonit lebih besar sehingga sorpsi yang terjadi juga lebih besar.

KESIMPULAN

1. Pembentukan oksida besi pada permukaan dan antar lapis montmorilonit menggunakan kation kompleks besi polihidroksi mengakibatkan peningkatan luas permukaan spesifik dari 69,71 menjadi 126,49 m²/g, volume total pori menjadi sebesar 107,89 mL/Å/g, energi celah pita naik menjadi 3,8 eV dan peningkatan kandungan besi sebesar 20 % (b/b).
2. Penurunan *congo red* mencapai 90,22% (b/b) menggunakan 50 mg Fe₂O₃-montmorilonit untuk setiap 25 mL larutan *congo red* 10⁻⁴M dengan penyinaran UV pada panjang gelombang 365 nm selama 60 menit. Sebagai perbandingan dengan dosis yang sama, sorpsi *congo red* selama 60 menit menggunakan Fe₂O₃-montmorilonit dan montmorilonit berturut-turut sebesar 84,4% (b/b) dan 75,15% (b/b).
3. Secara umum Fe₂O₃-montmorilonit merupakan bahan fotokatalis yang lebih efektif daripada montmorilonit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dapat dilaksanakan berkat bantuan dana dari Proyek Hibah Bersaing XII tahun 2004/2005.

DAFTAR PUSTAKA

1. Hoffmann, M.R., Martin. S.T., Choi, W. and Bahnemann, D.W., 1995, *Chem. Rev.*, 95, 69-96.
2. Cool, P. and Vansant. E.F., 1996, *Pillared Clays: Preparation, Characterization and Applications*, University of Antwerp, Wilrijk.
3. Ding, Z., Klopogge, J.T., Frost, R.L., Lu, G.Q. and Zhu, H.Y., 2000, *J. Porous Mater.*, 8, 273-293.
4. Dewi, P.P., 1999, *Preparasi, Karakterisasi, dan Uji Fotoaktivitas Oksida Besi Sebagai Pemilar Antarlapis dalam Bentonit*, Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta.
5. Houas, A., Lachheb, H., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C. and Herrmann, J.M., 2001, *App. Catal. B.*, 31, 145-147.
6. Lachheb, H., Puzenat, E., Houas, A. Ksii, M., Elaloui, E., Guillard, C. and Hermann, J.M., 2002, *Appl. Catal. B.*, 39, 75-90 .
7. Jenkins, R., 1999, *X-Ray Fluorescence Spectrometry*, Second Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York.
8. Linsebigler, A.L., Lu, G. and Yates Jr. J.T., 1995, *Chem. Rev.*, 95, 735-758.
9. Somorjai, G.A., 1972, *Principles of Surface Chemistry*, Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, New Jersey.
10. Madejová, J., 2003, FTIR Techniques in Clay Mineral Studies, *Vibrational Spectroscopy*, 31, 1-10.
11. Rightor, E.G., Pinnavaia, T.J. and Tzou, M.S., 1991, *J. Catal.*, 138, 29-40.
12. Sumerta, I.K., Wijaya, K. dan Tahir I., 2003, *Jurnal Kimia I* (1), 39-47.
13. Lintang, H.O., 2001, *Preparasi Oksida Besi di dalam Struktur Zeolit Faujasit Hasil Sintesis Abu Layang Untuk Fotokatalitik Oksidasi Fenol*, Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta .
14. Wahyuni, E.T., 1992, *Penggunaan Metode Difraksi Sinar-X untuk Deteksi Pertumbuhan Kristal Mineral Lempung oleh Pengaruh Pemanasan dan Aktivasi*, Laporan Penelitian, FMIPA UGM, Yogyakarta.
15. Wijaya, K., 1995, *Interkalasi Senyawa-senyawa Fotokromik Kedalam Antarlapis Smektit dan Pemanfaatannya untuk Bahan Penyimpanan Data Optik*, Penelitian P4M UGM, Yogyakarta.
16. Tan, K.H., 1982, *Dasar-dasar Kimia Tanah*, terjemahan oleh Goenadi, D.H., Edisi I, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
17. Van Olphen, H., 1997, *An Introduction to Clay Colloid Chemistry for Clay Technologists, Geologists, and Soil Scientists*, Second Edition, A Willey Interscience Publition, Ontario.