

26649/H/06



TESIS

KAJIAN EFEKTIFITAS PROSES OKSIDASI LANJUT FOTOKIMIA UNTUK PEMECAHAN RESIDU ENDOSULFAN DALAM AIR TAMBAK

Oleh :

ARSETO YEKTI BAGASTYO

NRP. 3304 201 014

RTL
628.351
Bag
k-1

2006



PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Terima	1-2-06
Terima Dari	H
No. Agenda Prp.	226073

**PROGRAM STUDI MAGISTER
JURUSAN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL DAN PERENCANAAN
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2006**

**KAJIAN EFEKTIFITAS PROSES OKSIDASI LANJUT FOTOKIMIA
UNTUK PEMECAHAN RESIDU ENDOSULFAN DALAM AIR TAMBAK**

**Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (MT)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

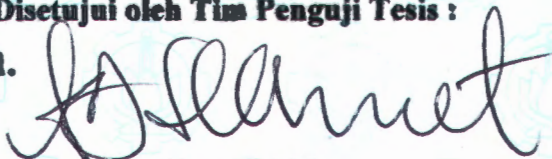
**Oleh :
Arseto Yekti Bagastyo
NRP. 3304201014**

Disetujui oleh Tim Penguji Tesis :

Tanggal Ujian : 24 Juli 2006

Periode Wisuda : September 2006

1.



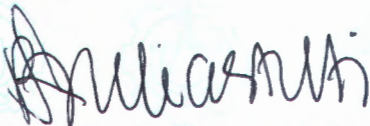
Ir. Agus Slamet, MSc.
NIP. 131 651 592

2.



Ir. M. Razif, MM.
NIP. 130 936 830

3.



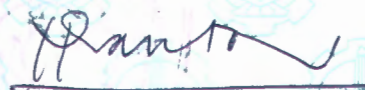
DR. Ir. Sri Rahmania Y., DEA.
NIP. 131 633 400

4.



Adhi Yuniarto, ST., MT.
NIP. 132 256 275

Direktur Program Pascasarjana,



Prof. Ir. Happy Ratna S., MSc., PhD.
NIP. 130 541 829

KAJIAN EFEKTIFITAS PROSES OKSIDASI LANJUT FOTOKIMIA UNTUK PEMECAHAN RESIDU ENDOSULFAN DALAM AIR TAMBAK

Oleh : Arseto Yekti Bagastyo
NRP : 3304201014
Pembimbing : Ir. Agus Slamet, MSc.

ABSTRAK

Kandungan endosulfan sebagai bahan aktif insektisida golongan hidrokarbon terklorinasi yang digunakan tanpa terkontrol dapat memberikan dampak negatif ekologis sebagaimana ditemukan dalam air tambak udang di Kelurahan Keputih, Surabaya (Masrullita, 2005). Residu tersebut dapat digolongkan sebagai kontaminan terutama pada organisme atau lingkungan bukan sasaran, baik secara sengaja maupun tidak (Lasut, 2000) karena sifatnya yang beracun, persisten di lingkungan, dan dapat terakumulasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji efektifitas teknologi proses oksidasi lanjut (AOP) fotokimia yang melibatkan proses mineralisasi dan pembentukan ion radikal hidroksil dari radiasi sinar ultraviolet (UV) dalam mendegradasi residu endosulfan melalui pemecahan rantai senyawa organiknya pada variasi konsentrasi kontaminan, sumber radiasi UV, dan kombinasi proses penambahan oksidan H_2O_2 maupun fotokatalis TiO_2 secara batch dan kontinyu.

Penelitian diawali dengan penentuan dosis optimum H_2O_2 maupun TiO_2 pada masing-masing konsentrasi endosulfan. Selanjutnya dengan sistem batch ditentukan kombinasi proses optimum antara $UV+H_2O_2$, $UV+TiO_2$ dan $UV+H_2O_2+TiO_2$. Kemudian pada akhirnya proses tersebut diterapkan secara kontinyu dalam mendegradasi air tambak terkontaminasi endosulfan dengan sumber UV berupa lampu merkuri maupun sinar matahari.

Berdasarkan uji statistik ($\alpha = 0.05$) diketahui adanya pengaruh konsentrasi sampel dan sumber UV terhadap persen degradasi endosulfan dengan nilai probabilitas 0.478. Melalui penambahan dosis optimum H_2O_2 50 mg/l dan 60 mg/l serta TiO_2 750 mg/l dan 1000 mg/l untuk masing-masing konsentrasi endosulfan 1 $\mu g/l$ dan 10 $\mu g/l$ ditentukan bahwa kombinasi $UV+H_2O_2+TiO_2$ merupakan kombinasi optimum dengan persen degradasi 97.9% dan 99.2% (penyinaran lampu UV) serta 91.2% dan 99.4% (penyinaran sinar matahari). Aplikasi proses kontinyu pada air tambak menghasilkan persen degradasi sebesar 99.5% (penyinaran lampu UV dengan konsentrasi awal endosulfan dalam air tambak sebesar 8.87 $\mu g/l$) dan sebesar 88.1% (penyinaran sinar matahari dengan konsentrasi awal endosulfan dalam air tambak sebesar 10.77 $\mu g/l$).

Kata kunci : Endosulfan, H_2O_2 dan TiO_2 , sinar UV, Radikal Hidroksil, Proses Oksidasi Lanjut (AOP) Fotokimia.

**EFFECTIVENESS STUDY OF PHOTOCHEMICAL ADVANCED
OXIDATION PROCESS FOR THE DESTRUCTION OF ENDOSULFAN
RESIDUE IN POND WATER**

By : Arseto Yekti Bagastyo
NRP : 3304201014
Supervisor : Ir. Agus Slamet, MSc.

ABSTRACT

The content of endosulfan as an active substance of chlorinated hydrocarbon insecticide which is uncontrolled used can bring an ecological negative assessment as found in shrimp farming pond water at Keputih, Surabaya (Masrullita, 2005). That residue can be classified as a contaminant especially in non targeted organism or environment either directly or not (Lasut, 2000) because of its characteristic which is poisonous, persistent in environment, and earned the accumulation. This research focused on the study of the photochemical advanced oxidation processes (AOP) effectiveness, which is entangling a mineralized pollutant and the forming of hydroxyl radical ion from ultraviolet (UV) irradiation, to degrade endosulfan residue through the resolving of its organic chain with the variation of contaminant concentrations, UV light sources, and process combinations including the addition of oxidant H₂O₂ and also photocatalyst TiO₂ in batch and continue system.

Initially, the research was done by the optimum dose determination of H₂O₂ and also TiO₂ in each endosulfan concentrations. Then, applied in batch system, the optimum process combination was determined between UV+H₂O₂, UV+TiO₂, and UV+H₂O₂+TiO₂ variations. Finally, that process was applied in continue system to degrade endosulfan contamination in pond water through the UV lamp irradiation and UV sunlight rays irradiation.

According to statistical analysis ($\alpha = 0.05$), it was shown that sample concentration and UV source gave the effect to the endosulfan degradation percentage (probability value = 0.478). Through optimum dose addition of 50 mg/l and 60 mg/l H₂O₂ and also 750 mg/l and 1000 mg/l TiO₂ for 1 µg/l and 1 µg/l endosulfan concentration respectively, it determined that UV+H₂O₂+TiO₂ was the optimum process combination with 97.9% and 99.2% degradation (UV lamp irradiation), meanwhile UV sunlight rays irradiation resulted 91.2% and 99.4%. The application of continue system to the contaminated pond water showed 99.5% degradation (UV lamp irradiation with the initial endosulfan concentration was 8.87 µg/l) and 88.1% (UV sunlight rays irradiation with the initial endosulfan concentration was 10.77 µg/l).

Keywords: Endosulfan, H₂O₂ and TiO₂, UV irradiation, Hydroxyl Radical, Photochemical Advanced Oxidation Process (AOP).

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil Alamin, puji syukur kehadiran Allah SWT, yang telah memberikan berkah dan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan tesis dengan judul “KAJIAN EFEKTIFITAS PROSES OKSIDASI LANJUT FOTOKIMIA UNTUK PEMECAHAN RESIDU ENDOSULFAN DALAM AIR TAMBAK”.

Tesis ini dilakukan guna memenuhi sebagian persyaratan untuk menyelesaikan program Magister Teknik pada Jurusan Teknik Lingkungan, Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Pengerjaan tesis ini tentunya tidak luput dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, karena itu penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak. Ir. Agus Slamet, MSc., selaku dosen pembimbing sekaligus Ketua Jurusan Teknik Lingkungan, yang telah memberi banyak masukan-masukan dalam pengerjaan tugas akhir ini.
2. Bapak Ir. Mas Agus Mardyanto, ME., PhD., selaku Ketua Program Studi Pascasarjana Jurusan Teknik Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
3. Bapak. Ir. M. Razif, MM. dan Bapak. Adhi Yuniarto, ST. MT., selaku dosen penguji seminar yang juga telah banyak memberi masukan dan arahan.
4. Bapak Abdu Fadli Assomadi SSi, MT., atas bimbingan dan arahan mengenai analisa parameter menggunakan *Gas Chromatography*.

-
5. Bapak dan Ibu dosen pengajar Program Studi Pascasarjana Jurusan Teknik Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
 6. Bpk. Edi, Bpk Affan, Bpk. Hadi, Bpk. Eko, Bpk. Ashari dan Ibu Nur, selaku laboran Jurusan Teknik Lingkungan ITS, serta Rakhmat Hakiki 2001 yang telah banyak membantu pelaksanaan proses analisa laboratorium.
 7. Pak Mardi beserta laboran TAKI-Teknik Kimia ITS atas bantuan analisa ekstraksi sampel.
 8. Segenap staf Tata Usaha dan Ruang Baca Jurusan Teknik Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
 9. Seluruh keluarga besar saya yang telah banyak membantu baik moril maupun materiil selama pelaksanaan Tesis.
 10. Semua pihak yang tidak bisa saya sebutkan satu persatu.

Akhir kata, saran dan kritik dari semua pihak masih terus diharapkan guna kesempurnaan laporan Tesis ini. Semoga apa yang penulis kerjakan ini nantinya dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, Juli 2006

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Abstrak.....	ii
Abstract	iii
Kata Pengantar.....	iv
Daftar Isi	vi
Daftar Tabel	ix
Daftar Gambar	xii
Daftar Lampiran.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian	3
1.4 Ruang Lingkup Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Pestisida	6
2.1.1 Senyawa Endosulfan.....	7
2.1.2 Pola Penyebaran.....	9
2.1.3 Pengaruh Toksik pada Makhluk	11
2.1.4 Degradasi Senyawa Endosulfan.....	13
2.2 Proses Oksidasi Lanjut (Advanced Oxidation Process–AOP).....	16
2.3 Sinar Ultraviolet (UV)	18
2.4 Hidrogen peroksida (H ₂ O ₂).....	21
2.5 Titanium dioksida (TiO ₂).....	22
2.6 Prinsip Dasar Fotokimia	25
2.6.1. Asas Fotokimia	26
2.6.2. Reaksi Fotokimia	27

2.7	Analisa Fotokinetika	28
2.8	Mekanisme Fotolisis H ₂ O ₂ di air	29
2.8.1.	Radikal Hidroksil	29
2.8.2.	Fotolisis H ₂ O ₂	29
2.8.3.	Reaksi Radikal-Radikal	30
2.8.4.	Efek Penambahan H ₂ O ₂ pada Proses Fotokatalisis.....	30
2.9	Mekanisme Degradasi Kontaminan Dengan UV/TiO ₂	31
2.10	Fotolisis Dengan UV/H ₂ O ₂ /TiO ₂	34
2.11	Pengaruh Konsentrasi Katalis Pada Proses.....	35
2.12	Kromatografi Gas.....	36
2.12.1.	Detektor Penangkap Elektron (ECD).....	36
BAB III METODE PENELITIAN.....		38
3.1	Umum	38
3.2	Kerangka Penelitian	39
3.3	Alat dan Bahan.....	42
3.4	Reaktor Penelitian.....	43
3.5	Tahapan Penelitian.....	44
3.6	Variabel Penelitian.....	47
3.7	Analisis Laboratorium	48
3.8	Rancangan dan Pengolahan Data Penelitian.....	51
3.9	Tempat dan Waktu Penelitian.....	54
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		55
4.1	Kondisi Awal Sampel	55
4.2	Penelitian Pendahuluan.....	55
4.2.1	Pengaruh Penambahan H ₂ O ₂	67
4.2.2	Pengaruh Fotokatalis TiO ₂	68
4.2.3	Pengaruh Sinar Ultraviolet (UV)	69
4.2.4	Pengaruh Ketinggian Air	72
4.3	Penelitian Batch	74
4.3.1.	Proses UV + H ₂ O ₂	75

4.3.2. Proses UV + TiO ₂	78
4.3.3. Proses UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂	81
4.3.4. Proses Optimum.....	83
4.4. Penelitian Proses Kontinyu.....	85
4.5. Proses Penyinaran UV dari Sinar Matahari.....	90
4.5.1. Proses Batch.....	90
4.5.2. Proses Kontinyu.....	95
4.6. Analisis Variasi Konsentrasi dan Sumber UV.....	99
4.7. Produk Hasil Pemecahan Endosulfan.....	99
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	103
5.1 Kesimpulan.....	103
5.2 Saran.....	104
Daftar Pustaka.....	106
Lampiran	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Hubungan Energi Dengan Panjang Gelombang Cahaya Yang Diabsorpsi	26
Tabel 3.1. Variabel Penelitian Sistem Batch.....	47
Tabel 3.2. Variabel Penelitian Sistem Kontinyu.....	47
Tabel 4.1. Penambahan Dosis H ₂ O ₂ pada Sampel 1 µg/l dan 10 µg/l.....	56
Tabel 4.2. Perubahan pH dan Suhu Terhadap Penambahan Dosis H ₂ O ₂ pada Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l.....	57
Tabel 4.3. Perubahan Konsentrasi Endosulfan dan pH terhadap Penambahan Dosis H ₂ O ₂ pada Sampel 1 µg/l dan 10 µg/l	58
Tabel 4.4. Penambahan Dosis TiO ₂ pada Sampel 1 µg/l dan 10 µg/l	62
Tabel 4.5. Perubahan pH, Kekeruhan dan Suhu Terhadap Penambahan Dosis TiO ₂ pada Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l	63
Tabel 4.6. Perubahan Konsentrasi Endosulfan dan pH Terhadap Penambahan Dosis TiO ₂ pada Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l.....	64
Tabel 4.7. Pengaruh Penambahan H ₂ O ₂ Optimum Terhadap Penurunan Endosulfan pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l	68
Tabel 4.8. Pengaruh Penambahan TiO ₂ Optimum Terhadap Penurunan Endosulfan pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l	69
Tabel 4.9. Pengaruh Sinar UV Terhadap Penurunan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l.....	70
Tabel 4.10. Pengaruh Ketinggian Air Dengan Penambahan H ₂ O ₂ dan TiO ₂ Optimum Terhadap Penurunan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l	72
Tabel 4.11. Perubahan pH, Suhu, dan Kekeruhan Terhadap Penambahan Dosis H ₂ O ₂ dan TiO ₂ Pada Variasi Kedalaman Air	73
Tabel 4.12. Perubahan pH dan Suhu Pada Proses Batch	74
Tabel 4.13. Penurunan Konsentrasi Endosulfan (Proses UV + H ₂ O ₂).....	75

Tabel 4.14. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l pada Sistem Batch UV + H ₂ O ₂	77
Tabel 4.15. Penurunan Konsentrasi Endosulfan pada Sistem Batch UV + TiO ₂	78
Tabel 4.16. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l pada Sistem Batch UV + TiO ₂	80
Tabel 4.17. Penurunan Konsentrasi Endosulfan pada Sistem Batch UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂	81
Tabel 4.18. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l pada Sistem Batch UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂	83
Tabel 4.19. Proses Optimum pada Sistem Batch UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂ Untuk Penentuan Lama Penyinaran Optimum	84
Tabel 4.20. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Penyinaran Optimum	84
Tabel 4.21. Penurunan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel Air Aquades 1 µg/l dan Air Tambak 1-10 µg/l Sistem Kontinyu UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂	86
Tabel 4.22. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Kontinyu Sampel Air Aquades dan Air Tambak	87
Tabel 4.23. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada Sampel Air Aquades 1 µg/l dan Air Tambak 1-10 µg/l Sistem Kontinyu UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂	88
Tabel 4.24. Penurunan Konsentrasi Endosulfan pada Sistem Batch Sinar UV Matahari + H ₂ O ₂ + TiO ₂	91
Tabel 4.25. Perubahan pH dan Suhu pada Sistem Batch Sinar UV Matahari + H ₂ O ₂ + TiO ₂	91
Tabel 4.26. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada Sampel Konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l pada Sistem Batch Sinar UV Matahari + H ₂ O ₂ + TiO ₂	92
Tabel 4.27. Proses Optimum pada Sistem Batch Sinar UV Matahari + H ₂ O ₂ + TiO ₂ Untuk Penentuan Lama Penyinaran Optimum.....	93
Tabel 4.28. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Penyinaran Optimum Sinar UV Matahari	94

Tabel 4.29. Penurunan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel Air Aquades 1 $\mu\text{g/l}$ dan Air Tambak 1-10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Kontinyu Sinar UV Matahari + H_2O_2 + TiO_2	96
Tabel 4.30. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Kontinyu Sinar UV Matahari Sampel Air Aquades dan Air Tambak	97
Tabel 4.31. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada Sampel Air Aquades 1 $\mu\text{g/l}$ dan Air Tambak 1-10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Kontinyu Sinar UV Matahari + H_2O_2 + TiO_2	98
Tabel 4.32. Verifikasi Senyawa Endosulfan Sulfat dan Endosulfan Diol sebagai Produk Pemecahan Endosulfan Pada Proses Fotokimia.....	101

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Senyawa Endosulfan dan Isomernya	8
Gambar 2.2.	Mekanisme Biodegradasi Senyawa Endosulfan	14
Gambar 2.3.	Rangkaian Proses Penguraian Senyawa Endosulfan	15
Gambar 2.4.	Mekanisme Penguraian Senyawa Organik dengan OH ^o	17
Gambar 2.5.	Permukaan TiO ₂	24
Gambar 2.6.	Proses Fotolisis	34
Gambar 3.1	Skema Penelitian Pendahuluan.....	39
Gambar 3.2	Skema Penelitian Utama Sistem Batch.....	40
Gambar 3.3	Skema Penelitian Sistem Kontinyu.....	41
Gambar 3.4	Reaktor Penelitian dengan Lampu UV	43
Gambar 3.5	Reaktor Penelitian Kontak Langsung Sinar Matahari	44
Gambar 3.6	Kromatogram Larutan Standar Endosulfan 1 µg/l	51
Gambar 3.7	Kromatogram Larutan Endosulfan Sulfat 10 mg/l.....	51
Gambar 3.8	Kromatogram Larutan Endosulfan Diol 10 mg/l.....	52
Gambar 4.1	Konsentrasi Awal Sampel Endosulfan.....	55
Gambar 4.2	Grafik Penentuan Dosis Optimum H ₂ O ₂ Konsentrasi Endosulfan 10 µg/l	59
Gambar 4.3	Grafik Penentuan Dosis Optimum H ₂ O ₂ Konsentrasi Endosulfan 1 µg/l	59
Gambar 4.4	Grafik Persen Degradasi Endosulfan 1 µg/l dan 10 µg/l	61
Gambar 4.5	Grafik Penentuan Dosis Optimum TiO ₂ Konsentrasi Endosulfan 10 µg/l	65
Gambar 4.6	Grafik Penentuan Dosis Optimum TiO ₂ Konsentrasi Endosulfan 1 µg/l	65
Gambar 4.7.	Grafik Persen Degradasi Endosulfan 1 µg/l dan 10 µg/l	66
Gambar 4.8.	Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan 1 µg/l dan 10 µg/l Sistem Batch Lampu UV + H ₂ O ₂	76
Gambar 4.9.	Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan 1 µg/l dan 10 µg/l Sistem Batch Lampu UV + TiO ₂	79

Gambar 4.10. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Batch Lampu UV + H_2O_2 + TiO_2	82
Gambar 4.11. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel 10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Batch Lampu UV + H_2O_2 + TiO_2 Penentuan Lama Penyinaran Optimum.....	85
Gambar 4.12. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pad Sampel Aquades 1 $\mu\text{g/l}$ dan Air Tambak 1-10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Kontinyu Lampu UV + H_2O_2 + TiO_2	88
Gambar 4.13. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$ pada Sistem Batch Sinar UV Matahari + H_2O_2 + TiO_2	92
Gambar 4.14. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel 10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Batch Sinar UV Matahari + H_2O_2 + TiO_2 Penentuan Lama Penyinaran Optimum.....	94
Gambar 4.15. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pad Sampel Aquades 1 $\mu\text{g/l}$ dan Air Tambak 1-10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Kontinyu Sinar UV Matahari + H_2O_2 + TiO_2	98

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1. Perhitungan Konsentrasi Endosulfan dan Analisa Statistik Data ..L1 - 1
Lampiran 2. Baku Mutu Air Laut Untuk Biota LautL2 - 1
Lampiran 3. Foto Dokumentasi Pelaksanaan Penelitian.....L3 - 1



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. LATAR BELAKANG

Di negara-negara berkembang khususnya Indonesia masih dijumpai penggunaan bahan kimia sintetis berupa pestisida untuk menurunkan dan mengatur populasi hama pengganggu. Akan tetapi penggunaan yang tidak terkontrol dapat menimbulkan dampak ekologis yang sangat merugikan. Senyawa organik *non-biodegradable* yang menjadi bahan aktif pestisida ini cukup beracun dan dapat mempengaruhi seluruh kelompok taksonomi biota, termasuk makhluk bukan sasaran, sampai batas tertentu bergantung pada faktor fisiologis dan ekologis biota itu sendiri.

Biasanya saat dilakukan penyemprotan pestisida ke sekitar obyek, secara tidak langsung terjadi pemindahan sejumlah besar pestisida ke dalam zona bukan sasaran, yaitu ekosistem alamiah. Butiran pestisida tersebut dapat terbawa oleh angin ke tempat lain yang tidak diinginkan, seperti air, tanah, dan udara. Salah satu jenis pestisida yang sangat beracun, dapat larut dalam air, sangat persisten di lingkungan dan dapat terakumulasi dalam makanan adalah kelompok organoklorin yang salah satu bahan aktifnya berupa endosulfan.

Dalam Amalia (2002), disebutkan bahwa pencemaran pestisida pernah terjadi di daerah Desa Sukapura, kecamatan Kertasari, Bandung akibat penggunaan pestisida sebesar 30 L – 100 L/bulan, yang berpengaruh pada hasil pertanian, air irigasi, air permukaan dan air sumur gali. Hasil penelitian lain menunjukkan bahwa telah ditemukan pencemaran akibat adanya kandungan residu endosulfan pada air tambak udang di Kelurahan Keputih, Surabaya sebesar 0.0051 dan 0.0094 ppm.

Konsentrasi tersebut sudah melampaui batas aman hidup ikan yaitu 0.00009 ppm (Masrullita, 2005). Residu pestisida dapat digolongkan sebagai polutan atau kontaminan jika masuk pada organisme atau lingkungan bukan sasaran, baik secara sengaja maupun tidak (Lasut, 2000).

Kandungan senyawa kimia endosulfan dalam pestisida sangat efektif untuk memberantas hama/serangga pembawa penyakit, tetapi penggunaannya harus tepat dan terkendali. Residu endosulfan yang terdapat dalam air akibat tidak terkontrolnya penggunaan pestisida dapat mempengaruhi ekosistem perairan, akibatnya banyak ikan-ikan serta hewan lainnya yang mengalami kematian. Efek samping pestisida sangat bervariasi, ada yang dapat menyebabkan kematian secara langsung, atau jika tetap hidup akan mempengaruhi pertumbuhan, tingkah laku, reproduksi, resistensi, perubahan biokimia, fungsi fisiologi, kerusakan jaringan tubuh serta patologinya.

Salah satu alternatif pengolahan kontaminan pestisida dalam air adalah melalui penerapan teknologi *Advanced Oxidation Processes* (AOP/proses oksidasi lanjut) fotokimia. Pada dasarnya Proses Oksidasi Lanjut (AOP) merupakan proses pengolahan air yang melibatkan proses mineralisasi kontaminan (Crittenden, 1999) dan pembentukan radikal kimia reaktif yang besar, terutama radikal hidroksil (OH°) dari radiasi sinar ultraviolet (Gottschalk, 2000). Sinar ultraviolet (UV) dapat diambil dari sinar matahari ataupun lampu gas merkuri.

Beberapa penelitian proses oksidasi lanjut fotokimia telah dilakukan dalam degradasi senyawa organik *non-biodegradable*, seperti bahan pewarna tekstil (Wahyudi, 2002), surfaktan (Dermawan, 2000) dan senyawa organik yang cukup persisten seperti pestisida (Devipriya, 2004).

Berdasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Masrullita (2005), mengenai pencemaran air tambak oleh kandungan endosulfan, maka pada penelitian ini akan dilakukan penerapan proses AOP untuk mendegradasi kontaminan endosulfan pada air tambak agar nantinya tidak berbahaya bagi lingkungan perairan dan mengacu pada Kepmen LH no. 51 tahun 2004 mengenai baku mutu air laut untuk biota laut. Selain itu juga akan dilakukan perbandingan keefektifan sumber radiasi sinar UV (ultraviolet) dari lampu gas merkuri dan dari sinar matahari dalam mendegradasi kontaminan.

1.2. PERUMUSAN MASALAH

Berdasarkan latar belakang tersebut diatas, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan yaitu bagaimana keefektifan teknologi AOP fotokimia terhadap upaya pemecahan kontaminan pestisida endosulfan dalam air dan bagaimana efektifitas proses tersebut bila diaplikasikan dengan menggunakan sumber sinar ultraviolet dari sinar matahari.

1.3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji efektifitas teknologi proses oksidasi fotokimia dalam pemecahan kontaminan endosulfan berdasarkan variasi kontaminan endosulfan, sumber radiasi UV, serta penambahan fotokatalis TiO_2 dan oksidator H_2O_2 tersebut secara batch maupun kontinyu dengan melakukan hal-hal sebagai berikut:

-
1. Menentukan dosis optimum H_2O_2 dan TiO_2 , kombinasi proses optimum, dan lama penyinaran sinar UV optimum melalui penelitian pendahuluan dan penelitian batch dalam pemecahan endosulfan tersebut.
 2. Mengkaji penerapan proses fotokimia tersebut dengan sistem kontinyu baik dari sampel aquades maupun sampel air tambak pada penyinaran lampu UV ataupun penyinaran UV matahari.
 3. Mengkaji produk utama pemecahan senyawa endosulfan sebagai hasil proses oksidasi fotokimia.

Dengan mengetahui sejauh mana keefektifan dari teknologi proses oksidasi fotokimia untuk pemecahan kontaminan pestisida dalam air, maka diharapkan dapat memberikan saran dan rekomendasi kepada pihak yang terkait mengenai penerapan teknologi (scale-up) ini sebagai salah satu alternatif pengolahan air terkontaminasi pestisida endosulfan dalam upaya pengelolaan lingkungan.

1.4. RUANG LINGKUP PENELITIAN

Adapun ruang lingkup dari penelitian ini adalah:

1. Penelitian dilakukan dalam skala laboratorium.
2. Penelitian menggunakan limbah buatan dan sampel air tambak yang mengandung kontaminan pestisida endosulfan dan dikondisikan sebagai residu dalam air.
3. Parameter efektifitas proses yang diukur adalah penurunan konsentrasi endosulfan (persen degradasi) dengan parameter pendukung yaitu pH proses, suhu, dan hasil pemecahan berupa senyawa endosulfan sulfat dan endosulfan diol.

-
4. Pengukuran parameter dilakukan pada menit 90, 180, 270, dan 360 selama proses berlangsung (sistem batch), sedangkan pada waktu optimum (sistem kontinyu).
 5. Kondisi proses yang digunakan adalah kondisi optimum hasil penelitian pendahuluan, meliputi: dosis oksidan H_2O_2 dan katalis TiO_2 optimum serta kedalaman air optimum.
 6. Variabel penelitian:
 - a. Kontaminan endosulfan: $1 \mu g/l$, $10 \mu g/l$
 - b. Sumber Radiasi UV : Lampu UV (15 watt), penyinaran matahari langsung
 - c. Kombinasi proses : UV + H_2O_2 , UV + TiO_2 , UV + TiO_2 + H_2O_2
 - d. Sumber Limbah : Endosulfan + aquades; endosulfan + air tambak
 7. Sebagai kajian aplikasi proses di lapangan, variasi penyinaran matahari dilakukan setelah didapatkan kombinasi proses optimum dan penggunaan air tambak pada sistem kontinyu setelah didapatkan waktu penyinaran optimum.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. PESTISIDA

Pestisida merupakan substansi kimia yang umum digunakan sebagai pengontrol organisme yang tidak diinginkan (Lasut, 2000). Sedangkan menurut PP No. 7 tahun 1973, pengertian pestisida secara harfiah berarti membunuh hama, sehingga batasan pestisida adalah semua zat kimia dan bahan lain serta jasad renik atau virus yang digunakan untuk memberantas atau mencegah hama dan penyakit termasuk organisme pengganggu tanaman, bagian-bagian tanaman beserta hasil produksi pertanian (Masrullita, 2005).

Ditinjau dari susunan kimiawinya, pestisida dapat digolongkan menjadi tiga kelompok, yaitu kelompok organoklorin, organofosfat dan karbamat. Pestisida yang umum adalah senyawa hidrokarbon terklorinasi, atau organoklor, serta senyawa-senyawa organofosfor. Kelompok organoklorin adalah kelompok pestisida yang mengandung gugusan hidrokarbon dan klorin, yang dapat menyebabkan organisme sasaran menjadi resisten, berakumulasi di dalam makanan dan non selektif. Selain itu juga dapat membioakumulasi dalam individu makhluk hidup dan membiomagnifikasi dalam rantai makanan. Organoklorin bersifat sangat toksik, memiliki kelarutan dalam air dan cukup persisten dalam lingkungan. Waktu paruh sebagian besar organoklor berkisar antara beberapa tahun hingga lebih dari 10 tahun. Aktifitasnya menghambat sistem syaraf pusat dengan gejala-gejala tremor dan konvulsi.

Kelompok organofosfat adalah kelompok pestisida yang mengandung gugusan hidrokarbon dan fosfat, yang dapat menyebabkan terjadinya gangguan pada tractus genitalis berbagai jenis burung, serta sifat-sifat lain yang menyerupai organoklorin. Sifat umumnya berbeda secara nyata dari hidrokarbon terklorinasi dalam hal persistensi yang terbatas dalam lingkungan alamiah, larut dalam air, tak mengalami bioakumulasi dan biomagnifikasi dalam rantai makanan.

Kelompok karbamat adalah kelompok pestisida yang tidak berspektrum luas, menunjukkan pola toksisitas selektif terhadap serangga. Toksisitasnya terhadap hewan berdarah panas rendah, stabilitasnya pendek. Contohnya antara lain Carbamyl dan Zectran. Dibandingkan dengan kedua kelompok sebelumnya pestisida ini memiliki toksisitas yang relatif lebih rendah (Connel dan Miller, 1995).

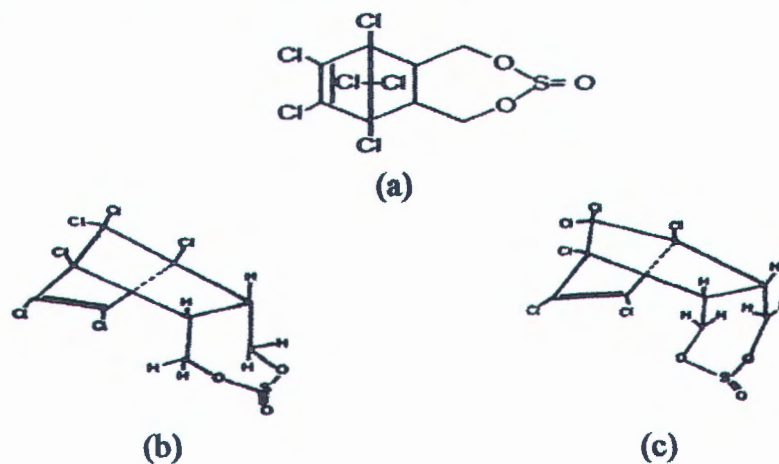
2.1.1. SENYAWA ENDOSULFAN

Endosulfan merupakan salah satu bahan aktif insektisida golongan hidrokarbon berklor yang diizinkan beredar dan diperdagangkan di Indonesia. Namun demikian, penggunaannya masih harus dikendalikan dan dibawah pengawasan agar tidak terjadi pemaparan berlebihan ke lingkungan. Beberapa macam merk dan formulasi insektisida yang mengandung endosulfan, antara lain:

1. Dekasulfan 350 EC, dengan bahan aktif endosulfan berkadar 350 g/l, izin dipegang oleh PT. Kalatham Corp.
2. Sevidan 70 WP dengan bahan aktif 70% endosulfan dan 30% karbaril, izin dipegang oleh PT. Agrocarp Indonesia
3. Thiodan 35 EC mengandung endosulfan 352 g/l, oleh PT. Agro Pratama

(Masrullita, 2005).

Insektisida berbahan aktif endosulfan yang masih dapat beredar sampai sekarang ini, menurut SK Mentan No. 949/Kpts/TP.270/12/98, adalah Indodan 350 EC, mengandung 353,59 gr/l, izin oleh PT. Gama Agung Abadi. Dari definisi endosulfan, senyawa ini merupakan gabungan dari Endrin dan Sulfonat. Rumus kimianya $C_9H_6Cl_6O_3S$, mempunyai nama menurut IUPAC 6,7,8,9,10,10-hexachloro-1,5,5a,6,9,9a-hexahydro-6,9-methano-2,4,3-benzodioxathiepine-3-oxide, dengan rumus struktur seperti pada Gambar 2.1. sebagai berikut:



Gambar 2.1. Senyawa Endosulfan dan Isomernya
 (a) rumus struktur endosulfan (b) α -endosulfan (c) β -endosulfan

Substansi endosulfan murni berbentuk kristal tidak berwarna, sedangkan endosulfan sintetis berbentuk kristal berwarna coklat dan sedikit berbau sulfur dioksida yang terdiri dari isomer α dan β . Endosulfan yang diperdagangkan adalah campuran dari isomer α -endosulfan dan β -endosulfan dengan rasio antara 2:1 hingga 7:3, komposisinya mengandung 94% α -endosulfan dan β -endosulfan dan senyawa lain seperti endosulfan alkohol, endosulfan ether and endosulfan sulfate (Usha S. and Harikrishnan V. R., 2005 dan German Federal Environment Agency, 2004).

Endosulfan memiliki kelarutan dalam air 0.32 mg/l pada suhu 22°C dan larut dalam hampir semua pelarut organik. Berat molekulnya 406.96 dan memiliki tekanan uap sebesar 1200 mPa pada suhu 80°C. serta titik lebur 70-100°C (The Pesticide Manual: A World Compendium, 1983).

Berdasarkan pada unsur pembentuknya, endosulfan terdiri atas campuran 2 isomer aktif yang berbeda dalam kimia-fisik dan sifatnya. Endosulfan tergolong senyawa yang persisten dan komponennya semivolatile. Produk utama dari transformasi endosulfan adalah endosulfan diol (hidrolisis) dan endosulfan sulfat (metabolisme tanah). Perkiraan waktu setengah dari gabungan residu dua unsur beracun (endosulfan ditambah endosulfan sulfat) berkisar antara 9 bulan sampai 6 tahun (U. S. Environmental Protection Agency, 2001).

2.1.2. POLA PENYEBARAN

Endosulfan tergolong senyawa yang sulit diuraikan, dan dapat bertahan lama hingga terserap ke air tanah maupun air permukaan. Endosulfan dapat mengkontaminasi air permukaan melalui penyemprotan pestisida dan transport run-off. Sebagai tambahan, endosulfan dapat berpindah ke target lain melalui transport alam (seperti adanya penyebaran, maupun terbawa angin bersama partikel debu, atau bahkan kombinasi dari keduanya). Di dalam air, senyawa endosulfan ini cenderung dapat terserap ke dalam tubuh tanaman atau sedimen.

Berdasarkan studi dari laboratorium lingkungan, disimpulkan bahwa endosulfan tergolong senyawa yang sangat persisten dan dapat terus berada pada lingkungan dalam waktu yang sangat lama, terutama media yang pH-nya asam. Endosulfan dapat berpindah melalui run-off ataupun aliran air, penyerapan ke dalam

tanah melalui erosi, penguapan dan/atau penyebaran bersama partikel debu di udara (U. S. Environmental Protection Agency, 2001).

Dalam Novizan (2002), disebutkan bahwa setelah pestisida seperti endosulfan dilepaskan, maka kemungkinan pertama yang terjadi adalah pengaruh angin yang dapat menyebabkan perpindahannya ke daerah yang tidak diharapkan. Kemungkinan lain yang terjadi adalah:

- a. *Run-off* atau aliran permukaan. Butiran pestisida yang terlepas akan jatuh ke permukaan tanah dan saat hujan akan terbawa ke lapisan tanah dan berpotensi mencemari lingkungan tanah, air tanah atau air permukaan.
- b. Penguapan, perubahan bentuk cair pestisida menjadi gas dan hilang di atmosfer.
- c. Fotodekomposisi, penguraiannya menjadi bentuk tidak aktif karena pengaruh cahaya.
- d. Reaksi kimia, perubahan molekul pestisida menjadi bentuk tidak aktif.
- e. Perombakan oleh mikroorganisme tanah, degradasi mikrobiologis umumnya memberikan hasil akhir berupa energi, biomassa, dan mineral. Dalam kondisi anarobik (tidak adanya O₂), mikroorganisme memfasilitasi penyisihan atom klorin dan menggantinya dengan atom hidrogen yang melibatkan penambahan elektron dalam molekul. Senyawa aromatik pada umumnya sulit mengalami degradasi mikrobiologis karena dengan inti benzena memiliki kestabilan termodinamik. Reaksi yang terjadi:



Hidrosfer merupakan suatu tempat penampungan utama bagi residu pestisida yang persisten. Pestisida masuk ke dalam hidrosfer melalui banyak jalur termasuk: pemakaian langsung untuk pengatur pembawa hama, buangan air limbah kota dan

industri, aliran dari tanah persawahan atau tambak, penimbunan aerosol dan partikulat, serta penyerapan dari fase uap pada antar fase udara-air.

Residu pestisida cenderung bergabung dengan partikulat kecil dalam kolom air dan sedimen. Pengeluaran pestisida dari hidrosfer dapat terjadi dengan cara volatilisasi, penyerapan oleh makhluk perairan, dan pengendapan partikel di mana pestisida terserap. Sekali berada dalam sedimen, suatu pestisida dapat dilepaskan ulang ke dalam air, diserap makhluk hidup, berubah bentuk atau didegradasi oleh mikroorganisme atau terkubur secara permanen (Connel dan Miller, 1995).

Tingkat penguapan endosulfan berkisar antara 10^{-6} sampai 10^{-7} mmHg. Konstanta Henry untuk endosulfan adalah 10^{-3} α - endosulfan sampai 10^{-4} β -endosulfan (U. S. Environmental Protection Agency, 2001).

2.1.3. PENGARUH TOKSIK PADA MAKHLUK

Pengambilan pestisida oleh hewan dapat terjadi secara langsung dari lingkungan fisik atau dari penyerapan gastrointestinal. Untuk makhluk hidup perairan, proses masuknya pestisida dapat disebabkan oleh konsumsi makanan yang tercemar organoklor, pengambilan dari air tercemar melewati insang, difusi kutikular, dan penyerapan langsung dari sedimen. Pestisida tersebut disebarkan ke organ dan jaringan tubuh melalui sistem peredaran. Senyawaan lipofilik atau hidrofobik ($\log k_{ow} \sim 3.98$) seperti pestisida organoklor, cenderung mengikat secara reversibel pada protein plasma, sebagai mekanisme pengangkutan internal dan mudah disimpan dalam lemak sehingga terjadi proses bioakumulasi (Djojoseumarto, 2000).

Memang penggunaan pestisida bertujuan untuk mengendalikan hama, namun bila penggunaannya tidak tepat sasaran maka pada biota air misal ikan yang tidak tahan terhadap bahan organik tersebut akan mengalami kematian, dan pada ikan yang resisten akan mengakumulasi bahan organik tersebut. Hal ini justru akan merugikan apabila ikan tersebut sampai dikonsumsi oleh manusia. Begitu pula akibatnya jika residu pestisida ini terserap dan terakumulasi pada tanaman.

Insektisida organoklorin dalam hal ini endosulfan mampu memberikan pengaruh terhadap sistem saraf pusat dan bekerja menghambat enzim Asetilkolinesterase (AChE). Selain itu juga mengganggu keseimbangan natrium (Na) dan potasium (K) dalam neuron di saraf dan menyebabkan sistem saraf tidak stabil serta otot kejang (Lasut, 2000). Hal ini menunjukkan aktifitas kerja insektisida organoklorin terhadap sistem saraf. Selain itu, pestisida jenis ini bersifat akut, dapat terakumulasi dalam lemak dan dapat termagnifikasi dalam rantai makanan (Sastroutomo 1992 dalam Lasut, 2000).

Suatu studi menyatakan bahwa α -endosulfan adalah materi endosulfan yang paling toksik terutama pada organisme air bukan sasaran yaitu berkisar antara 1.3 dan 6.6 kali lebih toksik dari β -endosulfan masing-masing pada *Daphnia* dan ikan salmon. Sedangkan endosulfan sintetis (kombinasi α dan β -endosulfan) mencapai 1.8 dan 4.7 kali lebih toksik dari β -endosulfan masing-masing pada *Daphnia* dan ikan salmon (Wan, M.T. et al, 2005).

Untuk mengevaluasi pengaruh potensial dari organisme bukan-target akibat penggunaan endosulfan digunakan Risk Quotients (RQs), yang dapat dikalkulasi dari rasio perkiraan konsentrasi lingkungan dan nilai ekotoksikologinya. Kemudian RQs digabungkan dengan Level of Concerns (LOCs) yang digunakan oleh OPP untuk

mengindikasikan resiko potensial pada organisme bukan-target (U. S. Environmental Protection Agency, 2001).

2.1.4 DEGRADASI SENYAWA ENDOSULFAN

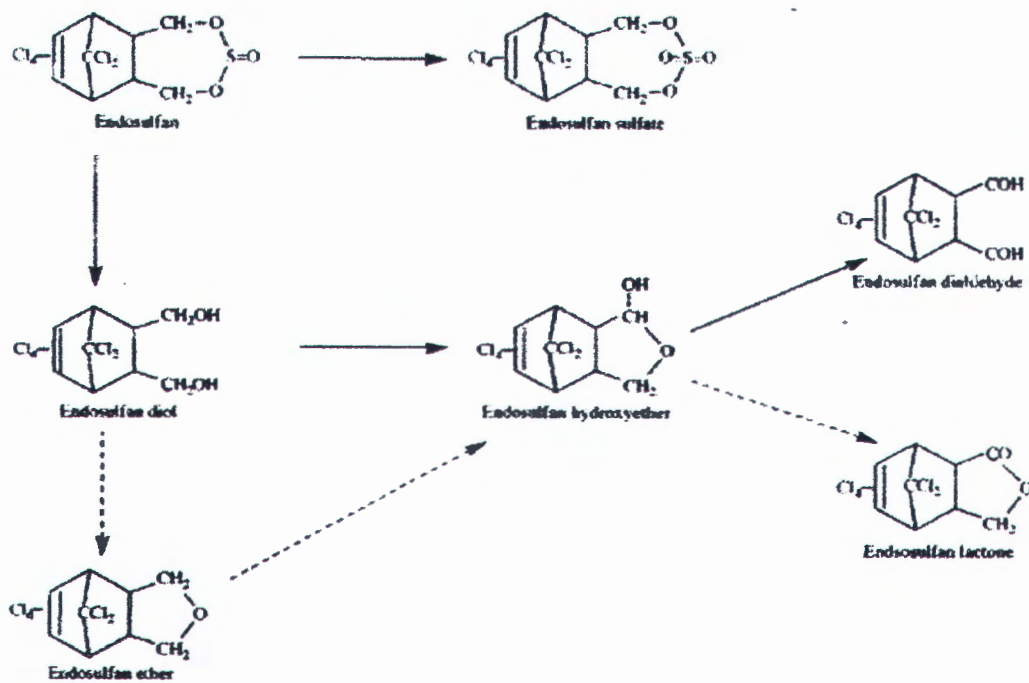
Tingkat hidrolisis endosulfan tergantung pada pH. Dua isomer pembentuknya stabil pada pH 5. Endosulfan dapat terurai pada kisaran pH 7 dengan waktu setengah ($t_{1/2}$) selama 19 hari untuk α - endosulfan dan 11 hari untuk β -endosulfan, sedangkan pada kisaran pH 9 waktu setengah ($t_{1/2}$) nya berkisar antara 4 dan 6 jam. Selain bergantung pada pH, tingkat hidrolisis dipengaruhi pula oleh suhu yang tinggi ($30^{\circ} - 25^{\circ} \text{C}$) (U. S. Environmental Protection Agency, 2001).

Senyawa Endosulfan dapat dipecah melalui proses biotik dan abiotik. Pemecahan ikatan rantainya melalui mekanisme proses fotolisis, hidrolisis, dan biodegradasi. Produk utama pemecahannya dalam air berupa endosulfan diol melalui proses hidrolisis dan endosulfan sulfat (Usha S. and Harikrishnan V. R., 2005).

Oksidasi dan hidrolisis yang dilakukan dengan mengikutsertakan sinar ultraviolet ataupun melalui proses biologis akan dapat mentransformasi kedua bentuk isomer (α dan β -endosulfan) menjadi bentuk endosulfan diol. Endosulfan sulfat adalah produk transformasi utama untuk kedua isomer tersebut yang dihasilkan dari proses biotransformasi secara aerobik. Selain itu juga terdapat produk degradasi endosulfan, yaitu: endosulfan eter, endosulfan α -hidroksi eter, dan endosulfan lactone (Wan, M.T. et al, 2005).

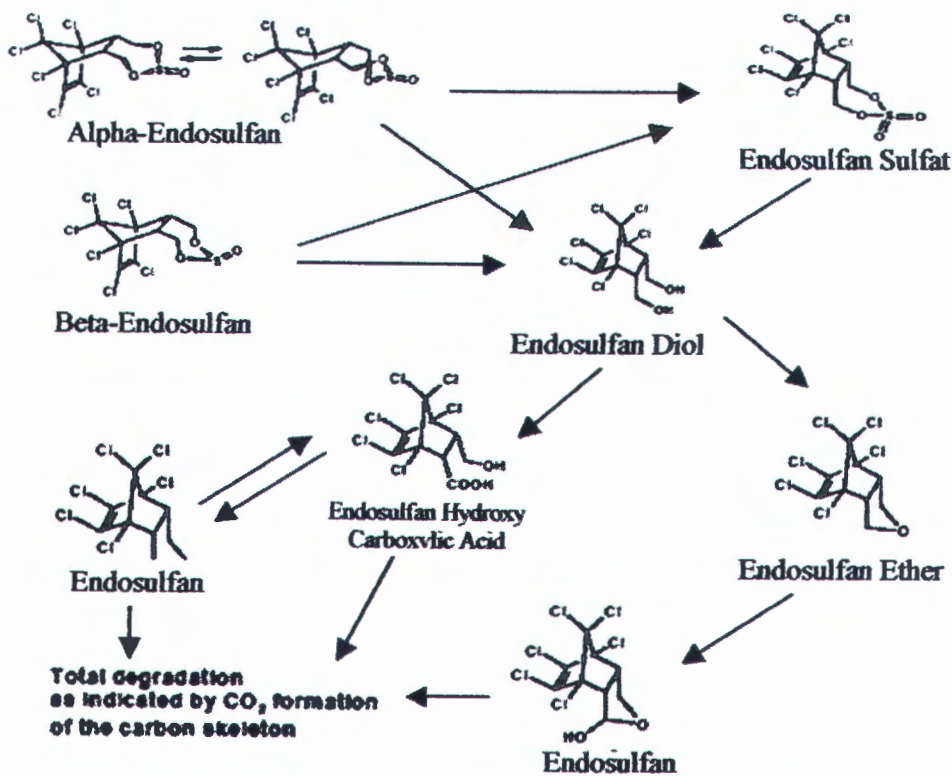
Menurut Kullman and Matsumura (1996), proses biodegradasi endosulfan berdasarkan proses metabolisme oleh *Phanerochaete chrysosporium* akan menghasilkan produk seperti pada Gambar 2.2. berikut. Garis panah lurus

menandakan produk utama metabolisme, sedangkan garis panah putus-putus menandakan produk samping. Terdapat dua proses dimana oksidasi akan menghasilkan endosulfan sulfat, sedangkan proses hidrolisis akan menghasilkan endosulfan diol. Hasil akhir biodegradasi senyawa endosulfan ini hingga terbentuknya senyawa endosulfan dialdehyde atau endosulfan lactone.



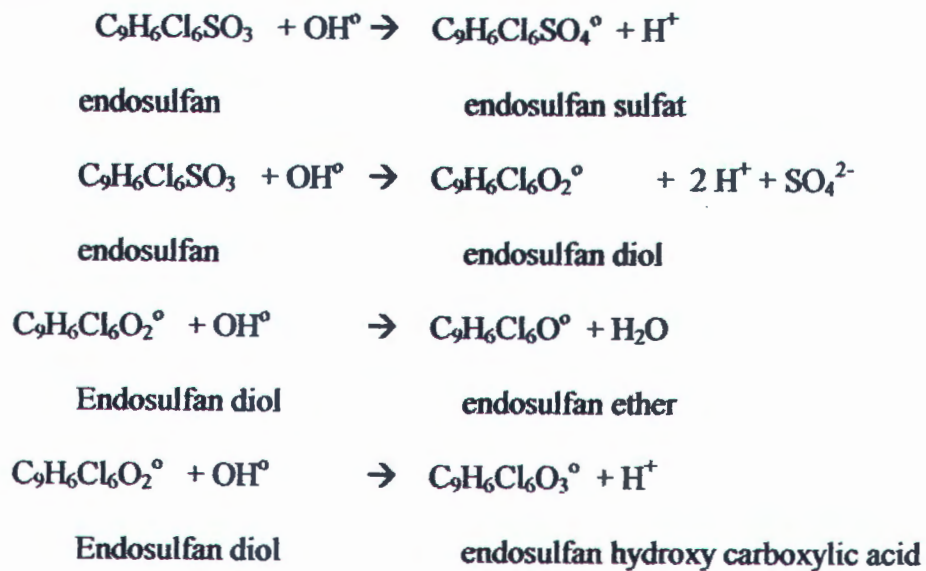
Gambar 2.2. Mekanisme Biodegradasi Senyawa Endosulfan

Selanjutnya pada penelitian ini digunakan acuan mekanisme degradasi senyawa endosulfan seperti pada **Gambar 2.3.** dimana senyawa endosulfan yang terkandung dalam air atau tanah dapat terdegradasi melalui beberapa proses alamiah (German Federal Environment Agency, 2004) sebagai berikut:



Gambar 2.3. Rangkaian Proses Penguraian Senyawa Endosulfan

Mekanisme oksidasi senyawa endosulfan melibatkan reaksi diantaranya adalah sebagai berikut:



2.2. PROSES OKSIDASI LANJUT (ADVANCED OXIDATION PROCESS-AOP)

Proses Oksidasi Lanjut (AOP) merupakan proses pengolahan air dengan melibatkan pembentukan radikal kimia reaktif yang besar, terutama radikal hidroksil (OH^\bullet). Proses ini dapat menjadi cara alternatif untuk mempercepat reaksi pembentukan radikal tersebut, sehingga akan mampu mempercepat penyisihan kontaminan organik (Gottschalk, 2000).

AOP dapat terbagi menjadi dua kelompok, yaitu AOP dengan proses oksidasi UV dan AOP tanpa oksidasi UV. AOP dengan proses oksidasi UV ini meliputi $\text{UV}/\text{H}_2\text{O}_2$, UV/O_3 , $\text{UV}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{O}_3$, reagen fenton dan UV/TiO_2 . Sedangkan AOP tanpa proses oksidasi UV meliputi sonochemical dan proses penyinaran elektron. Pada umumnya, AOP dengan proses oksidasi UV ini lebih sering digunakan daripada AOP tanpa proses oksidasi UV (Centeno, C.R., Abella L.C., Gallardo, S.M., 2003).

Dalam Bolton (1995) disebutkan tentang beberapa jenis AOP yang telah dikenal, yaitu:

- Hidroksil radikal termasuk radiasi sinar ultraviolet
- Radiasi langsung terhadap kontaminan atau *photolytic oxidation* dengan mediasi hydrogen peroksida (H_2O_2), dan/atau ozon (UV/O_3), *photocatalyst heterogenous*
- Menggunakan katalis semikonduktor (UV/TiO_2), radiasi cahaya elektron
- Aliran air superkritis (*supercritical water*) dengan mengkondisikan senyawa organik terlarut dalam air tersebut pada suhu dan tekanan diatas titik kritisnya, yaitu diatas 374°C dan 218 atm sehingga material organik lebih mudah teroksidasi oleh sejumlah O_2 yang lebih banyak terlarut.

Kemudian dengan hadirnya ion OH^\ominus yang reaktif tersebut akan mengikatkan diri dengan rantai senyawa organik dan terjadi proses oksidasi melalui ekstraksi atom hidrogen sehingga terdapat penambahan atom pada rantai ikatan dan ekstraksi elektron dari anionnya.

Reaksi senyawa organik dengan air (H_2O) atau ion hidroksida (OH^\ominus) akan membentuk suatu ikatan rantai baru, dalam hal ini terbentuk produk transformasi endosulfan berupa endosulfan diol. Produk dari reaksi hidrolisis ini biasanya lebih ramah lingkungan daripada bentuk senyawa induk endosulfan. Hal ini karena produk hidrolisis membentuk senyawa yang lebih polar dan semakin berkurang sifat hidrofobiknya (Hengpraprom S, 1998).

Proses hidrolisis tersebut sangat bergantung pada pH dan temperatur dimana pada pH diatas 7, waktu paruh endosulfan dapat mencapai kurang dari 1 hari. Sedangkan pada pH dibawah 7, waktu paruh endosulfan dapat mencapai lebih dari 20 hari (German Federal Environment Agency, 2004).

Pada prinsipnya penggunaan AOP ini juga memiliki kendala dalam pengoperasiannya, seperti pengembangan, optimalisasi reaktor, dan evaluasi dari kemampuan proses untuk mengolah bahan organik yang bermacam-macam tanpa menggunakan proses biologis (Centeno, C.R., Abella L.C., Gallardo, S.M., 2003).

2.3. SINAR ULTRAVIOLET (UV)

Emisi spektrum elektromagnetik yang dipancarkan matahari dibedakan menjadi dua jenis utama berdasar panjang gelombangnya, yaitu radiasi ionisasi (sinar-X dan gamma) dan radiasi non ionisasi (ultraviolet, cahaya tampak, infra

merah, dll.). Jenis spektrum ultraviolet mencapai permukaan bumi berada antara sinar X dan cahaya tampak.

Energi matahari dipancarkan ke bumi dalam berbagai macam bentuk gelombang elektromagnetis, mulai dari gelombang radio, gelombang sinar inframerah ($\lambda > 700$ nm), gelombang sinar tampak (400-700 nm), dan gelombang sinar ultraviolet ($\lambda < 400$ nm). Namun, lebih dari 99% radiasi yang dipancarkan adalah pada kisaran panjang gelombang 0.276-4.96 μ m. Dari penelitian terdahulu, di negara Indonesia intensitas sinar matahari tertinggi yang diterima adalah pada siang hari pukul 10.00 sampai 14.00, dan pada kisaran waktu tersebut intensitas sinar matahari dianggap tetap, karena perbedaan intensitas sinarnya relatif kecil (Mediawati, 2005).

Radiasi ultraviolet memiliki panjang gelombang antara 100 – 400 nm yang dapat bersumber dari sinar bola lampu, bintang dan beberapa benda yang memancarkan radiasi. Panjang gelombang tersebut terbagi menjadi 4 kelompok, yaitu Vacuum UV (100-180 nm), UV-C (180-280 nm), UV-B (280-315 nm) dan UV-A (315-400 nm).

Lama penyinaran dan jarak antara sumber sinar UV dengan kontaminan akan sangat berpengaruh terhadap efisiensi dan efektifitas proses fotokimia. Menurut hasil penelitian Wahyudi (2002), lama waktu oksidasi dapat mencapai 3 jam untuk removal sebesar 97.12 % pada penurunan intensitas warna bahan pewarna tekstil reaktif dan jarak antara sumber UV 10 cm. Sedangkan lama penyinaran optimum untuk penyisihan ion tembaga (Cu) 20 ppm adalah 60 menit dengan removal sebesar 81.44 %. Luas bidang penyinaran semakin besar akan memberikan penyisihan maksimal, begitu pula dengan ketinggian air semakin kecil juga akan memberikan

penyisihan maksimal. Daya lampu yang semakin tinggi, juga akan mampu memberikan penurunan konsentrasi kontaminan lebih besar pula.

Fotolisis dari pestisida cukup penting dalam hal mengurangi pengaruh karakteristik toksikologinya terhadap lingkungan. Kenyataan bahwa radiasi ultraviolet dapat menyebabkan perubahan struktur kimia dari pestisida terklorinasi telah terbukti (Henderson, 1968 dalam Archer, 1972). Sebelumnya melalui penyinaran matahari secara alamiah telah memberikan pengaruh degradasi pestisida dieldrin hingga mencapai beberapa bulan.

Suatu studi telah dilakukan dalam hal penyinaran ultraviolet terhadap endosulfan dalam bentuk terlarut dalam organik dimana dihasilkan endosulfan diol sebagai produk utama dan beberapa produk samping. Endosulfan sulfat tidak dihasilkan dalam hasil radiasi tersebut dan bahkan dalam penyinaran ultraviolet terhadap endosulfan sulfat itu sendiri tidak terdeteksi produk pemecahannya (Archer, 1972). Transformasi endosulfan dalam melalui proses fotokimia tidak akan dapat berkontribusi apapun dalam pemecahan rantainya selama tidak ada radiasi sinar yang dapat terserap oleh senyawa tersebut.

Berdasarkan studi yang dilakukan oleh Matthews (1992) pada musim panas dengan suhu 34⁰ C, didapatkan hasil bahwa degradasi fenol dengan TiO₂ dan radiasi sinar matahari, lebih cepat daripada degradasi dengan menggunakan radiasi lampu UV 100 W. Degradasi fenol dengan menggunakan sinar matahari dapat mencapai 99% dalam waktu 80 menit radiasi. Sedangkan jika menggunakan lampu UV 100 W, degradasinya mencapai 90% dalam waktu 55 menit radiasi. Hal ini berarti terjadi perbandingan sekitar 1,7 kali lebih kecil antara radiasi sinar matahari dengan lampu UV (Alfano et al., 2000).

2.4. HIDROGEN PEROKSIDA (H₂O₂)

Diantara beberapa oksidan yang dominan dipakai dalam proses fotokimia, seperti O₃, O₂, dan F₂, oksidan H₂O₂ lebih banyak digunakan dengan alasan komersial serta mudah didapatkan. H₂O₂ sebelumnya dikenal sebagai oksidan efektif hanya untuk beberapa senyawa seperti fenol dan sianida. Kombinasinya dengan UV dan senyawa Fe₂O₃ (reaksi Fenton) telah memberikan hasil baik dalam teknologi purifikasi air. Dalam perkembangannya, H₂O₂ juga dipakai untuk meningkatkan oksidasi dari polutan organik dengan mediasi TiO₂. Penambahan sejumlah kecil H₂O₂ dapat meningkatkan laju pembentukan radikal hidroksil (OH[°]), seperti pada reaksi berikut (Doong, 1997):



Semakin besar jumlah oksidan H₂O₂, maka semakin besar penurunan konsentrasi kontaminan, namun menurut Wahyudi (2000), dosis optimum oksidan H₂O₂ dalam penyisihan konsentrasi warna adalah sebesar 50 mg/l. Sedangkan menurut Doong (1997), konsentrasi H₂O₂ yang diperlukan untuk menurunkan 10 ppm pestisida organofosfor sebesar 20 mg/l.

Secara fisik, H₂O₂ tidak berwarna, tidak berbau, berbentuk cair dengan rasa yang pahit, mempunyai tekanan uap yang relatif rendah dan titik didih yang tinggi yang dikarenakan oleh adanya ikatan hidrogen dalam molekul H₂O₂. H₂O₂ ini secara termal tidak stabil dan dapat terdekomposisi secara spontan pada entalpi yang besar.



H_2O_2 dapat bereaksi sebagai oksidan pada larutan asam atau alkali (HO_2^-). Secara termodinamik, H_2O_2 adalah oksidan yang baik dalam larutan asam daripada alkali.

Dalam suasana asam :



Dalam suasana basa :



Hal ini secara umum dapat diterima bahwa fotolisis H_2O_2 , dapat terjadi dari formasi 2 radikal OH per kuantum radiasi, sedangkan tingkat fotolisisnya dipengaruhi oleh pH (Laming et al., 1964 dalam Hung D.Q., 2002). Hal tersebut mungkin dipengaruhi oleh tingginya koefisien absorpsi molar (ϵ) dari anion peroksida pada panjang gelombang 253,7 nm (Glaze et al., 1987 dalam Hung D.Q., 2002). Disisi lain, H_2O_2 diketahui dapat terdekomposisi secara spontan dengan reaksi dismutasi tingkat tinggi pada nilai pH pKa-nya (Hung D.Q., 2002).



2.5. TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2)

Titanium dioksida (TiO_2) secara luas dipergunakan dalam reaksi fotokimia yang menyangkut reaksi dengan menggunakan sinar. Sebagai bahan semikonduktor, TiO_2 merupakan fotokatalis yang memiliki konduktivitas listrik diantara logam dan

isolator. Dengan panjang gelombang maksimum 410 nm dan memiliki batas energi mencapai 3 eV, TiO₂ hanya dapat dipakai dalam sistem heterogen.

Diantara beberapa bahan semikonduktor lainnya (ZnO, SnO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃), TiO₂ lebih dikenal sebagai semikonduktor yang paling sesuai penggunaannya dalam proses fotokatalitik. TiO₂ stabil pada kondisi apapun, mudah dalam penyiapannya, cukup komersial, dan memiliki beberapa bentuk dengan tingkat fotoaktifitas yang tinggi serta dapat mengabsorpsi spektrum dari sinar matahari sebagai sumber radiasi UV (Doong, 1997). Kelebihan lain dari penggunaan TiO₂ adalah sifatnya yang tidak toksik dalam air, tidak larut dalam air dan dapat dipergunakan kembali. Peningkatan reaksi setara dengan peningkatan intensitas yang diterima oleh permukaan TiO₂.

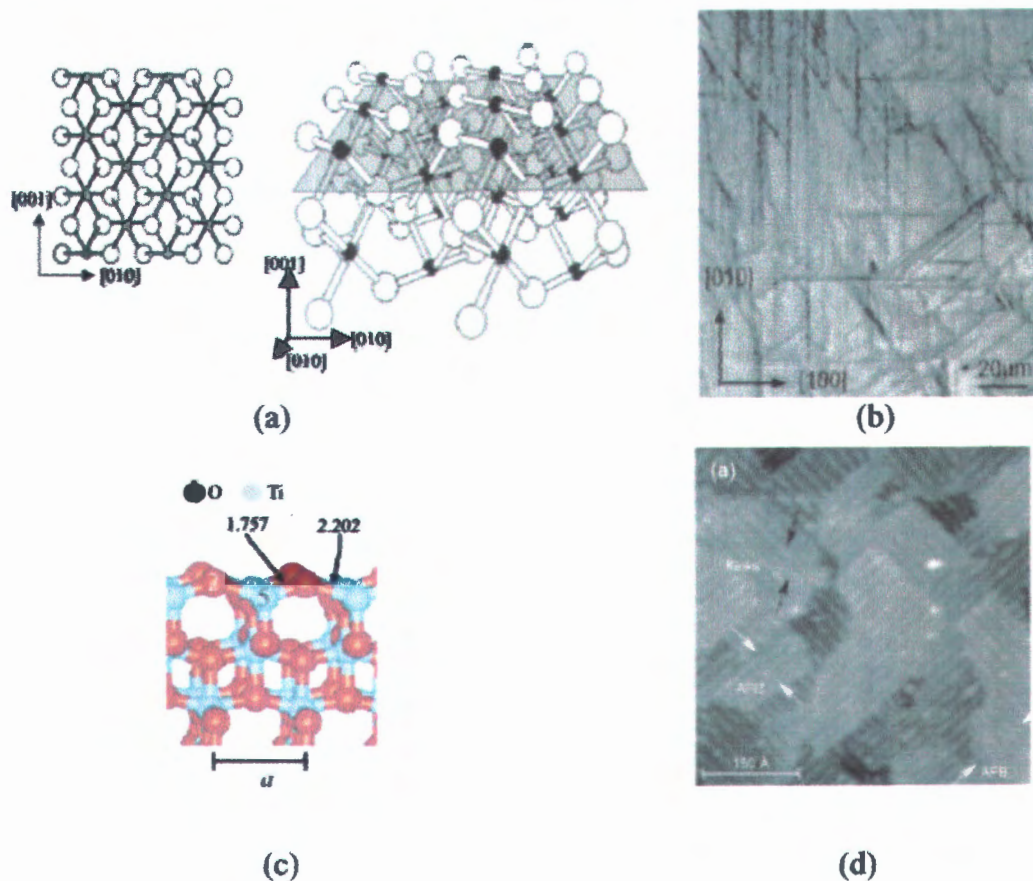
Fotokatalis ini teraktifkan bila energi foton yang diberikan oleh sinar matahari melebihi energi batasnya. Reaksi fotokimia terjadi bila adsorpsi oleh suatu molekul terhadap radiasi elektromagnetik sesuai dengan panjang gelombangnya. Fotokatalis yang telah aktif akan mendegradasi polutan, yaitu mereduksi atau mengoksidasi air yang teradsorpsi menjadi radikal-radikal aktif semisal hidroksil radikal. Berikut ini reaksi yang terjadi (Doong, 1997):



Berdasarkan penelitian Mediawati (2005) dosis optimum katalis TiO₂ adalah 1000 mg/l untuk menurunkan kandungan ion tembaga (Cu) 20 ppm dengan prosentase penurunan konsentrasi sebesar 80.87 %. Begitu pula menurut Doong (1997), dosis katalis TiO₂ yang diperlukan untuk fotodegradasi 10 ppm pestisida organofosfor adalah 1000 mg/l. Sedangkan menurut Kerzhentsev *et al* (1992), proses

fotokimia memerlukan 2500 mg/l TiO_2 dalam degradasi insektisida tetrachlorvinphos (TCVP). Bila dosis penambahan katalis ini terlalu sedikit, maka reaksi tidak berjalan efektif dan sebaliknya bila terlalu banyak akan mengganggu proses penyisihan kontaminan.

Pada dasarnya TiO_2 terbagi menjadi 2 (dua) jenis, yaitu rutil dan anatase. Biasanya bubuk titanium yang ada di pasaran merupakan campuran dari rutil dan anatase, perbandingannya kira-kira 80-90% anatase dan sedikit rutil. Tetapi untuk reaksi fotooksidasi O_2 , anatase lebih aktif daripada rutil. Anatase dan rutil berbeda dalam hal ukuran partikel dan *gas-sensing*. Pada Gambar 2.5 di bawah ini akan diperlihatkan mengenai permukaan TiO_2 jenis rutil dan anatase (Diebold, 2003).



Gambar 2.5. Permukaan TiO_2 , (a) Ikatan atom TiO_2 rutil; (b) TiO_2 rutil setelah dipanaskan pada temperatur yang tinggi (1300°C); (c) Ikatan atom TiO_2 anatase; (d) Permukaan TiO_2 anatase setelah dipanasi dan didinginkan perlahan-lahan

2.6. PRINSIP DASAR FOTOKIMIA

Reaksi fotokimia terjadi ketika molekul meningkat bentuknya dari tingkat dasar ke tingkat tinggi. Pada tingkat yang lebih tinggi, molekul dapat mengikuti berbagai macam alur reaksi. Karena itu, fotokimia menitikberatkan pada molekul yang tereksitasi secara elektronik dan perubahan yang mereka alami. Seperti spesies dapat diproduksi dari berbagai macam cara, tetapi umumnya digunakan metode untuk menghasilkan produk melalui absorpsi foton UV atau sinar matahari oleh molekul (Hung D. Q., 2002).

Fotokimia memerlukan suatu molekul yang mampu menyerap energi radiasi, biasanya dari sinar ultraviolet. Pengaktifan kromofor semacam itu merupakan akibat eksitasi suatu elektron berikatan menjadi suatu orbital molekul anti ikatan. Teori mengenai mekanika kuantum menggambarkan peralihan elektron yang lebih menguntungkan. Berbagai proses pelemahan atau relaksasi yang bersifat radiasi atau bukan radiasi memungkinkan molekul yang tereksitasi, kembali pada konfigurasi dasar. Bila semua proses ini melibatkan pembentukan dan pemutusan ikatan, maka terjadilah fotokimia.

Dalam fotokimia, energi dimasukkan melalui cahaya yang diserap oleh *kromofor* molekul dalam sistem. Energi ini mengalir keluar masuk sistem dalam bentuk tambahan energi diskret yang sangat kecil dengan ciri khusus, yang disebut *kuantum*. Dalam fotokimia, kuantum cahaya diserap oleh molekul masing – masing, yang nantinya tetap dalam keadaan eksitasi, cukup lama untuk mengalami reaksi. Banyak proses kimia yang terjadi setelah pengaktifan cahaya atau listrik menyerupai reaksi yang telah banyak kita ketahui, cara pengaktifan dapat mengatur alur reaksi yang akan ditempuh proses kimia yang terjadi kemudian hari (Pine, et al., 1988).

2.6.1. ASAS FOTOKIMIA

Penyerapan atau absorpsi radiasi elektromagnet oleh suatu molekul bergantung pada kesesuaian antara energi radiasi dan energi peralihan tertentu molekul. Energi yang dikaitkan dengan sinar ultraviolet dan cahaya nampak cukup untuk dapat mengeksitasi elektron dalam molekul. Dikatakan molekulnya dieksitasikan dari *kondisi dasar* ke *kondisi tereksitasi elektron*. Dalam banyak hal energi yang diberikan pada senyawa oleh *eksitasi cahaya* semacam itu serupa dengan energi kovalen (Tabel 2.1.) dan dapat memicu reaksi kimia.

Tabel 2.1. Hubungan Energi Dengan Panjang Gelombang Cahaya Yang Diabsorpsi

λ , nm	Energi	
	kcal/mol	kJ/mol
200	143.0	598
250	114.4	479
300	95.3	399
350	81.7	342
400	71.5	299
450	63.5	266
500	57.2	239
550	52.0	218
600	47.7	200
650	44.0	184
700	40.8	171

Batas energi-tinggi yang khas yang tersedia untuk kebanyakan proses fotokimia adalah 143 kkal/mol (598 kJ/mol). Ini sesuai dengan batas panjang gelombang yang lebih rendah sebesar kira – kira 200 nm untuk penerusan cahaya secara langsung melalui udara. Penyerapan yang kuat di bawah 200 nm oleh oksigen di udara mengharuskan kita menggunakan perlengkapan ultraviolet hampa udara bila akan digunakan sebagai energi yang lebih tinggi (panjang gelombang lebih pendek).

Energi cahaya diserap oleh molekul dalam satuan yang disebut *foton* (atau kuantum), yang merupakan jumlah energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron tertentu. Bilangan Avogadro foton (6×10^{23}) disebut suatu *einstein*. Karena energinya sebanding dengan frekuensi cahaya yang diserap ($E = h\nu$), maka suatu einstein cahaya menunjukkan suatu jumlah cahaya yang berbeda-beda, bergantung pada molekul tertentu dan peralihan yang dilibatkan (Pine, et al., 1988).

2.6.2. REAKSI FOTOKIMIA

Reaksi fotokimia, seperti halnya proses yang telah kita pelajari sebelumnya, biasanya bersifat ekamolekul atau dwimolekul. Dalam reaksi ekamolekul, molekul tereksitasi elektron mengalami perubahan kimia tanpa melibatkan molekul lain. Reaksi kimia itu dapat dianggap sebagai jenis proses peluruhan bersifat bukan radiasi. Pemisahan ikatan (fotolisis) dan penataan ulang intramolekul adalah khas reaksi cahaya ekamolekul.

Dalam reaksi cahaya dwimolekul, suatu molekul dalam keadaan tereksitasi biasanya bereaksi dengan molekul pada kondisi dasar. Molekul pada kondisi dasar itu mungkin saja merupakan bentuk tak tereksitasi dari molekul tereksitasi atau suatu konstituen lain dari campuran reaksi. Reaksi antara dua molekul tereksitasi tidaklah umum, karena dalam percobaan fotokimia yang biasa masing-masing molekul terdapat dalam konsentrasi rendah.

Penyinaran suatu molekul biasanya menyebabkan pemisahan ikatan secara homolisis dan menghasilkan zat antara radikal bebas. Kita telah mengetahui bahwa fotolisis ikatan yang memiliki nisbi lemah merupakan cara untuk menghasilkan radikal-bebas yang memicu reaksi rantai. (Pine, et al., 1988).

2.7. ANALISA FOTOKINETIKA

Dalam fotokinetika, tingkat reaksi didefinisikan sebagai tingkat perubahan pada konsentrasi pestisida organoklorin atau organofosfor, yang diteliti melalui waktu penyinaran, sedangkan tingkat reaksi dapat diukur dari slope kurva antara konsentrasi pestisida dan waktu spesifiknya.

Tingkat reaksi :



$$v = -dC_t/dt = kC^n$$

dimana k umumnya konstan (disebut juga tingkat spesifik konstan), n yang ada pada reaksi bergantung pada C. Jika persamaan tersebut digabungkan maka akan didapat :

$$\ln v = \ln k + n \ln C$$

kecepatan reaksi yang diukur dari perubahan konsentrasi terhadap perubahan waktu proses penyinaran tersebut diplotkan dalam kurva hubungan antara waktu dengan C_t/C_0 dan membentuk grafik dengan slope regresi linear mendekati nilai 1, maka akan memenuhi persamaan $v = -dC_t/dt = kC^n$ dimana nilai $n = 1$ menyatakan reaksi berlangsung pada orde 1. Sedangkan nilai k ditentukan dari regresi linear yang memberikan standar deviasi (r^2) paling mendekati nilai 1.

Jika oksidasi fotokimia mengacu pada kinetika reaksi orde 1, akan didapat :

$$v = -dC_t/dt = kC$$

Jika digabung menjadi :

$$\ln C_t = -kt + A$$

Jika $t = 0$, dan $C_t = C_0$, maka :

$$\ln (C_t/C_0) = -kt$$

(Hung, 2002).

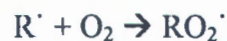
2.8. MEKANISME FOTOLISIS H₂O₂ DI AIR

2.8.1. RADIKAL HIDROKSIL

Oksidasi dari kontaminan organik dengan kombinasi sinar UV dan H₂O₂ menunjukkan banyak produk dan reaksi lanjutan yang dihasilkan dari radikal hidroksil (Baxendal dan Wilson, 1957 dalam Hung D. Q., 2002). Hal tersebut menyebabkan adanya reaksi dengan target molekul organik seperti berikut ini :



Reaksi tersebut menghasilkan radikal organik baru. Dan dengan penambahan molekul radikal peroksi oksigen, maka reaksinya akan menjadi seperti berikut :



Reaksi antara ini mengindikasikan reaksi termal dari degradasi oksidatif, yang akhirnya menghasilkan karbondioksida, air, dan garam inorganik. Disamping abstraksi hidrogen, transfer elektron ke radikal hidroksil mendasari adanya mekanisme lain dari degradasi oksidatif (Hung D. Q., 2002).



2.8.2. FOTOLISIS H₂O₂

Mekanisme fotolisis H₂O₂ adalah perpecahan molekul ke dalam radikal kuantum dengan hasil kuantum dari dua radikal HO[·] yang terbentuk per kuantum reaksi yang terabsorpsi (Dore, 1989 dalam Hung D. Q., 2002).



Tingkat fotolisis dari larutan H₂O₂ telah diketahui dipengaruhi oleh pH dan meningkat ketika digunakan pada banyak kondisi alkali (Hung D. Q., 2002).

2.8.3. REAKSI RADIKAL-RADIKAL

Suatu radikal bebas ialah atom atau gugus apapun yang memiliki satu atau lebih elektron tak berpasangan. Radikal bebas boleh jadi ion yang bermuatan atau jenis yang tak bermuatan. Fotolisis merupakan cara umum lain untuk membentuk radikal bebas melalui pemisahan ikatan sigma.

Alur reaksi yang umum digunakan untuk pembentukan radikal ialah *pengambilan atom hidrogen* dari molekul oleh radikal bebas. Radikal bebas dapat pula terjadi karena berbagai proses oksidasi – reduksi. Pemindahan elektron ke atau dari atom dan ion logam juga merupakan cara yang lazim untuk memicu reaksi radikal (Pine, et al., 1988).

Di dalam fotolisis H₂O₂ pada suhu tinggi, radikal hidroksil secara cepat akan dapat membentuk H₂O₂.



Jika dilakukan penambahan H₂O₂, maka radikal HO[·] akan menghasilkan radikal hidroperoksil yang kurang reaktif dan tidak akan mempengaruhi degradasi oksidatif dari substrat organik (Hung D. Q., 2002).



2.8.4. EFEK PENAMBAHAN H₂O₂ PADA PROSES FOTOKATALISIS

Jika dosis H₂O₂ yang ditambahkan terlalu banyak hingga melebihi dosis optimum pada suatu reaksi, maka yang terjadi adalah H₂O₂ dapat memperlambat tingkat reaksi proses itu sendiri

Umumnya pada dosis H_2O_2 yang optimum, tingkat reaksi akan meningkat sejalan dengan meningkatnya level pH, dan level pH yang optimum tersebut kira-kira berada pada level 6. Dan jika level pH terus naik, hal ini akan memperlambat tingkat reaksi. Pada media alkali, H_2O_2 cenderung bersifat tidak stabil, dan secara cepat akan berubah menjadi air dan oksigen, walaupun diradiasi dengan sinar UV (Chu, W., Wong, C. C., 2004).

2.9. MEKANISME DEGRADASI KONTAMINAN DENGAN UV/TiO₂

Menurut Matthews (1992), proses UV/TiO₂ dapat digunakan untuk memineralisasi jumlah komponen organik yang banyak terlarut dan tersebar dalam air. Reaksi yang terjadi akan relatif tinggi apabila digunakan suatu fotokatalis. Dalam hal ini, TiO₂ dapat digunakan sebagai fotokatalis, karena disamping harganya murah, TiO₂ juga dapat digunakan kembali.

Lampu UV yang dipancarkan pada daerah spektrum digunakan sebagai awal proses oksidasi fotokatalitik, tersedia dalam berbagai macam ukuran. Untuk meningkatkan dan memperluas bidang absorpsi antar bagian, dapat dilakukan modifikasi dan perpindahan pada ion doping, secara umum dapat dikatakan spektrum sinar UV merupakan alat yang dapat digunakan sebagai sumber fotokimia melalui interaksi dengan TiO₂.

Stoikiometri umum untuk oksidasi fotokatalis yang heterogen dari hidrokarbon terklorinasi untuk melengkapi proses mineralisasi dapat ditulis sebagai berikut :



Anatase, titanium dioksida (TiO₂), suatu material dengan efisiensi detoksifikasi fotokatalitik yang tinggi memiliki ikatan semikonduktor yang lebar (E_g ~ 3,2 eV). Karena itu cahaya dibawah 400 nm dapat terabsorpsi dan dapat membentuk pasangan elektron-hole, yang merupakan prasyarat untuk proses fotokatalitik. Absorpsi foton dengan energi hv yang lebih besar atau sama dengan energi ikatan secara umum dapat membentuk pasangan elektron dalam partikel semikonduktor.



Dalam proses yang sangat cepat, ikatan elektron valensi akan tertangkap oleh permukaan Ti^{IV} atau dengan perangkat ekstrinsik (tertangkapnya akseptor elektron, A_{ads}), melalui transfer elektron interfacial.



Ketika secara normal molekul oksigen (O₂) diabsorpsi oleh akseptor elektron yang menghasilkan anion radikal superoksida, kation logam atau beberapa komponen organik dapat beraksi sebagai oksidan yang efisien.



Radikal OH[·] dapat terbentuk jika ada penambahan hidrogen peroksida



Lubang dalam ikatan valensi juga dapat tertangkap oleh oksigen yang ada di dalamnya atau dengan diabsorpsinya donor elektron, D_{ads} pada permukaan partikel.



Dalam kasus pada permukaan TiO₂ hidrasi dan hidroksilasi yang kuat, tertangkapnya lubang ditunjukkan dalam ikatan permukaan radikal hidroksil.

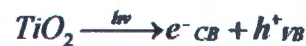


Umumnya, hal ini mengasumsikan bahwa degradasi komponen organik ditunjukkan oleh proses anodik.



Dengan adanya udara, maka radikal akan terbentuk lebih cepat. Hal ini disebabkan karena telah terbentuk molekul oksigen hasil dari proses mineralisasi (Hung D. Q., 2002).

Absorpsi ikatan partikel TiO₂ pada panjang gelombang <380 nm, akan menarik elektron dalam ikatan dan meninggalkan lubang positif ke dalam ikatan valensi.



Jika molekul RH terdapat dalam air, maka ia akan menyerang permukaan air dengan ion positif atau radikal hidroksilnya. Reaksi yang terjadi ketika ·OH bertemu dengan suatu organik dalam air :



Dalam kasus ketika zat aromatik atau alifatik masuk ke dalam ikatan, maka reaksi tambahan yang terjadi adalah sebagai berikut :



Oksigen bereaksi dengan radikal bebas organik untuk membentuk radikal peroksida.



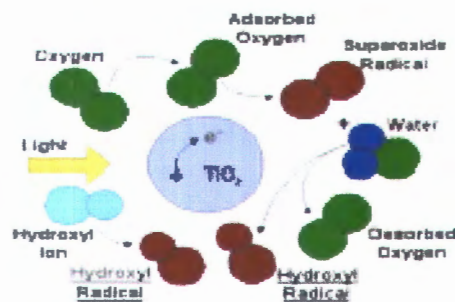
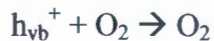
Yang kemudian memberikan produk terhidroksilasi sebagai berikut :



Proses fotolisis yang terjadi dapat dilihat pada **Gambar 2.6**. Proses fotolisis melibatkan pembentukan radikal hidroksil (OH°) maupun superoksida (O_2°). Fotokatalis TiO_2 yang menerima sinar UV dengan panjang gelombang tertentu akan melepaskan elektron dan meninggalkan tempat (*hole*) yang bermuatan positif. Hole muatan positif dalam ikatan valensi tersebut dapat bereaksi dengan molekul air ataupun ion hidroksida akan menghasilkan hidroksil bebas sebagaimana reaksi:



Sedangkan bila terdapat O_2 , maka oksigen yang teradsorbsi tersebut membentuk radikal superoksida melalui reaksi:



Gambar 2.6. Proses Fotolisis

(Sumber : Centeno, C.R., Abella L.C., Gallardo, S.M., 2003).

2.10. FOTOLISIS DENGAN UV/ H_2O_2 / TiO_2

Dari hasil studi yang dilakukan, didapatkan hasil bahwa penggabungan antara H_2O_2 dan sinar UV dapat meningkatkan kemampuan TiO_2 sebagai fotokatalis.

Oksidasi fotokatalitik dengan gabungan UV/ H₂O₂/TiO₂ diketahui lebih efektif daripada hanya menggunakan UV/ H₂O₂ atau UV/TiO₂ saja.

H₂O₂ memproduksi radikal hidroksil dari paparan UV, yang kemudian dapat meningkatkan tingkat oksidasi fotokatalitik dari fenol dan klorofenol. Kontaminan organik yang ditangkap oleh foton UV dan radikal hidroksil dari H₂O₂. Ketika konsentrasi H₂O₂ ditingkatkan, banyak radikal hidroksil yang dihasilkan, tingkat oksidasi fenol juga meningkat. Efisiensi degradasi fotokatalitik dari fenol berkisar antara 30 – 97 % dengan H₂O₂. Pada konsentrasi H₂O₂ yang tinggi ($> 10^{-2}$ M), O₂ dan N₂ di atmosfer tidak menjadi faktor penting pada oksidasi fenol dalam sistem UV/ H₂O₂/TiO₂ (Barakat M. A., Tsens J. M., Huang C. P., 2005).

2.11. PENGARUH KONSENTRASI KATALIS PADA PROSES

Ketika terjadi aliran yang statik atau dinamik pada fotoreaktor, maka tingkat reaksi akan berbanding lurus dengan beban katalis. Hal ini mengindikasikan adanya rezim katalis yang heterogen. Tetapi ketika nilainya lebih besar, maka tingkat reaksi tidak akan dipertimbangkan dan hanya tergantung pada beban katalisnya. Batasan itu tergantung pada kondisi reaksi dan geometri fotoreaktor itu sendiri, sekaligus menunjukkan jumlah partikel TiO₂ yang teradiasi oleh UV.

Ketika konsentrasi katalis tersebut sangat tinggi dan berada pada jarak tertentu di jalur optik, maka kekeruhan yang ada akan menghambat penetrasi sinar pada reaktor. Karena itu, beban optimum katalis harus diketahui untuk menghindari adanya sisa katalis dan meningkatkan total absorpsi dari foton (Kamble, S. P., Sawant, S. B., Pangarkar, V. G., 2003).

2.12. KROMATOGRAFI GAS

Kromatografi gas adalah suatu teknik yang digunakan untuk memisahkan campuran kompleks dari komponen organik berkadar volatile rendah. Tiga komponen utama dari kromatografi gas adalah : injektor, kolom pemisah, dan detektor. Sampel air dimasukkan ke arus gas melalui injektor. Pemisahan unsur dilakukan pada kolom pemisah. Terakhir, detektor mengukur jumlah setiap komponen yang keluar dari kolom.

Tipe utama dari kromatografi gas adalah kromatografi cair-gas dan kromatografi padat-gas. Tetapi yang paling banyak digunakan adalah kromatografi cair-gas. Hal ini berarti kolom dari kromatografi gas mengandung cairan yang dapat merekatkan unsur yang telah dipisahkan dari larutan. Cairan tersebut bertanggungjawab pada pemisahan solute dari solventnya, dan solute dari komponen pembentuknya. Dalam kromatografi padat-gas, kolomnya mengandung material pembawa yang dapat menyerap permukaan solute. Dalam kasus yang sama terjadi perpindahan fase : dari cair menjadi padat (Hung, 2002).

2.12.1. DETEKTOR PENANGKAP ELEKTRON (ECD)

ECD biasanya digunakan untuk komponen organik terhalogenasi. ECD mengandung bagian kecil dari kertas radioaktif yang mengandung ^{63}Ni , partikel β yang dipancarkan (kadang digunakan ^3H).

Elektron berenergi tinggi yang dipancarkan akan mengionisasi gas pembawa, sekaligus memproduksi ion positif dan elektron yang berenergi rendah. Elektron kedua akan dikumpulkan pada anode, yang akan dioperasikan pada pulse

mode untuk menghindari polarisasi dan terkumpulnya fragmen anion yang besar. Ketika konstituen elektrofilik keluar dari kolom dan masuk ke dalam ECD, ia akan membawa beberapa elektron berenergi rendah sekaligus mengurangi arusnya.

Semakin banyak komponen elektronegatif, maka semakin sensitif ECD. Hampir semua komponen yang menyebabkan sensitifnya ECD adalah organik terhalogenasi, peroksida dan nitro-organik. Tetapi untuk amina, alkohol dan hidrokarbon, ECD hampir tidak menunjukkan perubahan yang berarti. Detektor ECD tidak sensitif pada pestisida terhalogenasi dan produk hasil klorinasi. ECD tidak akan mengalami masalah apabila dimasuki oleh komponen non terhalogenasi, asalkan komponen tersebut tidak bersinggungan dengan O_2 . Karena itu perlu diperhatikan untuk meminimalisasi masuknya O_2 dalam aliran arus (Hung D. Q., 2002).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. UMUM

Tujuan penelitian ini difokuskan pada efektifitas kinerja proses fotokimia untuk pemecahan residu endosulfan dalam air yang diaplikasikan untuk air tambak. Efektifitas kinerja dari fotokimia dapat dipengaruhi antara lain oleh sumber dan besarnya cahaya yang diserap, jenis fotokatalis, dan jenis oksidan. Penelitian ini memanfaatkan kemampuan hidroksil radikal OH^\cdot yang dibentuk dari adanya penyerapan energi foton oleh fotokatalis TiO_2 dan oksidan H_2O_2 untuk memecah senyawa endosulfan pada variasi tingkatan konsentrasi tertentu.

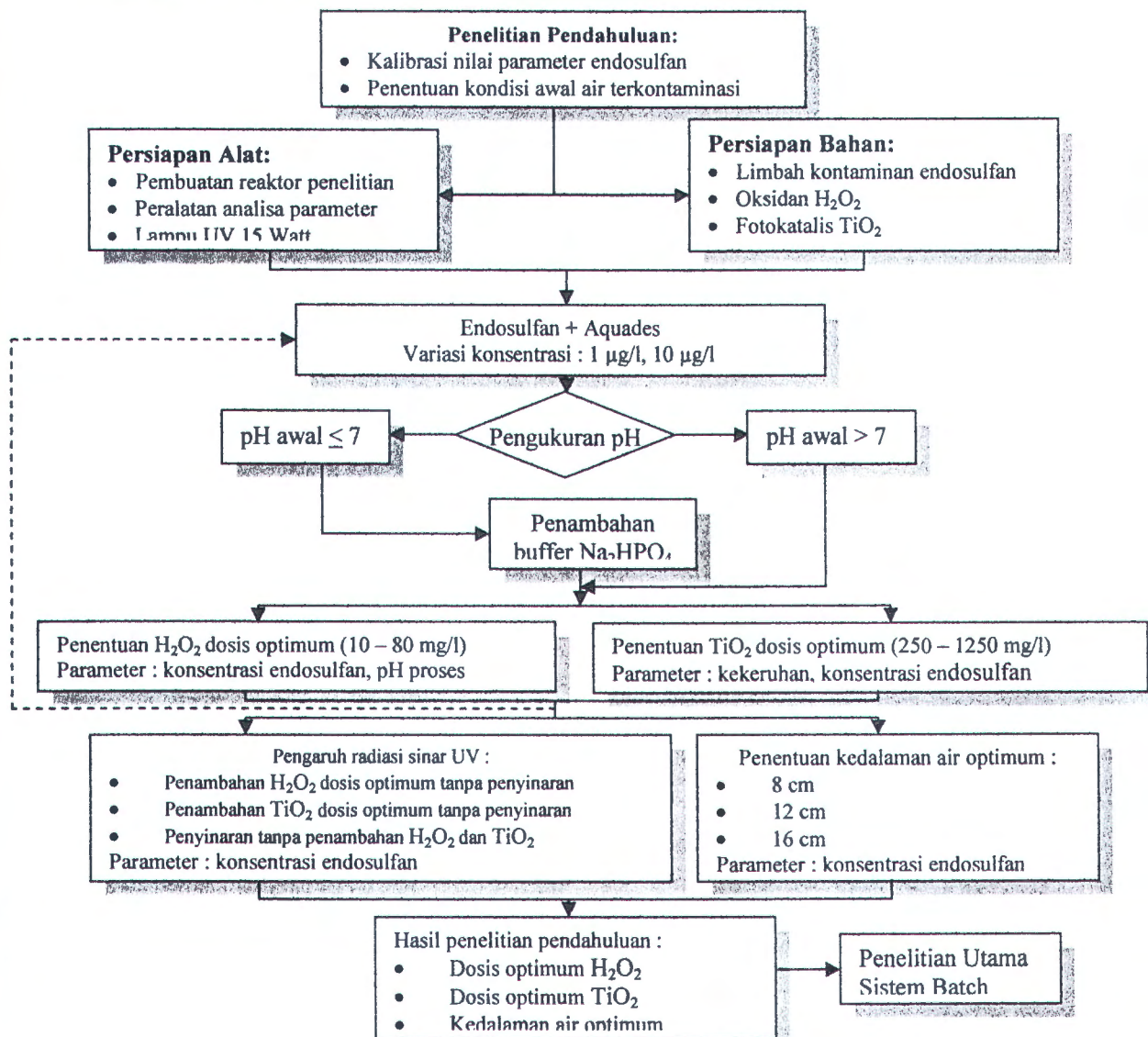
Penelitian pendahuluan dilakukan dengan menggunakan aquades untuk mencari dosis dan kondisi optimum sebelum dilakukan variasi-variasi pada penelitian utama. Kedalaman air optimum dicari dari variasi 8 cm, 12 cm dan 16 cm dengan jarak penyinaran terhadap permukaan air tetap yaitu 6 cm (Archer, T.E. *et al*, 1972) untuk mengkaji efektifitas intensitas cahaya. Penggunaan air tambak sebagai aplikasi penelitian dilakukan pada proses kontinyu.

Indikator parameter efektifitas kinerja proses fotokimia dalam pemecahan residu kontaminan endosulfan adalah penurunan konsentrasi endosulfan yang dinyatakan dalam persen degradasi dan verifikasi produk degradasi endosulfan yang dilakukan hanya pada awal dan akhir proses kontinyu (untuk proses batch pada menit ke-90 dan menit ke-360) untuk mengkaji kestabilan proses degradasi.

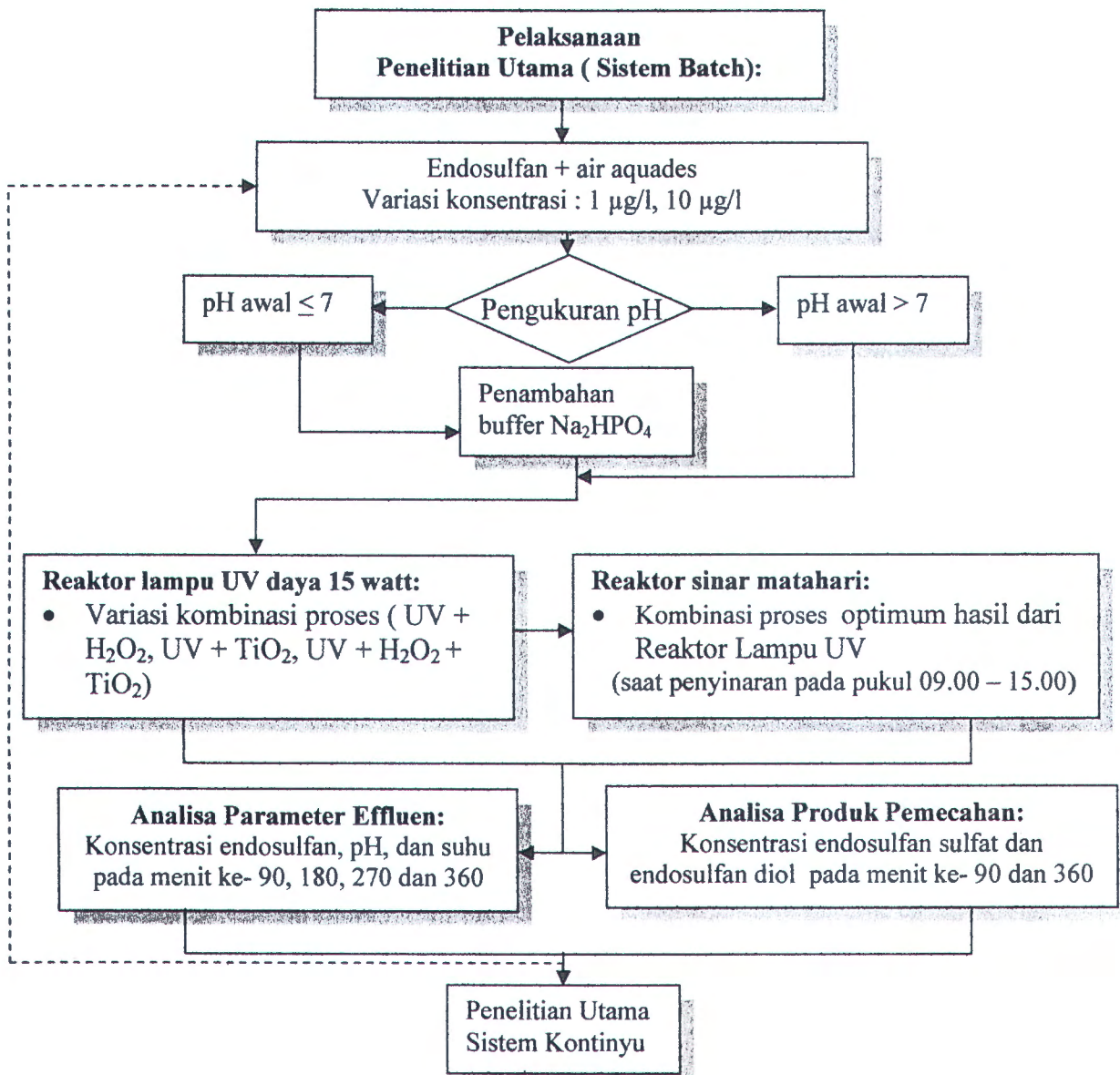
Variasi pada penelitian utama adalah kombinasi proses $\text{UV}+\text{TiO}_2$, $\text{UV}+\text{H}_2\text{O}_2$, $\text{UV}+\text{TiO}_2+\text{H}_2\text{O}_2$ untuk mengkaji efektifitas dari masing-masing fotokatalis dan

oksidator dalam proses pemecahan endosulfan. Data proses penyinaran langsung sinar matahari sebagai sumber UV alamiah diperlukan untuk dapat mengkaji perbandingan keefektifan antara sumber UV dari lampu merkuri dengan sinar matahari, yang dalam hal ini tidak ditentukan jarak penyinarannya, hanya dikondisikan dalam ruang terbuka sebagai alternatif aplikasi reaktor di lapangan. Penjelasan secara detail skema penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1., Gambar 3.2., dan Gambar 3.3.

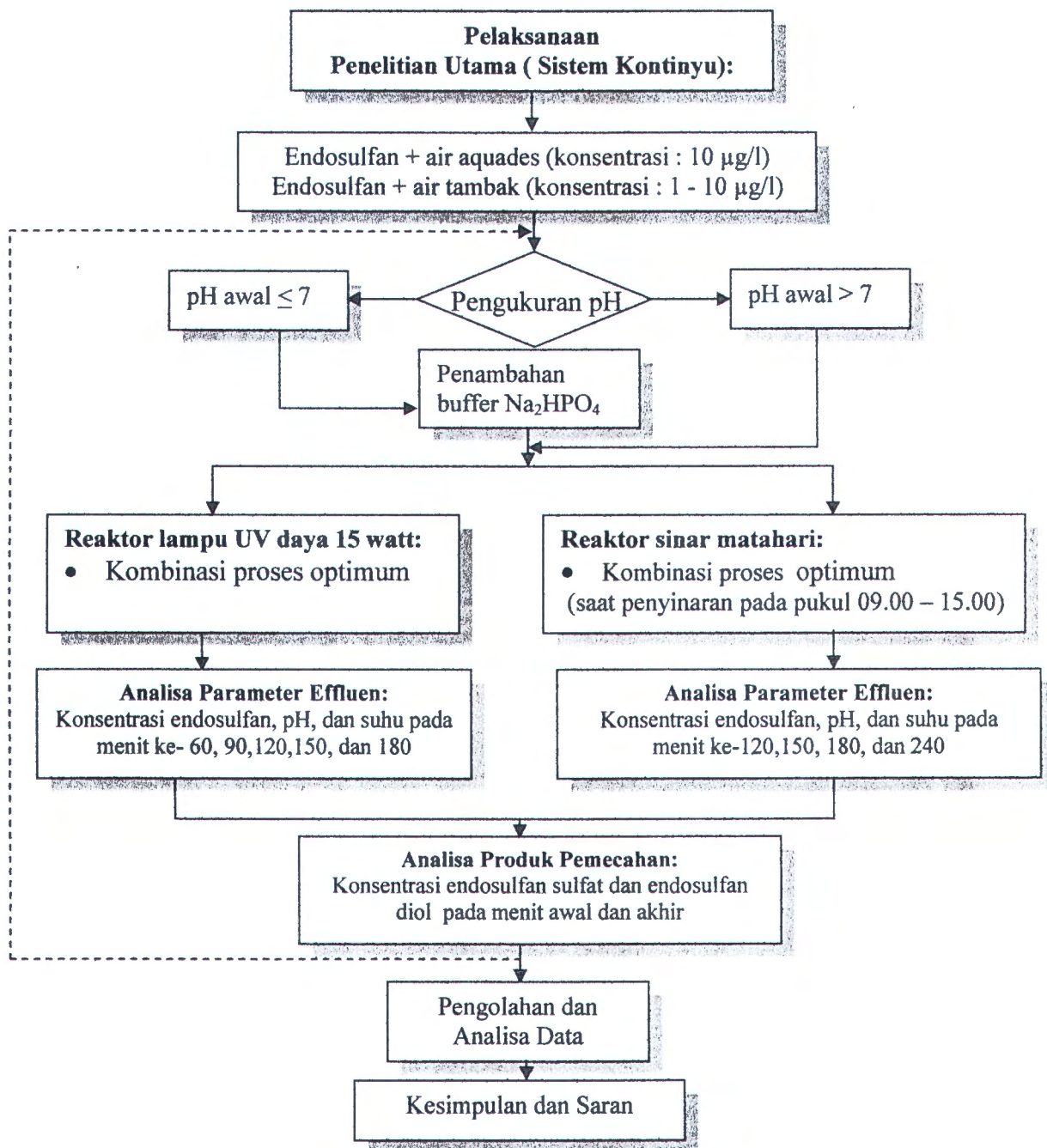
3.2. KERANGKA PENELITIAN



Gambar 3.1. Skema Penelitian Pendahuluan



Gambar 3.2. Skema Penelitian Utama Sistem Batch



Gambar 3.3. Skema Penelitian Sistem Kontinyu

3.3. ALAT DAN BAHAN

- Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah berupa seperangkat reaktor fotokimia yang didesain khusus sesuai tujuan penelitian, *stirrer magnetic* sebagai pengaduk agar reaksi yang terjadi homogen, peralatan analisa berupa kromatografi gas (*Gas Chromatography-GC*) Hewlett-Packard seri 68GC A.06.01 dengan detektor ECD (*Electron Capture Detector*), kolom kapiler silika HP-608 *special analysis* (panjang 30m, diameter 0.53mm, tebal film 0.5 μ m), gas pembawa nitrogen N₂ UHV untuk analisa parameter endosulfan, peralatan gelas analisis (*glassware*), turbidimeter untuk analisa parameter kekeruhan, pH meter dan thermometer. Alat-alat tersebut sebelum digunakan akan dilakukan kalibrasi alat terlebih dahulu agar data yang didapatkan memiliki validitas yang tinggi.

- Bahan

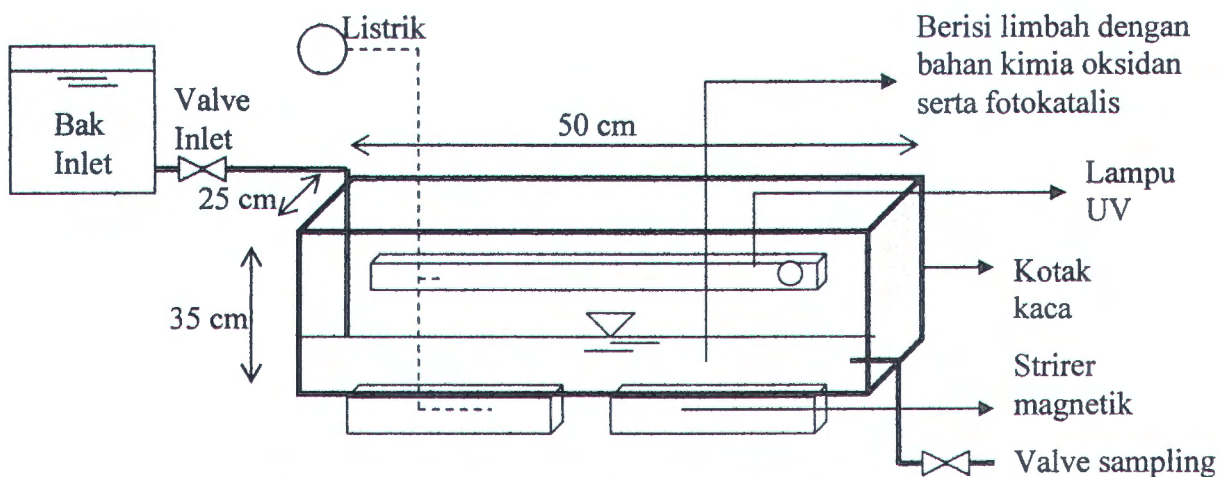
Bahan-bahan kimia yang digunakan antara lain:

- Bahan kontaminan endosulfan yang diambil dari bahan pestisida bubuk komersial (merk dagang Thiodan 20 WP dengan bahan aktif endosulfan 20%, komposisi α -endosulfan 55 - 65% dan β -endosulfan 35 - 45%). Pembuatan limbah buatan baku 200 mg/l endosulfan yaitu melalui penambahan 1 gram bahan pestisida dalam 1 liter aquades. Kemudian dari limbah baku tersebut diukur volume kebutuhannya untuk mendapatkan konsentrasi yang diinginkan, yaitu 1 μ g/l, 10 μ g/l.
- Bahan baku air tambak diambil dari tambak udang Kelurahan Keputih yang berlokasi sejauh \pm 2 km dari perumahan Bumi Marina Emas.

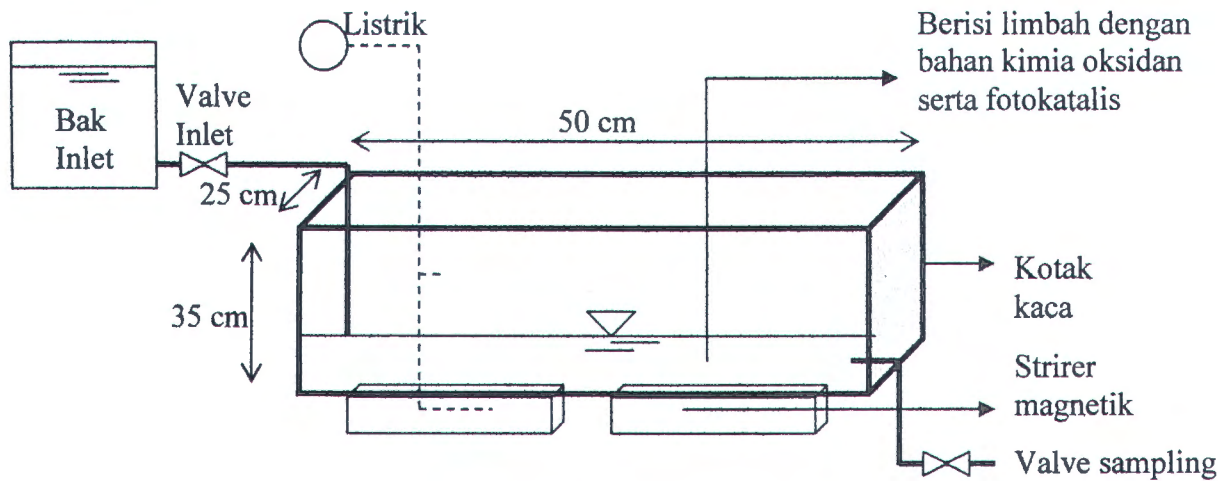
- Bahan oksidator H_2O_2 berupa larutan 1 liter dengan konsentrasi 35%. Melalui perhitungan volume kebutuhan, bahan oksidator H_2O_2 tersebut dimasukkan dalam air limbah sesuai dengan dosis yang diinginkan.
- Bahan katalis TiO_2 jenis anatase berupa bubuk berwarna putih. Melalui perhitungan dan volume kebutuhan, bahan katalis TiO_2 tersebut ditimbang dan dimasukkan dalam air limbah sesuai dengan dosis yang diinginkan.
- Bahan-bahan kimia lain yang diperlukan dalam analisa parameter endosulfan.

3.4. REAKTOR PENELITIAN

Ada 2 macam reaktor yang digunakan, yaitu reaktor kaca tertutup dengan menggunakan lampu UV (15 watt) dan yaitu reaktor kaca terbuka tanpa lampu UV (radiasi sinar matahari). Keduanya berdimensi sama seperti terlihat **Gambar 3.4.** dan **Gambar 3.5.** Lampu UV yang digunakan adalah lampu gas merkuri Philips G15T8 UV-C. Untuk reaktor yang menggunakan lampu UV akan diberi lapisan pelindung radiasi yaitu berupa aluminium foil agar mencegah masuknya radiasi sinar lain ke reaktor dan menjaga efektifitas radiasi sinar lampu UV ke dalam reaktor.



Gambar 3.4. Reaktor Penelitian dengan Lampu UV



Gambar 3.5. Reaktor Penelitian Kontak Langsung Sinar Matahari

3.5. TAHAPAN PENELITIAN

1. Penelitian Pendahuluan

Kegiatan ini meliputi penelitian untuk menentukan dosis optimum bahan oksidator H_2O_2 , dosis optimum katalis TiO_2 dan kedalaman air optimum, serta pengaruh dari radiasi sinar UV. Untuk menjaga agar reaksi berlangsung pada kondisi basa, maka bila pH awal yang diukur kurang dari 7, maka akan ditambahkan buffer Na_2HPO_4 .

- Penentuan dosis optimum yang akan diambil adalah dosis pada range 10 – 80 mg/l yang mampu memberikan persen penurunan konsentrasi parameter endosulfan terbesar dan nilai pH proses masih mendekati kondisi netral (pH 7) pada waktu t tertentu (menit ke-90). Dosis optimum TiO_2 adalah dosis pada range 250 – 1250 mg/l yang mampu memberikan persen penurunan konsentrasi

parameter endosulfan terbesar dan kondisi air tidak terlalu keruh (kekeruhan kecil) pada waktu t tertentu (menit ke-90) dan memiliki kekeruhan terkecil. Proses ini berlangsung pada jarak penyinaran 6 cm, daya lampu 15 watt dan kedalaman air 8 cm.

- Penentuan kedalaman air optimum dilakukan pada jarak penyinaran 6 cm, daya lampu 15 watt, konsentrasi endosulfan $10 \mu\text{g/l}$ dan disinari selama 90 menit. Kedalaman air optimum adalah kedalaman air pada range 8 – 16 cm yang mampu menghasilkan persen penurunan konsentrasi endosulfan terbesar dengan penambahan oksidan H_2O_2 atau TiO_2 optimum.
- Sebelum dilakukan penelitian pendahuluan, perlu juga dilakukan penentuan parameter awal (kondisi awal) limbah buatan yaitu parameter konsentrasi endosulfan, serta diperlukan suatu kalibrasi nilai parameter endosulfan melalui pembuatan kurva standar hasil kalibrasi.

2. Pelaksanaan Penelitian Utama

Penelitian utama dilakukan pada dua sistem aliran, yaitu sistem batch dan kontinyu. Untuk menjaga agar reaksi berlangsung pada kondisi basa, maka bila pH awal limbah terukur kurang dari 7, maka akan ditambahkan buffer Na_2HPO_4 .

- Sistem batch

Pada sistem ini, komposisi limbah buatan adalah pencampuran air aquades dengan endosulfan sesuai konsentrasi yang diinginkan ($1 ; 10 \mu\text{g/l}$). Variasi lain yang dilakukan adalah variasi kombinasi proses ($\text{UV} + \text{H}_2\text{O}_2$, $\text{UV} + \text{TiO}_2$, $\text{UV} + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{TiO}_2$). Sumber UV yang digunakan adalah lampu UV dengan daya 15 watt. Penelitian ini untuk mendapatkan hasil berupa kombinasi proses optimum dan waktu

penyinaran optimum dan sistem kontinyu. Penyinaran matahari secara alamiah dilakukan pada pukul 09.00-15.00 di ruang terbuka. Pengoperasian kedua reaktor tersebut dilakukan pada dosis optimum oksidan dan katalis, serta kedalaman air optimum hasil penelitian pendahuluan. Pengukuran parameter penelitian dilakukan pada menit ke-90, 180, 270 dan 360. Analisa produk pemecahan senyawa endosulfan berupa endosulfan sulfat dan endosulfan diol melalui perbandingan dengan larutan standar dilakukan pada menit ke- 90 dan 360.

- Sistem kontinyu

Pada sistem ini digunakan komposisi limbah buatan pencampuran air aquades dengan endosulfan 10 $\mu\text{g/l}$ dan limbah air tambak yang mengandung endosulfan dengan konsentrasi antara 1 - 10 $\mu\text{g/l}$. Variasi lain yang dilakukan adalah variasi sumber UV (lampu UV dengan daya 15 watt, sumber UV dari sinar matahari). Pengoperasian kedua reaktor tersebut dilakukan sesuai dengan prosedur yang sama seperti pada sistem batch, hanya berbeda pada variasi dan debit optimum tertentu yang konstan berdasarkan hasil penelitian sistem batch. Pengukuran parameter penelitian pada menit ke-60, 90, 120, 150, dan 180 (penyinaran lampu UV) sedangkan pada menit ke-120, 150, 180, dan 240 (penyinaran matahari). Analisa produk pemecahan endosulfan berupa endosulfan sulfat dan endosulfan diol melalui perbandingan dengan larutan standar dilakukan pada menit awal dan akhir proses sistem kontinyu.

3.6. VARIABEL PENELITIAN

Berikut ini pada Tabel 3.1. dan Tabel 3.2. dapat dilihat variasi yang dilakukan dalam penelitian utama sistem batch dan kontinyu.

Tabel 3.1. Variabel Penelitian Sistem Batch

No.	Konsentrasi Endosulfan ($\mu\text{g/l}$)		Kombinasi proses			Sumber UV		Waktu Sampling (menit ke-)			
	1	10	UV+TiO ₂	UV+H ₂ O ₂	UV+TiO ₂ +H ₂ O ₂	15 w	matahari	90	180	270	360
1	✓		✓			✓		✓	✓	✓	✓
2	✓			✓		✓		✓	✓	✓	✓
3	✓				✓	✓		✓	✓	✓	✓
4	✓				✓		✓	✓	✓	✓	✓
5		✓	✓			✓		✓	✓	✓	✓
6		✓		✓		✓		✓	✓	✓	✓
7		✓			✓	✓		✓	✓	✓	✓
8		✓			✓		✓	✓	✓	✓	✓

Tabel 3.2. Variabel Penelitian Sistem Kontinyu

No.	Konsentrasi Endosulfan ($\mu\text{g/l}$)		Sumber Air		Sumber UV		Waktu Sampling (menit ke-)					
	1 - 10	10	Aquades	Tambak	15 w	matahari	60	90	120	150	180	240
1		✓	✓		✓		✓	✓	✓	✓	✓	
2		✓	✓			✓			✓	✓	✓	✓
3	✓			✓	✓		✓	✓	✓	✓	✓	
4	✓			✓		✓			✓	✓	✓	✓

3.7. ANALISIS LABORATORIUM

Parameter utama yang diukur dalam penelitian ini adalah nilai konsentrasi senyawa endosulfan, sedangkan parameter pendukung adalah pH, suhu, senyawa produk degradasi yaitu senyawa turunan berupa endosulfan sulfat dan endosulfan diol. Sebelum dilakukan pengukuran pada GC, diperlukan pembacaan larutan standar senyawa tersebut untuk identifikasi senyawa dan kalibrasi alat GC yang akan digunakan. Kemudian dilakukan pembuatan kurva kalibrasi kondisi awal sampel dengan konsentrasi 10 µg/l, 5 µg/l, 1 µg/l, 0.5 µg/l, 0.1 µg/l, dan 0.01 µg/l. Hasil selengkapnya perhitungan konsentrasi endosulfan disajikan pada Lampiran 1.

Metode analisa senyawa endosulfan, endosulfan sulfat, dan endosulfan diol adalah metode kromatografi gas yang mengacu pada standar SNI 06-6990.1-2004 mengenai cara uji pestisida organoklorin dalam air secara ekstraksi dan prosedur umum yang mengacu pada *Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater* (AWWA).

Dalam analisis laboratorium ini dilakukan langkah-langkah sebagai berikut:

A. Kalibrasi GC dan identifikasi senyawa endosulfan beserta turunannya

1. Penyiapan alat GC pada kondisi 'ready' awal dengan status konfigurasi COLD.M termasuk penyiapan gas pembawa N₂ dan gas pembakar.
2. Pengkondisian GC untuk uji endosulfan menggunakan metode ENDO4R.M dengan setting konfigurasi suhu injektor 250 °C, suhu detektor 300 °C, mode splitless, suhu kolom terprogram sebagai berikut:
 - Suhu awal = 80 °C selama 2 menit
 - Suhu tingkat 1 = 180 °C dengan laju kenaikan suhu 20 °C/menit
 - Suhu tingkat 2 = 200 °C dengan laju kenaikan suhu 5 °C/menit

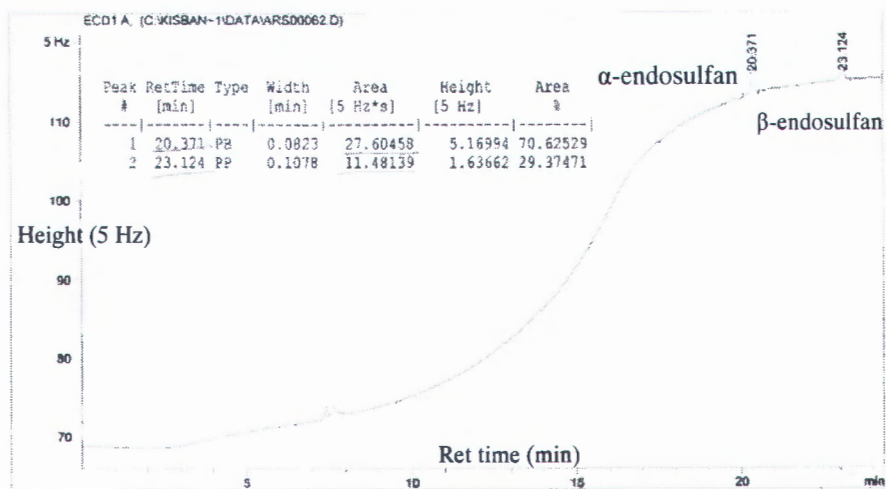
-
- Suhu tingkat 3 = 300 °C dengan laju kenaikan suhu 15 °C/menit lalu dijaga konstan selama 8 menit.
3. Untuk larutan standar berpelarut n-heksana, dapat langsung dilakukan injeksi ke GC. Sedangkan untuk sampel, diperlukan ekstraksi senyawa endosulfan terlebih dahulu.
 4. Setelah status alat '*ready*', penginjeksian menggunakan *syringe* dapat dilakukan dengan volume sampel atau larutan sebesar 1 µL bersamaan dengan menekan tombol '*start*'.
 5. Hasil uji GC berupa kromatogram dimana senyawa endosulfan dan turunannya terbaca pada menit yang berbeda-beda dengan besar konsentrasi terbaca sebagai luas area (satuan: 5 Hz*s). Untuk itu, diperlukan kurva kalibrasi dalam memudahkan perhitungan konsentrasinya. Contoh hasil kromatogram disajikan pada **Gambar 3.6.**, **Gambar 3.7.**, dan **Gambar 3.8.** Cara pembacaan kromatogram adalah sebagai berikut:

Setelah larutan standar baik senyawa endosulfan, endosulfan sulfat, dan endosulfan diol diinjeksikan untuk masing-masing konsentrasinya, maka akan terbentuk '*peak*' yang dominan muncul atau terbaca pada menit tertentu sebesar luas area tertentu. Dalam hal ini, α -endosulfan dan β -endosulfan masing-masing terbaca pada menit ke-20 dan menit ke-23. Seperti pada **Gambar 3.6.**, luas area α -endosulfan terbaca sebesar 27.60458 (5Hz*s) yang didapatkan dari hasil perhitungan otomatis GC pada bentukan *peak* di kromatogram melalui perkalian tinggi (*height*) satuan 5Hz dan lebar (*width*) satuan menit. Luas area yang terhitung tersebut adalah luas area *peak* yang

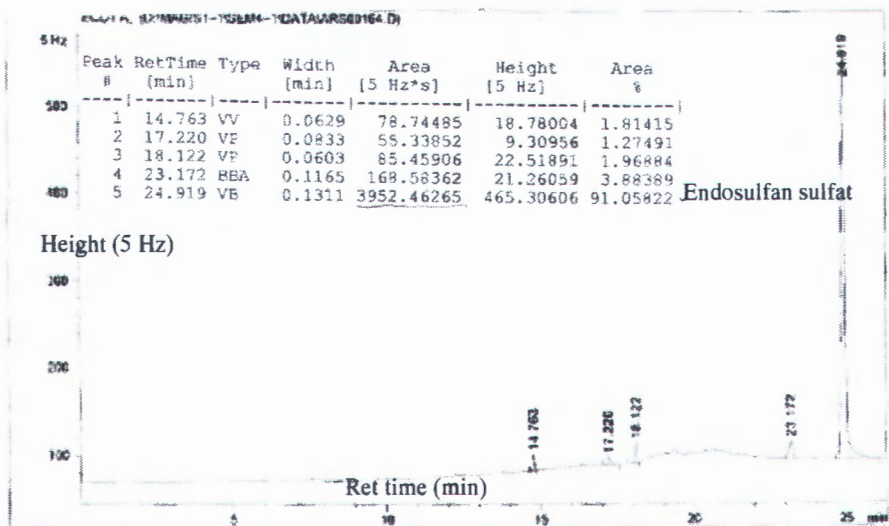
berada di atas garis *baseline* dimana garis tersebut membentuk pola menurut perubahan pemrograman temperatur kolom.

Kemudian dari larutan standar endosulfan konsentrasi $1\mu\text{g/l}$, α -endosulfan mempunyai luas area 70.6% dari total area yang terbaca sehingga dapat dikatakan konsentrasi α -endosulfan adalah $0.706\mu\text{g/l}$. Namun apabila hasil kromatogram mempunyai bentukan *peak* yang cukup banyak seperti pada **Gambar 3.7.** dan **Gambar 3.8.**, maka dari hasil beberapa kali injeksi larutan standar dengan konsentrasi yang berbeda-beda, dapat ditentukan bahwa senyawa yang dimaksud akan mempunyai bentukan *peak* yang dominan muncul pada menit tertentu dengan luas area tertentu pula.

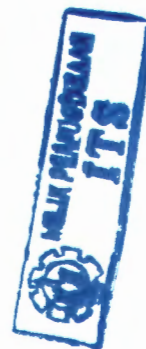
Pada **Gambar 3.7.**, senyawa endosulfan standar 10 mg/l terbaca pada menit ke 24.9 dengan luas area 3952.4626 ($5\text{Hz}\cdot\text{s}$), sedangkan pada **Gambar 3.8.** didapatkan senyawa endosulfan diol 10 mg/l terbaca pada menit 18.2 dengan luas area 204.2021 ($5\text{Hz}\cdot\text{s}$). Kemudian dari beberapa hasil kromatogram dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan hubungan antara konsentrasi dengan luas area yang terbaca untuk masing-masing senyawa endosulfan, endosulfan sulfat, dan endosulfan diol.

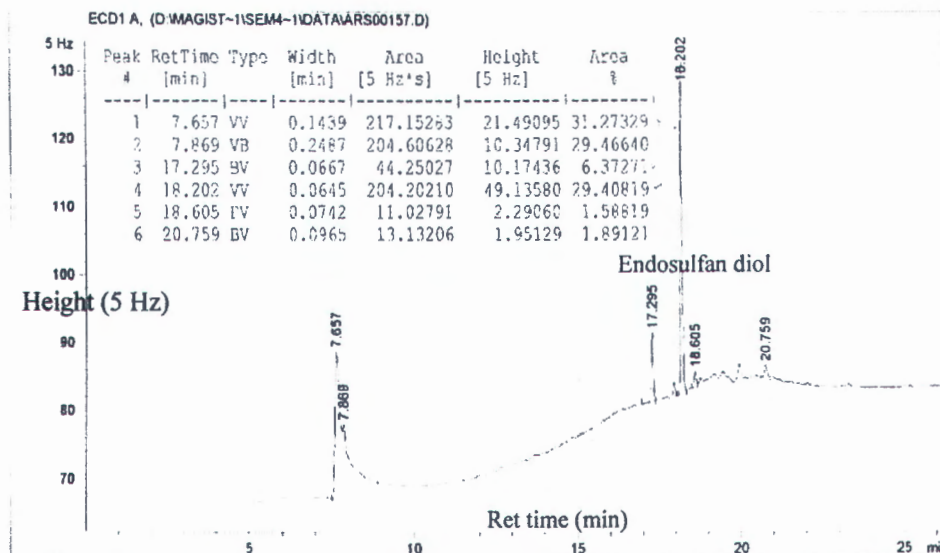


Gambar 3.6. Kromatogram Larutan Standar Endosulfan 1 μ g/l



Gambar 3.7. Kromatogram Larutan Standar Endosulfan Sulfat 10 mg/l





Gambar 3.8. Kromatogram Larutan Standar Endosulfan Diol 10 mg/l

B. Langkah-langkah ekstraksi untuk sampel dan kondisi awal limbah buatan

1. Sampel sebanyak 200 mL dalam corong pemisah ditambahkan 30 gram NaCl untuk mengikat ion pengganggu dalam sampel air.
2. Lakukan pengocokan kuat selama ± 10 menit setelah ditambahkan 50 mL n-heksana kemurnian tinggi sebagai pelarut senyawa endosulfan.
3. Pisahkan 2 larutan yang terbentuk, yaitu lapisan atas (n-heksana) dan lapisan bawah (sampel air) dimana lapisan atas ditampung dan lapisan bawah mengalami pengulangan perlakuan langkah 2 diatas.
4. Lapisan n-heksana hasil kedua pemisahan digabung lalu dilakukan pemekatan sistem vakum dengan menggunakan *rotary evaporator* pada suhu kurang dari 35 °C (agar senyawa endosulfan tidak ikut teruapkan) dan berkecepatan 25 rpm hingga volume mencapai ± 2 mL, sedangkan lapisan air dibuang.
5. Hasil ekstrak siap dianalisa melalui penginjeksian pada GC.

C. Pengambilan sampel serta pengukuran pH dan suhu

1. Pada sistem batch dan sistem kontinyu, air aquades yang telah berisi kontaminan ditambahkan oksidan H_2O_2 atau fotokatalis TiO_2 sesuai variasi yang diinginkan. Nyalakan *strirer magnetic* pada posisi kecepatan 6.
2. Pasang lampu pada jarak 6 cm diatas permukaan air dan pasang penutup untuk menjaga efektifitas penyinaran.
3. Lakukan sampling tiap 90 menit selama 360 menit tanpa mengubah setting reaktor (sistem batch). Untuk pendahuluan sampling dilakukan hanya pada proses penyinaran 90 menit. Sedangkan pada sistem kontinyu, sampling dilakukan pada range waktu optimumnya.
4. Ambil ± 250 mL untuk pengukuran pH, suhu, dan ekstraksi senyawa endosulfan.

3.8. RANCANGAN DAN PENGOLAHAN DATA PENELITIAN

Data-data yang diperoleh baik berupa data analisa parameter awal dan data lain yang terkait akan disajikan dalam bentuk tabel dan grafik, kemudian akan dilakukan suatu uji statistik pada variabel data berupa uji signifikansi dengan metode Rancangan Acak Kelompok Lengkap (ANOVA) karena dibutuhkan analisa data mengenai pengaruh yang berbeda-beda. Sehingga akan didapatkan hubungan antar variabel dengan nilai parameter yang sesuai data penelitian.

Uji statistik berupa analisa regresi juga dilakukan untuk mendapatkan hubungan antara parameter dengan variabel-variabel yang berpengaruh secara nyata. Dari hasil persamaan tersebut akan dapat dihitung secara teoritis perkiraan kondisi

optimum yang berpengaruh terhadap keefektifan kinerja fotokimia dalam pemecahan residu senyawa endosulfan dalam air tambak.

3.9. TEMPAT DAN WAKTU PENELITIAN

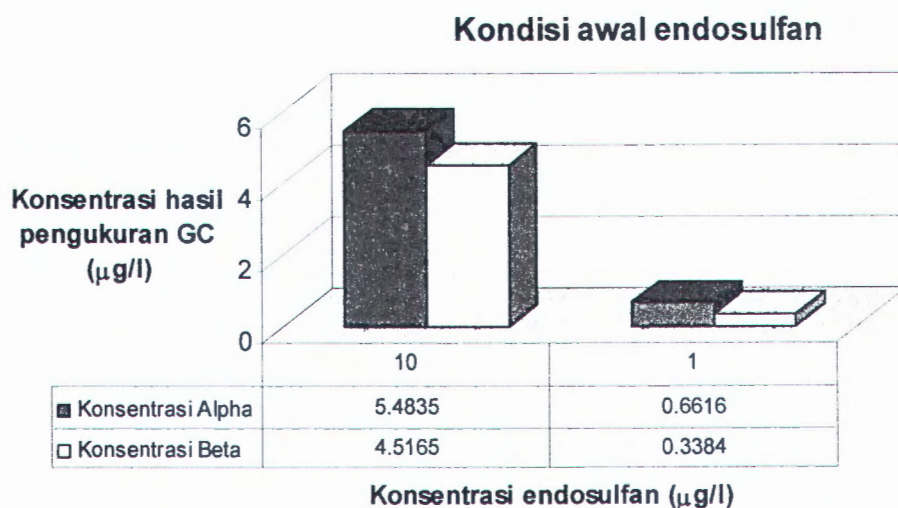
Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Rekayasa dan Teknologi Lingkungan, Jurusan Teknik Lingkungan, Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Kampus ITS, Surabaya. Analisa ekstraksi sampel dilakukan di Laboratorium TAKI, Teknik Kimia, ITS Surabaya. Adapun pelaksanaan penelitian ini akan dilakukan \pm selama 6 (enam) bulan sampai pada penyusunan laporan akhir penelitian tesis.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 KONDISI AWAL SAMPEL

Penentuan kondisi awal sampel dimaksudkan agar didapatkan data mengenai efektifitas proses fotokimia dengan parameter besarnya penurunan konsentrasi dan variasi yang mempengaruhi proses. Berikut ini pada **Gambar 4.1.** dapat diketahui komposisi konsentrasi endosulfan yang terbaca pada GC. Perhitungan konsentrasi senyawa endosulfan berdasarkan pada kurva kalibrasi hubungan antara luas area (satuan: 5 Hz*s) yang terbaca pada GC dengan konsentrasi endosulfan ($\mu\text{g/l}$) yang terukur sebagaimana tertulis pada **Lampiran 1.**



Gambar 4.1.. Konsentrasi Awal Sampel Endosulfan

4.2 PENELITIAN PENDAHULUAN

Penelitian pendahuluan bertujuan untuk menentukan dosis optimum H_2O_2 dan TiO_2 yang mampu mendegradasikan atau memecah senyawa endosulfan. Dalam

hal ini, penentuan dosis optimum oksidan dan fotokatalis dilakukan untuk masing-masing konsentrasi awal endosulfan 1 µg/l dan 10 µg/l. Dengan menggunakan sistem batch, hasil yang diperoleh dari proses penyinaran UV selama 90 menit dijabarkan sebagai berikut.

A. Penentuan Dosis Optimum Oksidan H₂O₂ pada sampel awal konsentrasi endosulfan 1 µg/l dan 10 µg/l

Dalam penelitian ini, penambahan dosis H₂O₂ dilakukan mulai dari dosis terkecil ke dosis yang lebih besar hingga didapatkan dosis optimumnya. Penambahan berlangsung per proses fotokimia. Dosis optimum H₂O₂ yang dimaksudkan adalah dosis yang mampu memberikan persen degradasi terbesar dan pH proses masih berada di kisaran 7 atau lebih, serta memiliki laju degradasi yang besar dan perubahan pH yang kecil terhadap kondisi awal.

Tabel 4.1. Penambahan dosis H₂O₂ pada sampel 1 µg/l dan 10 µg/l

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
H ₂ O ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
10	0.5105	22.8412	0.1836	45.7354	0.6941	30.5892
20	0.3973	39.9404	0.1429	57.7676	0.5403	45.9736
40	0.3474	47.4864	0.1361	59.7905	0.4835	51.6505
50	0.1715	74.0710	0.0812	76.0011	0.2528	74.7242
70	0.0903	86.3440	0.0310	90.8494	0.1213	87.8687
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
H ₂ O ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
20	1.1066	79.8191	0.4966	89.0042	1.6032	83.9275
40	0.7336	86.6222	0.3515	92.2182	1.0850	89.1496
60	0.3062	94.4159	0.1322	97.0720	0.4385	95.6155
80	0.1679	96.9383	0.0825	98.1727	0.2504	97.4958

Keterangan Tabel 4.1:

Konsentrasi α -endosulfan dan β -endosulfan berdasarkan analisa dan perhitungan pada Lampiran 1.

Contoh Perhitungan Persen Degradasi :

Konsentrasi α -endosulfan awal = 0.6616 $\mu\text{g/l}$

Konsentrasi α -endosulfan penambahan 10 mg/l H_2O_2 = 0.5105 $\mu\text{g/l}$

Persen Degradasi = $100\% \times (0.6616 - 0.5105) / 0.6616 = 22.84\%$

Pada **Tabel 4.1.** di atas, disajikan data perubahan konsentrasi dan persen degradasi endosulfan terhadap adanya penambahan H_2O_2 dalam proses fotokimia menggunakan sinar UV. Tabel tersebut menunjukkan adanya penurunan konsentrasi dan kenaikan persen degradasi baik pada α -endosulfan maupun β -endosulfan. Semakin besar persen degradasi berarti proses fotokimia dalam kondisi tersebut efektif dalam memecah senyawa endosulfan. Persen degradasi dihitung dari selisih konsentrasi setelah proses fotokimia dan adanya penambahan H_2O_2 dosis tertentu dengan kondisi awal sampel endosulfan.

Tabel 4.2. Perubahan pH dan suhu terhadap Penambahan dosis H_2O_2 pada Sampel Konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$

Konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$				Konsentrasi 10 $\mu\text{g/l}$			
H_2O_2 (mg/l)	pH	Perubahan pH	Suhu ($^\circ\text{C}$)	H_2O_2 (mg/l)	pH	Perubahan pH	Suhu ($^\circ\text{C}$)
0	7.21	-	29.7	0	7.37	-	29.3
10	7.11	0.10	29.2	20	7.23	0.14	30.6
20	7.18	0.03	29.5	40	7.08	0.29	29.4
40	7.07	0.14	29.1	60	6.86	0.51	30.1
50	6.98	0.23	30.2	80	6.63	0.74	30.4
70	6.76	0.45	29.5				

Sumber : Hasil Analisa

Keterangan Tabel 4.2.:

Perubahan pH didapatkan dari selisih antara pH awal dengan pH setelah proses fotokimia berlangsung

Sedangkan pada **Tabel 4.2.** diatas ditampilkan perubahan pH pada proses tersebut. Dari data yang ditampilkan dapat diketahui bahwa penambahan H_2O_2 menyebabkan penurunan pH dalam proses, sedangkan suhu proses berada di kisaran 29 – 30 $^\circ\text{C}$. Jadi dengan penambahan oksidan H_2O_2 dapat membuat kondisi proses

menjadi asam karena adanya pelepasan ion H^+ dan membentuk HO_2^- untuk menghasilkan OH^- yang secara teoritis mengalami reaksi berikut (Hung, 2002):



Pada **Tabel 4.3.** berikut ini disajikan data mengenai perubahan yang terjadi terhadap penambahan H_2O_2 pada proses fotokimia dan perhitungan laju perubahannya.

Tabel 4.3. Perubahan Konsentrasi Endosulfan dan pH terhadap Penambahan dosis H_2O_2 pada sampel konsentrasi 1 $\mu g/l$ dan 10 $\mu g/l$

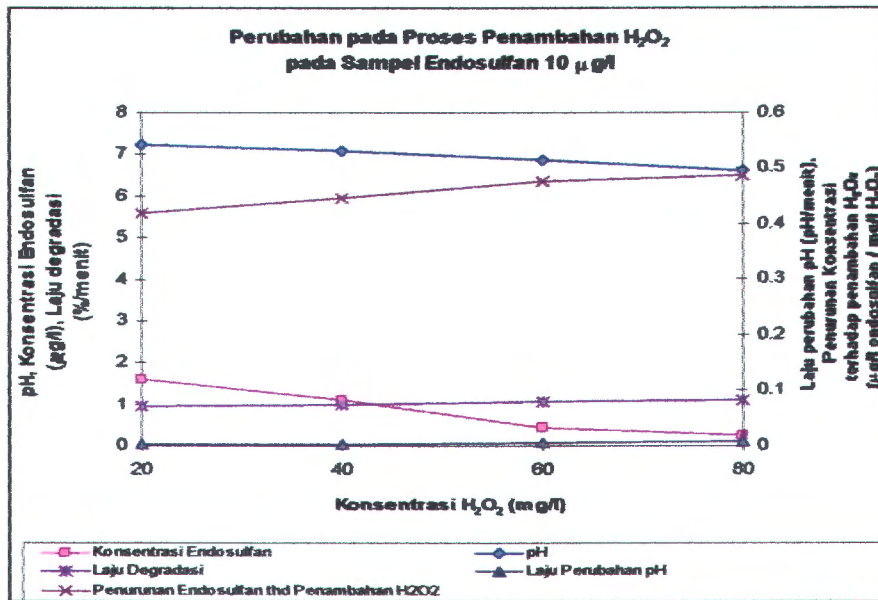
Sampel Endosulfan 1 $\mu g/l$					Sampel Endosulfan 10 $\mu g/l$				
H_2O_2 (mg/l)	Alpha + Beta Endosulfan				H_2O_2 (mg/l)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi ($\mu g/l$)	Penurunan konsentrasi terhadap penambahan H_2O_2	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi ($\mu g/l$)	Penurunan konsentrasi terhadap penambahan H_2O_2	Laju degradasi	Laju perubahan pH
10	0.3059	0.0306	0.3399	0.0011	20	8.3968	0.4198	0.9330	0.0016
20	0.4597	0.0460	0.5108	0.0003	40	8.9150	0.4457	0.9906	0.0032
40	0.5165	0.0258	0.5739	0.0016	60	9.5615	0.4781	1.0624	0.0057
50	0.7472	0.0747	0.5503	0.0026	80	9.7496	0.4875	1.0833	0.0082
70	0.8787	0.0439	0.9763	0.0050					

Sumber : Hasil Perhitungan

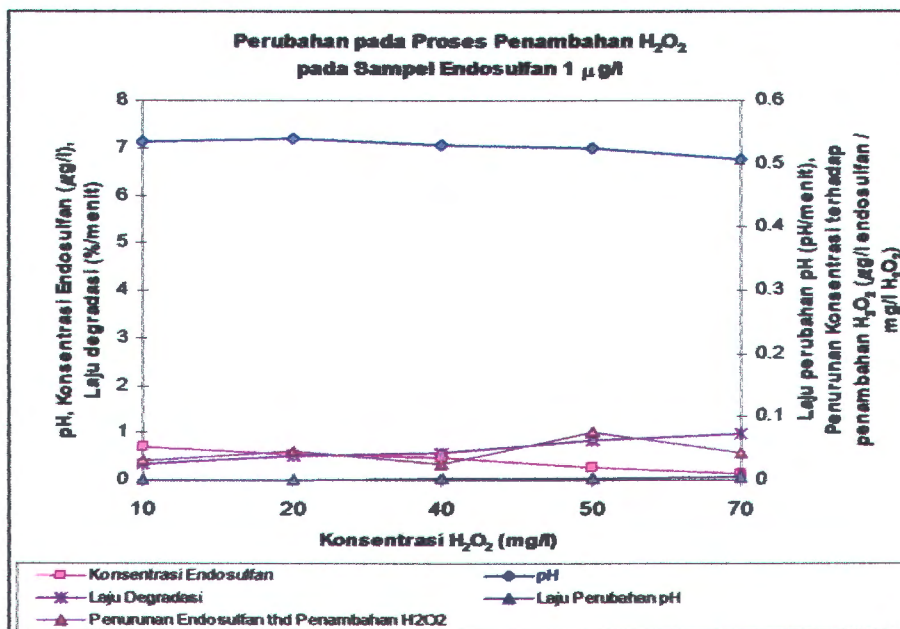
Keterangan Tabel 4.3.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi awal dengan konsentrasi setelah proses fotokimia berlangsung
- Penurunan konsentrasi terhadap penambahan H_2O_2 ($\mu g/l / mg/l$) =
penurunan konsentrasi / Selisih penambahan H_2O_2
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = persen degradasi / 90 menit penyinaran UV
- Laju perubahan pH (pH / menit) = perubahan pH / 90 menit penyinaran UV

Berdasarkan hasil perhitungan diatas, maka untuk memudahkan penentuan dosis optimum H_2O_2 data pada tabel-tabel tersebut diatas diplotkan pada grafik hubungan penambahan H_2O_2 terhadap parameter tersebut. Grafik yang dimaksud adalah seperti pada **Gambar 4.2.** dan **Gambar 4.3.** berikut :



Gambar 4.2. Grafik Penentuan Dosis Optimum H₂O₂ Konsentrasi Endosulfan 10µg/l



Gambar 4.3. Grafik Penentuan Dosis Optimum H₂O₂ Konsentrasi Endosulfan 1 µg/l

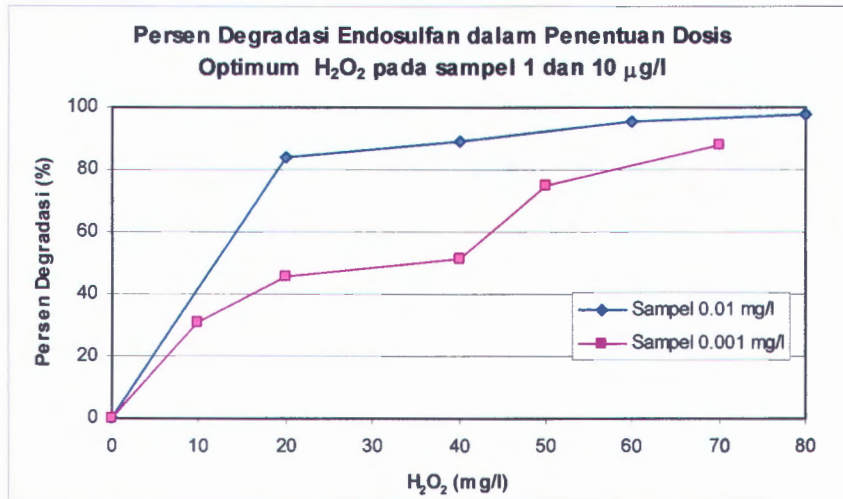
Dari grafik pada kedua gambar ditentukan bahwa penambahan dosis H₂O₂ sebesar 60 mg/l pada sampel 10 µg/l memberikan hasil yang memenuhi kriteria sebagai dosis optimum. Begitu halnya penambahan dosis H₂O₂ sebesar 50 mg/l pada

sampel 1 $\mu\text{g/l}$. Jika dosis H_2O_2 yang ditambahkan terlalu banyak hingga melebihi dosis optimum pada suatu reaksi, maka yang terjadi adalah H_2O_2 dapat memperlambat tingkat reaksi proses itu sendiri walaupun diradiasi dengan sinar UV (Chu, W., Wong, C. C., 2004).

Rasio konsentrasi sampel endosulfan yang mencapai 10 kali lipat ternyata tidak menentukan dosis optimumnya mencapai 10 kali lipat pula. Komposisi endosulfan pada sampel awal endosulfan dapat mempengaruhi penentuan dosis yang diperlukan untuk pemecahan senyawanya. Sampel awal konsentrasi endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$ mengandung 66.16% α endosulfan dan 33.84% β endosulfan, sedangkan pada sampel konsentrasi 10 $\mu\text{g/l}$ mengandung 54.84% α endosulfan dan 45.16% β endosulfan. Dan dari **Tabel 4.1.** diatas terlihat bahwa persen degradasi senyawa α endosulfan lebih kecil daripada β karena senyawa α endosulfan memiliki sifat hidrofobik yang lebih besar ($\log K_{ow} \sim 4.63$) dibandingkan senyawa β endosulfan ($\log K_{ow} \sim 4.34$) sehingga menyebabkannya lebih sulit terurai dibandingkan β endosulfan (German Federal Environment Agency, 2004).

Dalam penentuan dosis optimum diatas, ditentukan pula parameter dosis yang menghasilkan pH proses di kisaran 7 atau lebih. Hal ini dilakukan untuk menjaga bahwa pada kelanjutan proses penyinaran pH yang turun tidak mencapai nilai di bawah 7. Menurut German Federal Environment Agency (2004), parameter pH memiliki peranan penting dalam proses pemecahan atau degradasi senyawa endosulfan dimana pH diatas 7, proses hidrolisis akan lebih cepat daripada kondisi yang lebih asam. Selain pH, suhu juga mempengaruhi tingkat hidrolisis dimana suhu tinggi ($25\text{-}30^\circ\text{C}$) memberikan tingkat hidrolisis yang tinggi pula (U. S. Environmental Protection Agency, 2001). Suhu pada proses tersebut diatas berada

pada kisaran 29 – 30°C sehingga sudah memenuhi kondisi proses pemecahan senyawa endosulfan.



Gambar 4.4. Grafik Persen Degradasi Konsentrasi Endosulfan 1 µg/l dan 10 µg/l

Pada **Gambar 4.4.** diatas dapat dilihat bahwa pada sampel 1 µg/l grafik kenaikan persen degradasi tidak linear dan terdapat kenaikan yang tajam, sedangkan pada sampel 10 µg/l grafiknya cukup linear setelah penambahan dosis terkecil. Hal ini terjadi karena pengaruh senyawa α endosulfan yang lebih besar pada sampel 1 µg/l. Kemudian laju kenaikan sedikit menurun setelah penambahan dosis optimum, karena penambahan konsentrasi H₂O₂ yang lebih besar dapat mengurangi pembentukan radikal hidroksil (OH[•]) yang dapat memecah senyawa endosulfan yang tersisa. Kelebihan dosis H₂O₂ justru mengakibatkan reaksi dengan OH[•] sebagaimana reaksi berikut (Doong, 1997):



dimana kemampuan oksidasi HO_2° relatif kecil dibanding OH° . Reaksi HO_2° dengan H_2O_2 dapat menghasilkan OH° kembali namun membutuhkan waktu yang lebih lama.

B. Penentuan Dosis Optimum TiO_2 pada sampel awal konsentrasi endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$

Seperti halnya pada penentuan dosis optimum H_2O_2 , penambahan dosis TiO_2 dilakukan mulai dari dosis terkecil ke dosis yang lebih besar hingga didapatkan dosis optimumnya melalui penambahan yang berlangsung per proses fotokimia. Dosis optimum TiO_2 yang dimaksudkan adalah dosis yang mampu memberikan persen degradasi terbesar dan pH proses masih berada di kisaran 7 atau lebih, serta memiliki laju degradasi yang besar dan perubahan kekeruhan yang kecil terhadap kondisi awal.

Tabel 4.4. Penambahan dosis TiO_2 pada sampel konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$

Sampel Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$						
TiO_2 (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
500	0.5369	18.8463	0.2526	25.3629	0.7895	21.0517
750	0.1577	76.1602	0.0536	84.1605	0.2113	78.8677
1000	0.0988	85.0724	0.0456	86.5406	0.1443	85.5693
1250	0.0628	90.5061	0.0197	94.1917	0.0825	91.7534
Sampel Endosulfan 10 $\mu\text{g/l}$						
TiO_2 (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
250	0.2275	95.8512	0.0851	98.1158	0.3126	96.8740
500	0.1834	96.6550	0.0732	98.3790	0.2566	97.4336
750	0.1476	97.3079	0.0617	98.6329	0.2094	97.9064
1000	0.0905	98.3491	0.0343	99.2397	0.1249	98.7513
1250	0.0800	98.5408	0.0113	99.7506	0.0913	99.0872

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Keterangan Tabel 4.4.:

Konsentrasi α -endosulfan dan β -endosulfan berdasarkan analisa dan perhitungan pada Lampiran 1.

Contoh Perhitungan Persen Degradasi :

Konsentrasi α -endosulfan awal = 0.6616 $\mu\text{g/l}$

Konsentrasi α -endosulfan penambahan 500 mg/l TiO_2 = 0.5369 $\mu\text{g/l}$

Persen Degradasi = $100 \% \times (\text{konsentrasi } t_0 - \text{konsentrasi } t_1) / \text{konsentrasi } t_0$

Contoh perhitungan = $100 \% \times (0.6616 - 0.5369) / 0.6616 = 18.85 \%$

(Cara Perhitungan Persen Degradasi berlaku untuk seluruh analisa pada Bab ini)

Tabel 4.4. di atas menunjukkan data adanya penurunan konsentrasi dan kenaikan persen degradasi baik pada α -endosulfan maupun β -endosulfan. Semakin besar persen degradasi berarti proses fotokimia dalam kondisi tersebut semakin efektif dalam memecah senyawa endosulfan. Persen degradasi dihitung dari selisih konsentrasi setelah proses fotokimia dan adanya penambahan TiO_2 dosis tertentu dengan kondisi awal sampel endosulfan. Sedangkan pada **Tabel 4.5.** berikut ini dapat dilihat perubahan nilai parameter yang terjadi seiring dengan dosis TiO_2 yang semakin besar. Nilai pH semakin meningkat apabila dosis TiO_2 semakin besar, begitu pula tingkat kekeruhan pada sampel. Sementara itu, suhu setelah proses penyinaran selama 90 menit mengalami peningkatan hingga $\pm 2^\circ\text{C}$.

Tabel 4.5. Perubahan pH, kekeruhan dan suhu terhadap Penambahan dosis TiO_2 pada Sampel Konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$

Sampel Konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$					Sampel Konsentrasi 10 $\mu\text{g/l}$				
TiO_2 (mg/l)	pH	Perubahan an pH	Suhu ($^\circ\text{C}$)	Kekeruhan (NTU)	TiO_2 (mg/l)	pH	Perubahan an pH	Suhu ($^\circ\text{C}$)	Kekeruhan (NTU)
0	7.08	-	28.0	0	0	7.25	-	27.1	0
500	8.42	1.34	28.5	336	250	8.50	1.25	28.2	242
750	8.53	1.45	28.5	354	500	8.57	1.32	28.2	344
1000	8.74	1.66	28.4	567	750	8.60	1.35	28.5	392
1250	8.82	1.74	28.2	621	1000	8.76	1.51	29.1	513
					1250	8.97	1.72	29.7	637

Sumber : Hasil Analisa

Keterangan Tabel 4.5.:

Perubahan pH didapatkan dari selisih antara pH awal dengan pH setelah proses fotokimia berlangsung

Pada **Tabel 4.6.** berikut ini disajikan data mengenai perubahan yang terjadi terhadap penambahan TiO_2 pada proses fotokimia dan perhitungan laju perubahannya.

Tabel 4.6. Perubahan Konsentrasi Endosulfan dan pH terhadap Penambahan dosis TiO_2 pada sampel konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$

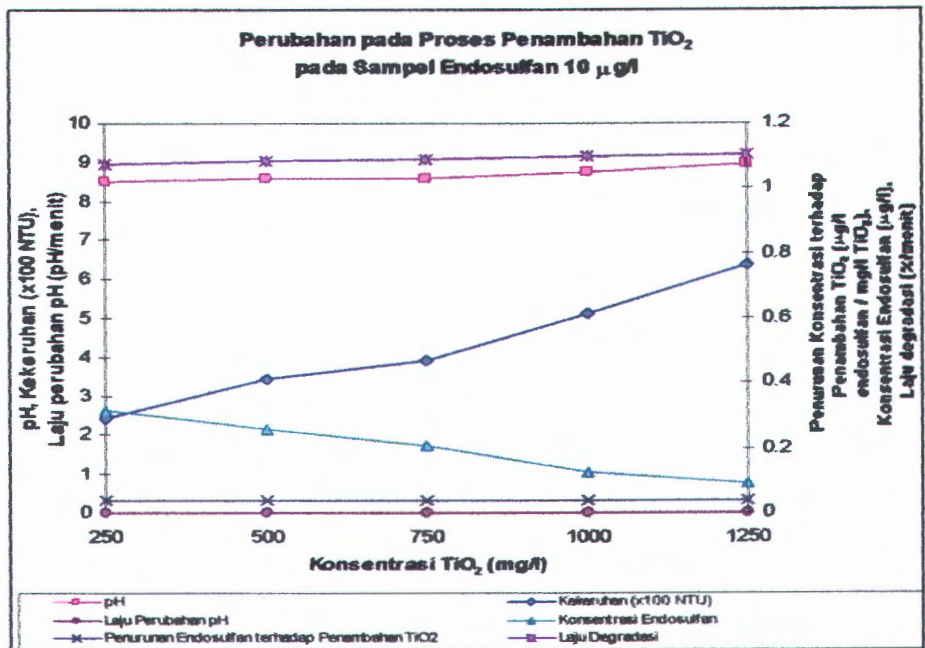
Sampel Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$					Sampel Endosulfan 10 $\mu\text{g/l}$				
TiO_2 (mg/l)	Alpha + Beta Endosulfan				TiO_2 (mg/l)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Penurunan konsentrasi terhadap penambahan TiO_2	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Penurunan konsentrasi terhadap penambahan TiO_2	Laju degradasi	Laju perubahan pH
500	0.2105	0.0004	0.2339	0.0149	250	9.6874	0.0387	1.0764	0.0139
750	0.7887	0.0032	0.8763	0.0161	500	9.7434	0.0390	1.0826	0.0147
1000	0.8557	0.0034	0.9508	0.0184	750	9.7906	0.0392	1.0878	0.0150
1250	0.9175	0.0037	1.0195	0.0193	1000	9.8751	0.0395	1.0972	0.0168
					1250	9.9087	0.0396	1.1010	0.0191

Sumber : Hasil Perhitungan

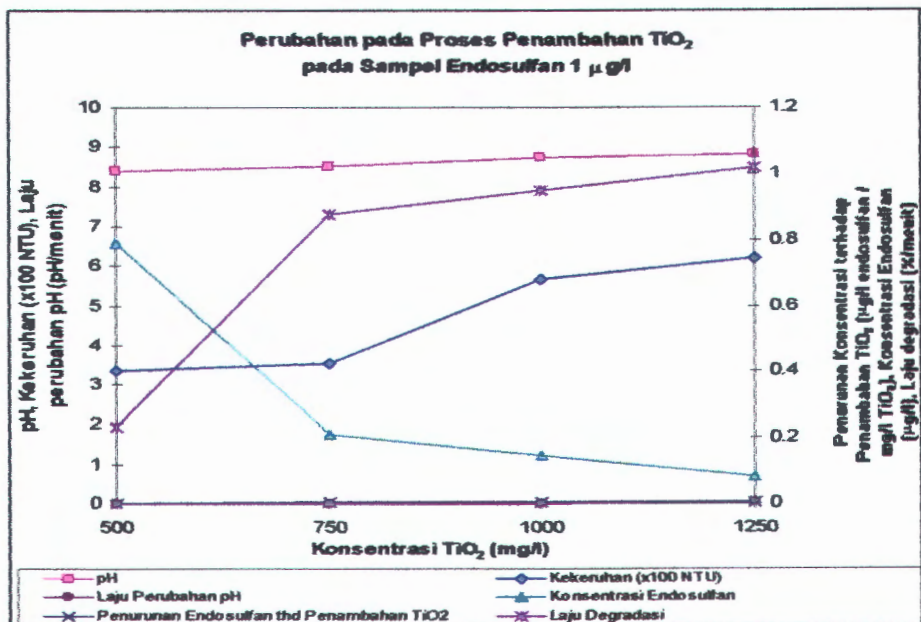
Keterangan Tabel 4.6.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi awal dengan konsentrasi setelah proses fotokimia berlangsung
- Penurunan konsentrasi terhadap penambahan TiO_2 ($\mu\text{g/l} / \text{mg/l}$) = $\frac{\text{penurunan konsentrasi}}{\text{Selisih penambahan } \text{TiO}_2}$
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = $\frac{\text{persen degradasi}}{90 \text{ menit penyinaran UV}}$
- Laju perubahan pH (pH / menit) = $\frac{\text{perubahan pH}}{90 \text{ menit penyinaran UV}}$

Berdasarkan hasil perhitungan diatas, maka untuk memudahkan penentuan dosis optimum TiO_2 data pada tabel-tabel tersebut diatas diplotkan pada grafik hubungan penambahan TiO_2 terhadap parameter tersebut. Grafik yang dimaksud adalah seperti pada **Gambar 4.5.** dan **Gambar 4.6.** berikut :



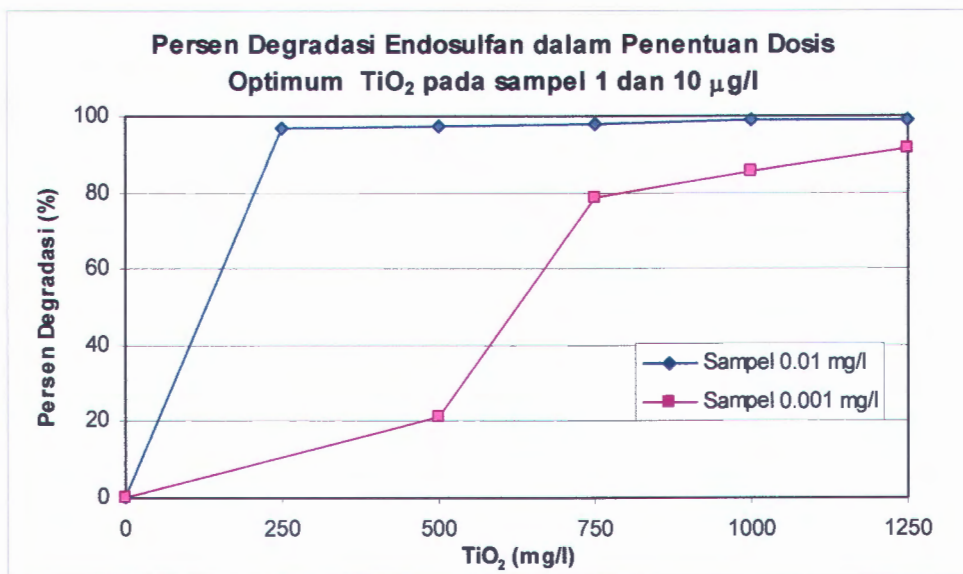
Gambar 4.5. Grafik Penentuan Dosis Optimum TiO₂ Sampel Endosulfan 10 µg/l



Gambar 4.6. Grafik Penentuan Dosis Optimum TiO₂ Sampel Endosulfan 1 µg/l

Dari grafik pada kedua gambar diatas, dapat ditentukan bahwa penambahan dosis TiO₂ sebesar 1000 mg/l pada sampel 10 µg/l memberikan hasil yang memenuhi kriteria sebagai dosis optimum. Begitu halnya penambahan dosis TiO₂ sebesar 750

mg/l pada sampel 1 $\mu\text{g/l}$. Perbandingan antara kebutuhan TiO_2 dengan konsentrasi awal endosulfan yang diolah juga tidak sebanding, dimana dengan perbandingan konsentrasi awal mencapai 10 kali lipat, kebutuhan TiO_2 hanya $\frac{3}{4}$ nya karena dengan total volume air yang sama yaitu 10 L, penambahan TiO_2 yang semakin banyak akan membuat air menjadi keruh. Menurut Kerzhentsev *et al* (1992), kekeruhan akibat penambahan katalis ini dapat mengganggu proses penyisihan kontaminan karena energi foton untuk pengaktifan katalis sulit terbentuk akibat sinar yang terhalang oleh partikel.



Gambar 4.7. Grafik Persen Degradasi Konsentrasi Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$

Dari **Gambar 4.7.** diatas dapat dilihat bahwa pada sampel 10 $\mu\text{g/l}$ grafik kenaikan persen degradasi linear setelah penambahan dosis terkecil, sedangkan pada sampel 1 $\mu\text{g/l}$ grafiknya tidak linear dan terdapat kenaikan yang tajam. Hal ini dapat terjadi karena pengaruh kandungan senyawa α endosulfan yang lebih besar pada sampel 1 $\mu\text{g/l}$. Secara umum, semakin besar penambahan dosis TiO_2 semakin besar,

semakin besar pula radikal hidroksil OH° yang terbentuk, maka semakin besar pula persen degradasi konsentrasi endosulfan. Hal ini dapat dijelaskan melalui reaksi berikut (Doong, 1997):



Akan tetapi, penambahan TiO_2 dengan dosis yang lebih besar tidak memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan dosis yang lebih kecil. Ini dikarenakan fotokatalis TiO_2 dapat terbentuk kembali selama proses penyinaran, jadi kemungkinan besar kekeruhan yang ditimbulkan oleh pembentukan kembali TiO_2 tersebut, akan berpengaruh pada proses penyinaran oleh lampu UV.

4.2.1. PENGARUH PENAMBAHAN H_2O_2

Proses ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh langsung H_2O_2 tanpa adanya penyinaran UV. Konsentrasi H_2O_2 yang ditambahkan adalah dosis optimum dari hasil penelitian pendahuluan, yaitu 50 mg/l untuk konsentrasi endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$ dan 60 mg/l untuk konsentrasi endosulfan 10 $\mu\text{g/l}$. Hasil yang diperoleh setelah proses berlangsung 90 menit adalah seperti pada **Tabel 4.7**.

Dari **Tabel 4.7.**, diketahui bahwa proses oksidasi tanpa bantuan dari sinar UV dapat berlangsung dengan penambahan H_2O_2 . Hal ini berarti bahwa proses tersebut berlangsung tanpa adanya pengaruh radikal hidroksil OH° . Hasil yang didapatkan adalah degradasi sebesar 41.8% pada sampel konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan sebesar 59.4% pada sampel konsentrasi 10 $\mu\text{g/l}$.

Tabel 4.7. Pengaruh Penambahan dosis H₂O₂ Optimum terhadap penurunan konsentrasi endosulfan pada sampel konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
H ₂ O ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
50	0.3932	40.5702	0.1888	44.2258	0.5819	41.8073
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
H ₂ O ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
60	2.7084	50.6084	1.3464	70.1882	4.0548	59.4516

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Proses tersebut dapat berlangsung karena adanya reaksi dekomposisi spontan H₂O₂ yang tidak stabil. Proses ketidakstabilan ini dikarenakan adanya pengaruh suhu ruang sehingga terjadi proses hidrolisa dalam air berkontaminan endosulfan seperti yang terlihat pada reaksi berikut (Laming et al., 1964 dalam Hung D.Q., 2002):



4.2.2. PENGARUH FOTOKATALIS TiO₂

Proses ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh langsung penambahan TiO₂ tanpa adanya penyinaran UV. Konsentrasi TiO₂ yang ditambahkan adalah dosis optimum dari hasil penelitian pendahuluan, yaitu sebesar 750 mg/l untuk konsentrasi endosulfan 1 µg/l dan 1000 mg/l untuk konsentrasi endosulfan 10 µg/l. Hasil yang diperoleh setelah proses berlangsung 90 menit adalah seperti pada **Tabel 4.8.** sebagai berikut.

Tabel 4.8. Pengaruh Penambahan dosis TiO₂ Optimum terhadap penurunan konsentrasi endosulfan pada sampel konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
TiO ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
750	0.4347	34.2896	0.2166	35.9894	0.6514	34.8648
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
TiO ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
1000	0.2822	94.8529	0.1444	96.8019	0.4267	95.7332

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Dari **Tabel 4.8.** diatas diketahui bahwa proses oksidasi tanpa bantuan dari sinar UV dapat berlangsung dengan penambahan TiO₂. Persen degradasi yang dicapai berkisar antara 34% untuk konsentrasi endosulfan 1 µg/l dan 95% untuk konsentrasi endosulfan 10 µg/l. Proses ini dapat berlangsung karena penambahan TiO₂ dapat memberikan pengaruh perubahan pH dimana pada kondisi yang semakin basa, maka senyawa endosulfan akan semakin mudah terdekomposisi secara hidrolisis. Hal lain adalah kemungkinan masih adanya sinar UV yang lolos dan mampu diadsorpsi oleh TiO₂ selama proses penelitian. Sumber UV tersebut dapat berasal dari sinar matahari yang menyebabkan fotokatalis teraktifkan secara tidak langsung.

4.2.3. PENGARUH SINAR ULTRAVIOLET (UV)

Untuk mengetahui adanya pengaruh sinar UV, maka masing-masing sampel disinari lampu UV 15 watt secara langsung, tanpa disertai penambahan H₂O₂ maupun TiO₂. Adapun hasilnya seperti pada **Tabel 4.9.** berikut:

Tabel 4.9. Pengaruh Sinar UV terhadap penurunan konsentrasi endosulfan pada sampel konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
90	0.3162	52.1978	0.1468	56.6101	0.4631	53.6910
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	3.1486	42.5816	1.3489	70.1333	4.4975	55.0252

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Berdasarkan penelitian Archer (1972), fotodekomposisi dapat diaplikasikan untuk pemecahan senyawa endosulfan dimana dihasilkan produk samping berupa endosulfan diol tanpa adanya penambahan bahan kimia lain. Penelitian tersebut berlangsung dengan penyinaran lampu UV 15 Watt secara langsung lapisan tipis (20 cm x 20 cm x 50 cm) yang mengandung senyawa endosulfan pada jarak 6 cm dan suhu mencapai 35°C. Dari **Tabel 4.9.** diatas, penyinaran langsung dari lampu UV mampu memberikan pengaruh terhadap penurunan endosulfan. Namun hasil yang didapatkan tidaklah efektif karena persen degradasi hanya mencapai 55% pada rentang waktu yang cukup lama karena sampel endosulfan pada proses tersebut memiliki ketinggian air 8 cm dan jarak penyinaran 6 cm. Hal ini berarti bahwa proses tersebut masih membutuhkan tambahan berupa katalis ataupun oksidator. Perlu kajian lebih lanjut mengenai berapa lama waktu penyinaran langsung UV tanpa adanya penambahan katalis atau oksidator dan seberapa besar efektifitasnya termasuk variasi daya lampu yang semakin besar.

Perhitungan intensitas radiasi sinar UV dapat diukur dengan radiometer, namun dalam hal ini digunakan pendekatan matematis untuk sumber cahaya yang memancar ke segala arah (isotropik) yaitu:

$$I_e = \frac{I_e}{R^2}$$

Menurut Ryer (1998), nilai intensitas radiasi (I_e) pada sumber isotropik adalah :

$$1 \text{ Watt / steradian } (I_e) = 12.566 \text{ Watt}$$

sehingga dengan daya lampu 15 watt maka nilai intensitas radiasi minimum yang dipancarkan oleh lampu merkuri dengan jarak penyinaran ke permukaan 6 cm dan ketinggian air 8 cm (total 14 cm) adalah

$$I_e = \frac{(15/12.566)}{14^2} = 6.09 \times 10^{-3} \text{ W/cm}^2$$

Lampu merkuri tersebut dapat memancarkan sinar UV-C dalam jumlah dominan. Dengan panjang gelombang antara 100 – 280 nm, energi yang dihasilkan seperti yang tercantum pada **Tabel 2.1** berkisar antara 114 – 143 kkal/mol atau 479 – 598 kJ/mol. Energi cahaya ini diserap oleh molekul dalam satuan foton yang berpengaruh pada kemampuan cahaya untuk memecah H_2O_2 dan TiO_2 menjadi ion radikal bebas. Energi ini berbanding terbalik dengan panjang gelombang. Jadi semakin pendek panjang gelombang suatu cahaya, energi pancaran yang diberikan semakin besar. Dengan demikian energi foton yang dihasilkan dan diserap oleh molekul juga akan semakin besar.

4.2.4. PENGARUH KETINGGIAN AIR

Untuk mengetahui pengaruh ketinggian air terhadap efektifitas penyinaran, maka dilakukan penyinaran dan penambahan H₂O₂ atau TiO₂ optimum pada sampel dengan konsentrasi tetap (10 µg/l) dengan variasi ketinggian 8cm, 12 cm, dan 14 cm. Adapun hasil yang diperoleh setelah proses berlangsung selama 90 menit dapat dilihat pada **Tabel 4.10.** dan **Tabel 4.11** berikut ini:

Tabel 4.10. Pengaruh Ketinggian air dengan penambahan H₂O₂ dan TiO₂ optimum terhadap penurunan konsentrasi endosulfan pada sampel konsentrasi 10 µg/l

Sampel Endosulfan 10 µg/l + H ₂ O ₂							
t (menit)	H (cm)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
		Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	-	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	8	0.3062	94.4159	0.1322	97.0720	0.4385	95.6155
	12	0.2824	94.8493	0.1476	96.7324	0.4300	95.6998
	16	0.2955	94.6120	0.1378	96.9485	0.4333	95.6673
Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂							
t (menit)	H (cm)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
		Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	-	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	8	0.0905	98.3491	0.0343	99.2397	0.1249	98.7513
	12	0.2762	94.9625	0.0944	97.9100	0.3706	95.2211
	16	0.7359	86.5799	0.3020	93.3132	1.0379	89.6210

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Dari **Tabel 4.10.** diatas, proses penambahan H₂O₂ pada berbagai ketinggian air relatif tidak memberikan perubahan persen degradasi. Hal ini menunjukkan bahwa proses penyinaran masih dapat berlangsung pada jarak radiasi mencapai 22 cm dari sumber lampu UV. Sinar UV masih dapat menembus hingga ke dasar karena tidak ada partikel yang menghalangi sehingga proses pembentukan ion hidroksil bebas dapat terus berlangsung. Sedangkan pada penambahan TiO₂ terjadi perubahan,

dimana semakin tinggi atau dalam air yang akan diolah, maka persen degradasinya akan semakin kecil. Hasil ini memberikan indikasi bahwa semakin dalam air, maka sinar UV yang diadsorp oleh TiO_2 semakin sedikit. Menurut hasil penelitian Mediawati, (2005), bertambahnya kedalaman air menyebabkan energi foton sulit menembus ke dasar sehingga fungsi pengaktifan TiO_2 berkurang dan hanya TiO_2 yang berada pada permukaan saja yang teraktifkan dan bereaksi dalam proses oksidasi fotokimia. Kekeruhan akibat penambahan katalis ini dapat mengganggu proses penyisihan kontaminan karena energi foton untuk pengaktifan katalis sulit terbentuk akibat sinar yang terhalang oleh partikel (Kerzhentsev, *et al*, 1992).

Tabel 4.11. Perubahan pH, suhu, dan Kekeruhan terhadap Penambahan dosis H_2O_2 dan TiO_2 pada Variasi Ketinggian Air

Penambahan dosis	pH			Suhu			Kekeruhan (NTU)		
	Ketinggian Air (cm)			Ketinggian Air (cm)			Ketinggian Air (cm)		
	8	12	16	8	12	16	8	12	16
H_2O_2	6.86	7.02	7.04	30.1	23.9	23.8	-	-	-
TiO_2	8.76	7.90	8.93	29.1	23.9	31.9	513	535	635

Sumber : Hasil Analisa

Pada **Tabel 4.11.** ditunjukkan naiknya tingkat kekeruhan dengan semakin besar ketinggian air, yaitu dari 513 NTU pada 8 cm hingga 635 NTU pada 16 cm. Adanya perluasan area air dengan meningkatnya volume kemungkinan membuat ruang gerak partikel koloid berupa bubuk TiO_2 semakin besar, sehingga partikel koloid tersebut bergerak bebas ke segala arah dan secara tidak langsung menghalangi proses adsorpsi sinar UV oleh TiO_2 itu sendiri yang berada di posisi bawah. Dari hasil tersebut didapatkan bahwa penyinaran paling efektif pada ketinggian air 8 cm dan dapat dikatakan bahwa semakin pendek jarak penyinaran dengan sumber lampu UV, maka persen degradasi semakin meningkat.

4.3. PENELITIAN BATCH

Penelitian utama sistem batch ini dilakukan untuk mengkaji efektifitas dosis optimum dalam menurunkan konsentrasi endosulfan berdasarkan lamanya waktu proses penyinaran lampu UV. Selain itu juga dikaji kombinasi proses yang paling optimum antara penambahan katalis dan oksidator dosis optimum yang mampu memberikan persen degradasi terbesar.

Tabel 4.12. Perubahan pH dan suhu pada proses Batch

Kombinasi Proses	Konsentrasi endosulfan (mg/l)	pH pada menit ke-					Suhu pada menit ke-				
		0	90	180	270	360	0	90	180	270	360
UV + H ₂ O ₂	10	7.21	7.17	7.23	7.1	7.04	28.7	30.2	32.2	33.4	34.5
	1	7.05	6.78	7.04	7.13	7.11	28.4	30.3	32.2	33.3	34.2
UV + TiO ₂	10	8.89	8.84	8.53	8.41	8.28	28.8	30.3	32.2	34.2	34.9
	1	7.26	8.98	8.73	8.54	8.34	28.6	30.7	32.9	34.5	35.6
UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂	10	9.08	8.79	8.19	8.52	8.32	28.5	30.6	32.4	33.5	34.7
	1	8.96	8.90	8.62	8.46	8.24	28.6	30.3	32.0	33.2	33.7

Sumber : Hasil Analisa

Pada Tabel 4.12. diatas dapat dilihat perubahan pH dan suhu pada masing-masing kombinasi proses seiring dengan meningkatnya waktu penyinaran lampu UV. Secara umum, pH mengalami fluktuasi terhadap fungsi waktu dimana 90 menit pertama mengalami penurunan pH kemudian meningkat lagi, sedangkan suhu mengalami peningkatan. Pada awal proses menit ke-0, penambahan TiO₂ menyebabkan peningkatan pH dan seiring proses penyinaran pH dalam proses mengalami penurunan. Hal ini menunjukkan bahwa dalam proses penyinaran tersebut memang terjadi pelepasan energi dan adanya pelepasan ion H⁺ akibat dari pemecahan oksidator maupun fotokatalis.

4.3.1. PROSES UV + H₂O₂

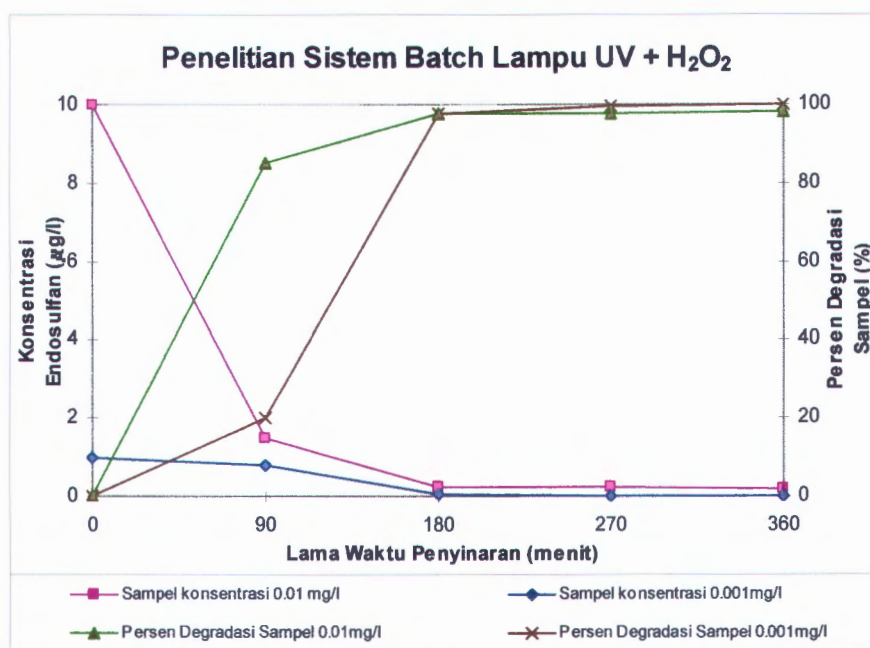
Proses penyinaran UV dengan melibatkan oksidator H₂O₂ memberikan hasil yang cukup efektif dalam memecah senyawa endosulfan baik pada konsentrasi 1 µg/l maupun 10 µg/l. Seperti terlihat pada **Tabel 4.13.**, konsentrasi senyawa α maupun β-endosulfan mengalami penurunan seiring lamanya proses penyinaran.

Pada konsentrasi endosulfan 1 µg/l dengan penambahan dosis optimum H₂O₂ sebesar 50 mg/l mampu menurunkan senyawa endosulfan hingga tidak terbaca lagi adanya kandungan endosulfan pada penyinaran selama 270-360 menit. Berbeda dengan konsentrasi 10 µg/l, penambahan H₂O₂ optimum 60 mg/l hingga menit ke-360 masih terdapat senyawa endosulfan yang belum dapat terdegradasi.

Tabel 4.13. Penurunan Konsentrasi Endosulfan Pada Sistem Batch UV+H₂O₂

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
90	0.5319	19.6015	0.2678	20.8727	0.7997	20.0317
180	0.0149	97.7476	0.0099	97.0683	0.0248	97.5177
270	0.0028	99.5785	0.0000	100.0000	0.0028	99.7211
360	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	1.0353	81.1206	0.4487	90.0646	1.4840	85.1601
180	0.1679	96.9373	0.0815	98.1949	0.2495	97.5053
270	0.1550	97.1732	0.0677	98.5017	0.2227	97.7732
360	0.1172	97.8626	0.0657	98.5448	0.1829	98.1707

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan



Gambar 4.8. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel 1 µg/l dan 10 µg/l Sistem Batch Lampu UV + H₂O₂

Grafik pada **Gambar 4.8.** di atas menunjukkan bahwa penyinaran 90 menit pertama pada sampel 10 µg/l kenaikan persen degradasi cukup tajam, namun pada penyinaran berikutnya mengalami penurunan laju meskipun masih terdapat kenaikan degradasi. Sedangkan pada sampel 1 µg/l, laju kenaikan degradasi terbesar terjadi pada penyinaran 90 menit kedua. Hal ini menandakan bahwa selama proses tersebut terjadi pelepasan ion H⁺ sehingga kondisi reaksi menjadi asam. Kondisi inilah yang menyebabkan adanya penurunan laju proses degradasi.

Seperti pada **Tabel 4.12.** diatas dan **Tabel 4.14.** berikut ini dapat diketahui bahwa pada sampel 1 µg/l, proses 90 menit pertama terdapat laju penurunan pH terbesar hingga pH mencapai 6.78 yang menyebabkan laju degradasi endosulfan kecil yaitu 0.22%/menit dibanding pada sampel 10 µg/l yaitu sebesar 0.94%/menit. Kemudian untuk proses 90 menit kedua dan ketiga, pH mengalami kenaikan hingga mencapai pH 7.04 dan 7.13 sehingga laju degradasi meningkat pula. Selain karena

dengan pH diatas 7 senyawa endosulfan akan lebih mudah terdegradasi, menurut Chu dan Wong (2004) umumnya pada dosis H₂O₂ yang optimum, tingkat reaksi akan meningkat sejalan dengan meningkatnya level pH dan level pH yang optimum tersebut kira-kira berada pada level 6 sehingga pada proses 90 menit kedua terjadi penurunan endosulfan terbesar dan β endosulfan sudah tak terdeteksi lagi. Selanjutnya 90 menit terakhir, pH mengalami penurunan kembali dan laju degradasi sangat kecil karena memang sudah tidak terdeteksi lagi adanya senyawa endosulfan.

Tabel 4.14. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada sampel konsentrasi 1 µg/l dan 10 µg/l Sistem Batch UV+H₂O₂

Sampel Endosulfan 1 µg/l					Sampel Endosulfan 10 µg/l				
t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan				t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi (µg/l)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi (µg/l)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH
90	0.2003	0.0022	0.2226	0.0030	90	8.5160	0.0946	0.9462	0.0004
180	0.7749	0.0086	0.8610	-0.0029	180	1.2345	0.0137	0.1372	-0.0007
270	0.0220	0.0002	0.0245	-0.0010	270	0.0268	0.0003	0.0030	0.0014
360	0.0028	0.0000	0.0031	0.0013	360	0.0397	0.0004	0.0044	0.0007

Sumber : Hasil Perhitungan

Keterangan Tabel 4.14.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi pada t dengan konsentrasi pada t-90
- Laju penurunan endosulfan (µg/l / menit) = penurunan konsentrasi / 90 menit
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = Selisih persen degradasi t dengan t-90 / 90 menit
- Laju perubahan pH (pH / menit) = perubahan pH / 90 menit ((-) menandakan adanya kenaikan pH)

Sebaliknya pada sampel 10 µg/l, meski 90 menit pertama pH juga mengalami penurunan namun masih mencapai level 7.17 sehingga pada kondisi ini terdapat laju degradasi terbesar. Selanjutnya pH mengalami kenaikan pada menit 180, namun pada menit 270 dan 360 kembali mengalami penurunan sehingga laju degradasi pada 90 menit kedua lebih besar daripada kedua proses terakhir dan masih senyawa endosulfan masih terdeteksi pada akhir proses.

4.3.2. PROSES UV + TiO₂

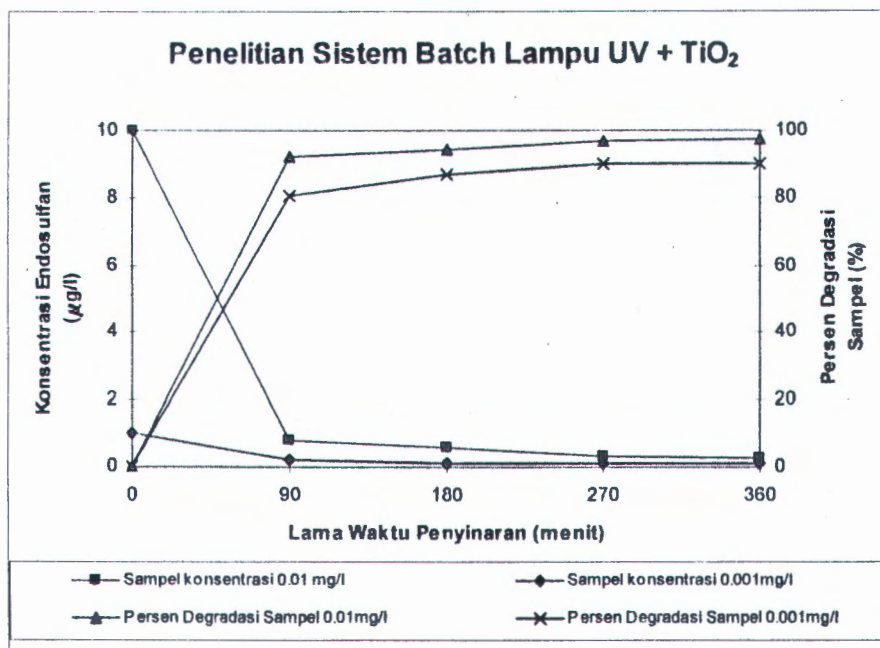
Bila dibandingkan dengan proses penyinaran UV dengan melibatkan oksidator H₂O₂, proses UV + TiO₂ memberikan hasil yang kurang efektif dalam memecah senyawa endosulfan baik konsentrasi 1 µg/l maupun 10 µg/l. Seperti terlihat pada Tabel 4.15, senyawa α maupun β-endosulfan mengalami degradasi seiring lamanya proses penyinaran, namun tidak satupun yang mampu mencapai hasil degradasi 100 % atau bahkan mendekatinya.

Tabel 4.15. Penurunan Konsentrasi Endosulfan Pada Sistem Batch UV+TiO₂

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
90	0.1329	79.9151	0.0607	82.0734	0.1935	80.6455
180	0.0941	85.7731	0.0369	89.1090	0.1310	86.9020
270	0.0726	89.0297	0.0302	91.0734	0.1028	89.7213
360	0.0715	89.1913	0.0296	91.2390	0.1012	89.8843
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	0.5514	89.9440	0.2649	94.1347	0.8163	91.8367
180	0.4286	92.0016	0.1685	96.2684	0.6071	93.9287
270	0.2218	95.9544	0.1153	97.4466	0.3372	96.6284
360	0.1872	96.5861	0.0756	98.3254	0.2628	97.3717

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

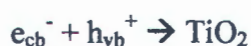
Penambahan fotokatalis TiO₂ kurang efektif, karena timbulnya kekeruhan berupa partikel-partikel koloid menghalangi penyinaran lampu UV untuk dapat menembus hingga lapisan bawah. Sehingga mengakibatkan sulitnya pengadsorpsian cahaya untuk pembentukan radikal OH^o yang mendegradasikan senyawa endosulfan.



Gambar 4.9. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel 1 $\mu\text{g/l}$ dan $10 \mu\text{g/l}$ Sistem Batch Lampu UV + TiO₂

Dari **Gambar 4.9.** diatas, kedua grafik penurunan endosulfan maupun kenaikan persen degradasi pada masing-masing sampel memiliki slope yang tajam hanya pada 90 menit pertama dimana selanjutnya laju reaksi melambat. Hal ini berarti penambahan dosis optimum yang telah ditentukan pada penelitian pendahuluan hanya berlaku untuk penyinaran 90 menit pertama. Meskipun penambahan TiO₂ menyebabkan kenaikan pH hingga diatas 8 dan kondisi menjadi basa, namun kondisi ini belum menjamin efektifitas pemecahan senyawa endosulfan. Efektifitas penyinaran UV berperan besar dalam pembentukan radikal bebas OH^o yang bereaksi dalam proses pemecahan senyawa endosulfan. Ketika konsentrasi katalis tersebut sangat tinggi dan berada pada jarak tertentu di jalur optik, maka kekeruhan yang ada akan menghambat penetrasi sinar pada reaktor (Kamble , S. P., Sawant, S. B., Pangarkar, V. G., 2003).

Berdasarkan Tabel 4.12. dan Tabel 4.16., laju kenaikan persen degradasi relatif sama dan sedikit mengalami peningkatan hanya pada saat lama penyinaran antara 90 -180 menit. Jadi dapat dikatakan bahwa pada proses ini terdapat titik jenuh yaitu pada menit ke-180 dimana selanjutnya laju reaksi menurun. Hal ini dapat dijelaskan melalui reaksi berikut (Doong, 1997):



Pada waktu tersebut, TiO_2 sudah banyak yang terbentuk kembali sehingga air menjadi keruh dan pembentukan radikal bebas OH° sudah berkurang akibat sinar UV yang terhalang dengan semakin keruhnya air. Dan dari reaksi diatas dapat diketahui bahwa terjadi pelepasan H^+ sehingga pH mengalami penurunan selama proses berlangsung.

Tabel 4.16. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada sampel konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Batch UV+ TiO_2

Sampel Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$					Sampel Endosulfan 10 $\mu\text{g/l}$				
t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan				t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH
90	0.8065	0.0090	0.8961	-0.0191	90	9.1837	0.1020	1.0204	0.0006
180	0.0626	0.0007	0.0695	0.0028	180	0.2092	0.0023	0.0232	0.0034
270	0.0282	0.0003	0.0313	0.0021	270	0.2700	0.0030	0.0300	0.0013
360	0.0016	0.0000	0.0018	0.0022	360	0.0743	0.0008	0.0083	0.0014

Sumber : Hasil Perhitungan

Keterangan Tabel 4.16.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi pada t dengan konsentrasi pada t-90
- Laju penurunan endosulfan ($\mu\text{g/l} / \text{menit}$) = penurunan konsentrasi / 90 menit
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = Selisih persen degradasi t dengan t-90 / 90 menit
- Laju perubahan pH (pH / menit) = perubahan pH / 90 menit ((-) menandakan adanya kenaikan pH)

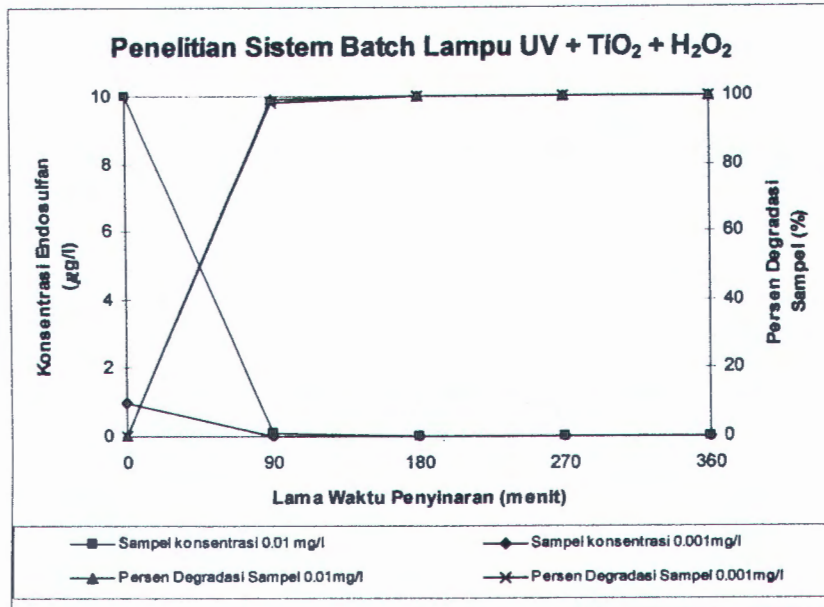
4.3.3. PROSES UV + H₂O₂ + TiO₂

Kombinasi penyinaran terhadap oksidan dan katalis memberikan hasil yang efektif dalam degradasi senyawa endosulfan. Hal ini diindikasikan dengan tidak terdeteksinya senyawa endosulfan sebagai senyawa induk, melainkan telah mengalami pemecahan menjadi produk degradasi berupa senyawa penyusunnya. Pada konsentrasi endosulfan 1 µg/l, senyawa endosulfan sudah tidak terdeteksi pada proses penyinaran pada akhir 90 menit kedua. Sedangkan pada konsentrasi endosulfan 10 µg/l, senyawa endosulfan tidak terdeteksi setelah proses penyinaran selama lebih dari 180 menit.

Tabel 4.17. Penurunan Konsentrasi Endosulfan Pada Sistem Batch UV+H₂O₂+TiO₂

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
90	0.0109	98.3596	0.0094	97.2155	0.0203	97.9724
180	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
270	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
360	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	0.0510	99.0693	0.0277	99.3865	0.0787	99.2125
180	0.0066	99.8801	0.0000	100.0000	0.0066	99.9342
270	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
360	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan



Gambar 4.10. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel 1 µg/l dan 10 µg/l Sistem Batch Lampu UV + TiO₂ + H₂O₂

Gambar 4.10. diatas menunjukkan bahwa pada 90 menit pertama penyinaran, penambahan H₂O₂ dan TiO₂ optimum efektif dalam mendegradasi senyawa endosulfan. Begitu halnya selama proses penyinaran selanjutnya penurunan endosulfan juga memberikan hasil yang efektif hingga pada akhirnya mampu mencapai pemecahan senyawa endosulfan keseluruhan. Kombinasi proses UV+ H₂O₂+ TiO₂ menunjukkan bahwa terdapat hubungan antara penambahan TiO₂ dengan H₂O₂. Selain reaksi pembentukan radikal OH[•] yang telah tertulis sebelumnya, radikal OH[•] dapat terbentuk jika ada penambahan hidrogen peroksida melalui reaksi sebagai berikut (Hung D. Q., 2002):



Adanya penambahan H₂O₂ berarti terdapat peningkatan oksidator atau sumber radikal bebas OH[•] yang akan terbentuk dari proses penyinaran dan sekaligus dapat menggantikan fungsi TiO₂ sebagai sumber radikal bebas OH[•] karena TiO₂

dapat terbentuk kembali. Selain itu, penambahan TiO_2 dapat menaikkan pH sehingga senyawa endosulfan senantiasa dapat didegradasi dalam pH diatas 8.

Tabel 4.18. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada sampel konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Batch $\text{UV}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{TiO}_2$

Sampel Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$					Sampel Endosulfan 10 $\mu\text{g/l}$				
t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan				t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH
90	0.9797	0.0109	1.0886	0.0007	90	9.9213	0.1102	1.1024	0.0032
180	0.0203	0.0002	0.0225	0.0031	180	0.0722	0.0008	0.0080	0.0067
270	0.0000	0.0000	0.0000	0.0018	270	0.0066	0.0001	0.0007	-0.0037
360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0024	360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0022

Sumber : Hasil Perhitungan

Keterangan Tabel 4.18.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi pada t dengan konsentrasi pada t-90
- Laju penurunan endosulfan ($\mu\text{g/l} / \text{menit}$) = penurunan konsentrasi / 90 menit
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = Selisih persen degradasi t dengan t-90 / 90 menit
- Laju perubahan pH (pH / menit) = perubahan pH / 90 menit ((-) menandakan adanya kenaikan pH)

Dari **Tabel 4.18.** diatas dapat dijelaskan bahwa pada 90 menit pertama laju degradasi sangat besar mencapai 1%/menit sehingga pada awal proses konsentrasi endosulfan sudah terdegradasi cukup banyak. Oleh karena itu, untuk proses selanjutnya sudah dapat tercapai persen degradasi maksimal 100%. Hal ini terjadi dalam range waktu yang yang tidak begitu lama karena kecepatan reaksi masih cukup besar. Sedangkan laju penurunan pH cukup kecil sehingga kondisi pH proses terjaga dalam level 8.

4.3.4. PROSES OPTIMUM

Dari keseluruhan kombinasi proses sistem batch yang dilakukan, maka dapat diketahui bahwa kombinasi proses optimum yang memberikan hasil paling efektif dalam proses pemecahan senyawa endosulfan adalah proses $\text{UV}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{TiO}_2$.



Namun range waktu penyinaran masih cukup besar, sehingga perlu dilakukan pengujian kembali dengan range yang diperpendek antara 0 – 180 menit. Pengujian hanya dilakukan pada konsentrasi endosulfan 10 µg/l dengan analog bahwa berdasarkan proses batch sebelumnya, konsentrasi endosulfan 1 µg/l memberikan hasil yang lebih efektif pada range tersebut. Hasil yang diperoleh adalah seperti pada **Tabel 4.19.**, sedangkan perubahan pH dan suhu selama proses berlangsung dapat dilihat pada **Tabel 4.20.**

Tabel 4.19. Proses Optimum Pada Sistem Batch UV+H₂O₂+TiO₂ untuk Penentuan Lama Penyinaran Optimum

Sampel Endosulfan 10 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
30	0.3583	93.4665	0.2690	94.0450	0.6272	93.7278
60	0.0577	98.9480	0.0339	99.2488	0.0916	99.0839
90	0.0510	99.0693	0.0277	99.3865	0.0787	99.2125
120	0.0114	99.7921	0.0000	100.0000	0.0114	99.8860
150	0.0105	99.8089	0.0000	100.0000	0.0105	99.8952
180	0.0066	99.8801	0.0000	100.0000	0.0066	99.9342
270	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
360	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

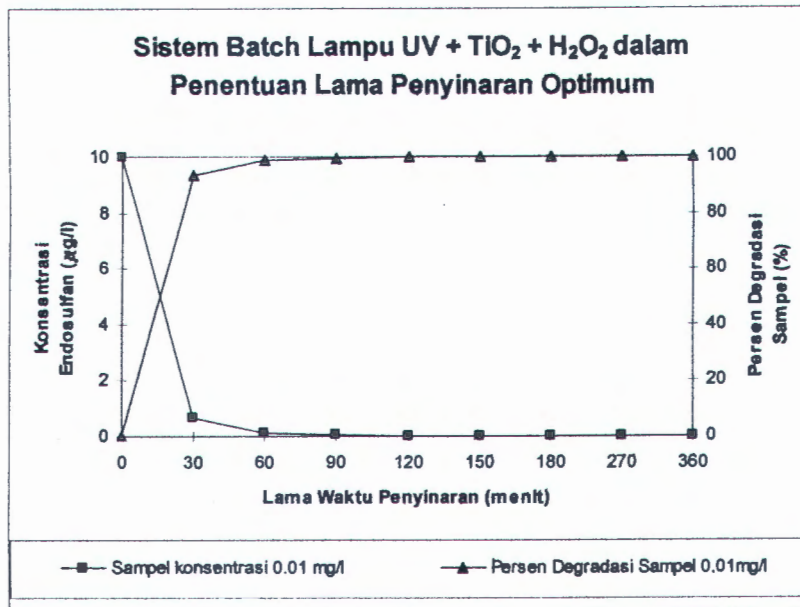
Tabel 4.20. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Optimum

Parameter	Menit ke-						
	0	30	60	90	120	150	180
pH	9.11	8.92	8.89	8.69	8.74	8.59	8.54
Suhu	28.2	28.9	29.7	30.2	31.1	31.4	31.9

Sumber : Hasil Analisa

Dari **Tabel 4.19.** diatas dan **Gambar 4.11.** berikut ini, ditunjukkan bahwa pada menit ke 120 β-endosulfan sudah tidak terdeteksi lagi dan dapat dikatakan persen degradasi mencapai 100% dan α endosulfan juga mencapai lebih dari 99%

degradasi. Berdasarkan hasil ini maka dapat disimpulkan bahwa lama penyinaran optimum untuk proses ini adalah 120 menit karena hanya α endosulfan yang seiring waktu selanjutnya masih terus mengalami degradasi hingga menit ke-270.



Gambar 4.11. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel 10 $\mu\text{g/l}$ Sistem Batch Lampu UV + TiO_2 + H_2O_2 Penentuan Lama Penyinaran Optimum

4.4. PENELITIAN PROSES KONTINYU

Berdasarkan hasil efektifitas kombinasi proses UV+ H_2O_2 + TiO_2 yang cukup baik dalam proses pemecahan endosulfan, maka pada penelitian sistem kontinyu digunakan kombinasi proses optimum tersebut untuk mengkaji kestabilan proses agar dapat diaplikasikan dalam suatu aliran kontinyu. Debit yang dipakai adalah berdasarkan volume air yang terolah pada sistem batch yaitu 10 L dibandingkan lama waktu penyinaran optimum atau waktu tinggal air dalam sistem batch tersebut yaitu 120 menit. Jadi debit aliran kontinyu :

$$Q = \frac{\text{Volume}}{td} = \frac{10L}{120\text{menit}}$$

$$= 0.0833 \text{ L/menit} = 1.389 \times 10^{-3} \text{ L/det}$$

Adapun hasil yang didapatkan dari proses kontinyu dapat dilihat pada **Tabel 4.21.** dan perubahan pH selama proses kontinyu berlangsung seperti terlihat pada **Tabel 4.22.** Secara umum sama seperti pada proses-proses sebelumnya dimana pH semakin turun dan suhu meningkat seiring proses berlangsung karena adanya pelepasan ion H^+ dari proses pembentukan OH^{\ominus} dan energi dari sumber lampu UV.

Tabel 4.21. Penurunan Konsentrasi Endosulfan Pada Sampel Air Aquades $10 \mu\text{g/l}$ dan Air Tambak $1-10 \mu\text{g/l}$ Sistem Kontinyu $\text{UV}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{TiO}_2$

Sampel Air Aquades Endosulfan $10 \mu\text{g/l}$						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
60	1.9009	65.3344	1.0928	75.8042	2.9937	70.0631
90	0.9177	83.2638	0.4269	90.5483	1.3446	86.5538
120	0.3122	94.3067	0.0912	97.9800	0.4034	95.9657
150	0.2396	95.6310	0.0500	98.8925	0.2896	97.1040
180	0.0288	99.4754	0.0000	100.0000	0.0288	99.7123
Sampel Air Tambak Endosulfan $1-10 \mu\text{g/l}$						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	% Degradasi
0	6.0541	0	2.8256	0	8.8797	0
60	1.1264	81.3946	0.8754	69.0208	2.0017	77.4571
90	0.1440	97.6207	0.1168	95.8660	0.2609	97.0624
120	0.1120	98.1492	0.0577	97.9587	0.1697	98.0886
150	0.0966	98.4036	0.0342	98.7896	0.1308	98.5264
180	0.0389	99.3573	0.0173	99.3865	0.0562	99.3666
210	0.0292	99.5169	0.0111	99.6071	0.0403	99.5456

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

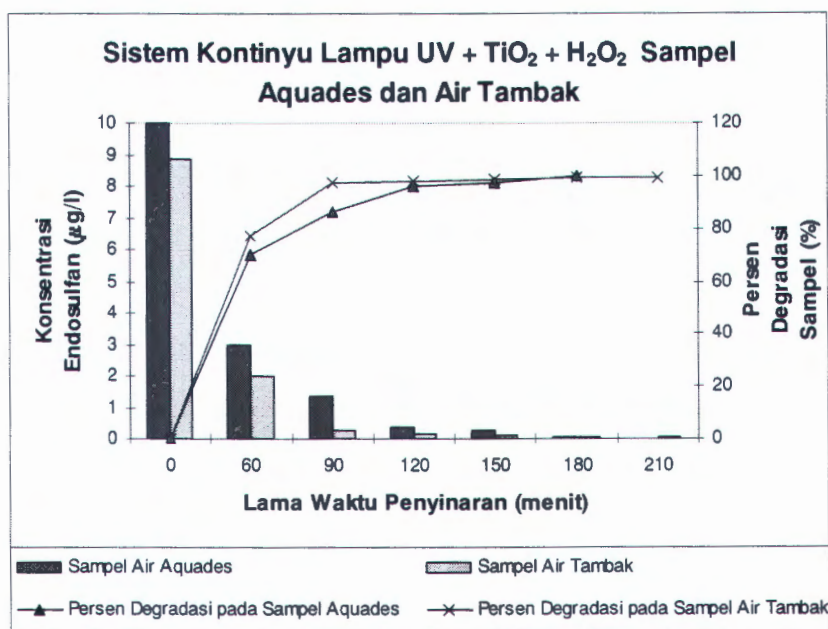
Tabel 4.22. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Kontinyu Aquades dan Air Tambak

Air Aquades 10 µg/l						
Parameter	Menit ke-					
	0	60	90	120	150	180
pH	8.29	8.21	8.25	8.23	7.42	7.32
Suhu	27.6	27.8	28	29.5	30.8	31

Air Tambak 1-10 µg/l							
Parameter	Menit ke-						
	0	60	90	120	150	180	210
pH	7.96	7.81	7.75	7.71	7.41	7.35	7.32
Suhu	28.6	29.7	30.1	30.5	30.7	30.9	30.8

Sumber : Hasil Analisa

Dari Tabel 4.21. dapat diketahui bahwa β endosulfan sudah tidak dapat terdeteksi pada menit ke-180, sedangkan α endosulfan masih dapat terdeteksi dan kemungkinan besar masih berlangsung proses degradasi apabila proses terus berjalan seperti terlihat pada Gambar 4.12. Dalam sistem ini, air terus mengalir dengan debit tertentu secara konstan dimana secara ideal akan didapatkan hasil yang sama seperti halnya pada sistem batch. Ada perbedaan hasil degradasi dimana pada sistem batch β -endosulfan sudah hilang pada menit ke-120 sedangkan pada sistem kontinyu β -endosulfan baru hilang pada menit ke-180. Hal ini dikarenakan penyinaran hanya tertuju pada satu titik atau area tertentu saja. Sedangkan air yang mengandung kontaminan terus mengalir secara kontinyu dan H_2O_2 maupun TiO_2 sudah tidak menerima sinar UV lagi sehingga proses pemecahan senyawa endosulfan belum terjadi secara sempurna.



Gambar 4.12. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan Sampel Aquades 1µg/l dan Air Tambak 1- 10µg/l Sistem Kontinyu Lampu UV + TiO₂+H₂O₂

Tabel 4.23. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada sampel Air Aquades 1 µg/l dan Air Tambak 1-10 µg/l Sistem Kontinyu UV+H₂O₂+TiO₂

Sampel Air Aquades Endosulfan 10 µg/l					Sampel Air Tambak Endosulfan 1-10 µg/l				
t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan				t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi (µg/l)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi (µg/l)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH
60	7.0063	0.1168	1.1677	0.0013	60	6.8780	0.1146	1.2910	0.0025
90	1.6491	0.0550	0.5497	-0.0013	90	1.7409	0.0580	0.6535	0.0020
120	0.9412	0.0314	0.3137	0.0007	120	0.0911	0.0030	0.0342	0.0013
150	0.1138	0.0038	0.0379	0.0270	150	0.0389	0.0013	0.0146	0.0100
180	0.2608	0.0087	0.0869	0.0033	180	0.0746	0.0025	0.0280	0.0020
					210	0.0159	0.0005	0.0060	0.0010

Sumber : Hasil Perhitungan

Keterangan Tabel 4.23.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi pada t dengan konsentrasi pada t-90
- Laju penurunan endosulfan (µg/l / menit) = penurunan konsentrasi / Lama penyinaran
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = Selisih persen degradasi t dengan t-1 / Lama Penyinaran
- Laju perubahan pH (pH / menit) = perubahan pH / Lama Penyinaran ((-) menandakan adanya kenaikan pH)

Tabel 4.23. diatas menunjukkan bahwa laju degradasi sampel aquades pada aliran kontinyu semakin melambat meskipun masih terjadi proses degradasi. Pada

penyinaran 60 menit pertama, laju degradasi mencapai nilai terbesar. Selanjutnya laju degradasi menurun. Kondisi ini juga dapat diakibatkan oleh perubahan pH dimana pH proses mengalami penurunan.

Kemudian mengenai penerapan proses tersebut pada air tambak yang mengandung endosulfan, maka dilakukan pengujian dengan kombinasi proses optimum dan debit yang sama seperti pada air aquades. Konsentrasi awal endosulfan dalam air tambak ini dianalisa terlebih dahulu agar dapat dihitung penurunan konsentrasi endosulfan yang terjadi dan dapat dikaji efektifitas dan kestabilan dari proses optimum tersebut. Sedangkan perubahan pH dan suhu selama proses berlangsung dapat dilihat pada **Tabel 4.22.** dimana secara umum tidak jauh berbeda dengan hasil yang didapatkan pada sampel air aquades

Seperti terlihat pada **Tabel 4.21.** dan **Gambar 4.12.** di atas, proses penurunan konsentrasi endosulfan berlangsung dengan laju reaksi yang relatif besar pada 60 menit pertama mencapai hampir 1.3%/menit kemudian laju degradasi turun dengan besaran tertentu yang terutama terjadi pada pemecahan β endosulfan. Sedangkan α endosulfan sedikit mengalami kondisi diam pada menit 120 – 150, lalu mampu naik kembali setelahnya. Hal ini dapat terjadi karena pada saat tersebut radikal OH° yang terbentuk dari TiO_2 dan H_2O_2 tidak cukup banyak melepaskan energi untuk memecah α endosulfan sehingga hanya β endosulfan yang terdegradasi karena sifatnya yang mudah terurai.

Kandungan senyawa lain dalam air tambak dapat menjadi penyebab perbedaan hasil degradasi endosulfan bila dibandingkan dengan air aquades yang bebas dari material pengganggu. Adanya kekeruhan dalam air tambak dapat menghambat berlangsungnya proses penyinaran, selain itu juga ion karbonat seperti

hidrokarbonat juga dapat mengganggu reaksi fotokimia karena ion hidroksil bebas bereaksi menghasilkan karbonat radikal yang lebih rendah tingkat reaktifitasnya.

4.5. PROSES PENYINARAN UV DARI SINAR MATAHARI

Berdasarkan hasil penelitian batch dan kontinyu dengan radiasi lampu UV yang mampu mendegradasikan senyawa endosulfan, maka untuk mengkaji penerapan proses optimum tersebut di areal terbuka dilakukan penelitian dengan memanfaatkan radiasi sinar matahari sebagai sumber UV. Kombinasi proses yang dikaji adalah kombinasi proses optimum UV+H₂O₂+TiO₂ dengan sistem batch dan sistem kontinyu sebagaimana pembahasan berikut ini. Perlakuan sampel dalam penelitian ini adalah sama dengan perlakuan yang dilakukan pada penelitian dengan radiasi lampu UV.

4.5.1. PROSES BATCH

Pada **Tabel 4.24.** berikut dapat dilihat bahwa setelah penyinaran selama 180 menit senyawa endosulfan baik α maupun β sudah tidak terdeteksi lagi pada sampel konsentrasi awal 1 $\mu\text{g/l}$, sedangkan pada sampel 10 $\mu\text{g/l}$ hanya β endosulfan yang sudah tidak terdeteksi lagi dan hingga akhir penyinaran 360 menit α endosulfan masih terdeteksi dikarenakan beban konsentrasi yang didegradasi lebih besar daripada sampel lainnya. Dan pada **Tabel 4.25.** di bawah ini dapat diketahui adanya perubahan pH yang secara umum memiliki pola menurun selama proses berlangsung dan perubahan suhu yang berpola meningkat dari kondisi awal yang menandakan keterlibatan sinar matahari pada proses tersebut.

Tabel 4.24. Penurunan Konsentrasi Endosulfan Pada Sistem Batch Sinar UV Matahari+H₂O₂+TiO₂

Sampel Endosulfan 1 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	0.6616	0	0.3384	0	1.0000	0
90	0.0410	93.8092	0.0465	86.2732	0.0874	91.2588
180	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
270	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
360	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
Sampel Endosulfan 10 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	0.0322	99.4126	0.0188	99.5846	0.0510	99.4903
180	0.0057	99.8959	0.0000	100.0000	0.0057	99.9429
270	0.0043	99.9225	0.0000	100.0000	0.0043	99.9575
360	0.0022	99.9598	0.0000	100.0000	0.0022	99.9779

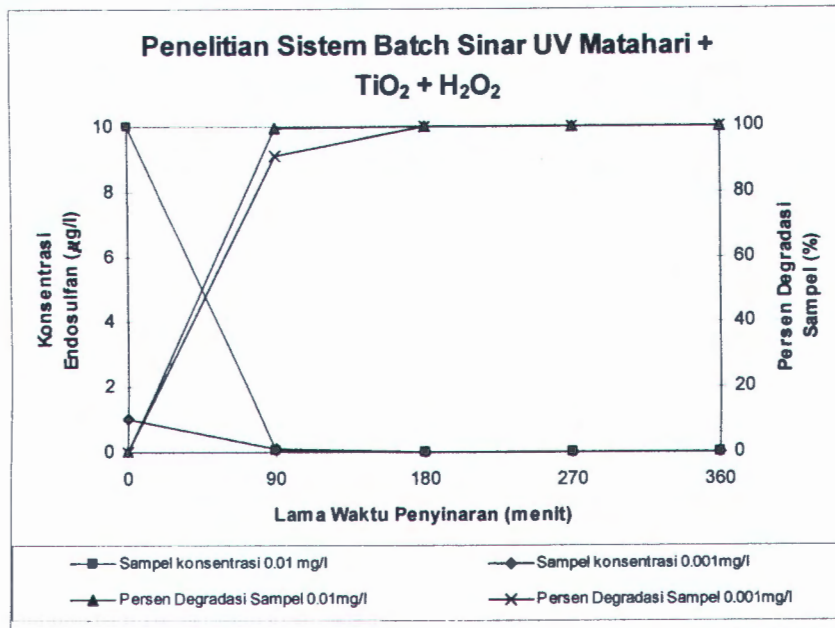
Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Tabel 4.25. Perubahan pH dan Suhu pada Sistem Batch Sinar UV Matahari +H₂O₂+TiO₂

Kombinasi Proses	Konsentrasi endosulfan (µg/l)	pH					Suhu				
		0	90	180	270	360	0	90	180	270	360
UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂	10	8.97	8.58	8.42	8.01	8.06	26.1	31.1	34.1	33.2	32.3
	1	8.91	8.81	8.56	8.11	8.08	29.7	30.3	32.4	33.4	32.4

Sumber : Hasil Analisa

Apabila dilihat dari grafik pada **Tabel 4.26.** dan **Gambar 4.13.** di bawah ini, persen degradasi endosulfan pada sampel 10 µg/l lebih besar dibanding pada sampel 1 µg/l yaitu 1.1%/menit. Namun pada proses penyinaran selanjutnya, laju degradasi pada kedua sampel mengalami penurunan karena pH proses yang mengalami penurunan sehingga senyawa endosulfan lebih sulit terdegradasi.



Gambar 4.13. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan pada Sampel 1 $\mu\text{g/l}$ dan $10 \mu\text{g/l}$ Sistem Batch Sinar UV Matahari + $\text{TiO}_2 + \text{H}_2\text{O}_2$

Tabel 4.26. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada sampel konsentrasi $1 \mu\text{g/l}$ dan $10 \mu\text{g/l}$ Sistem Batch Sinar UV Matahari+ H_2O_2 + TiO_2

Sampel Endosulfan $1 \mu\text{g/l}$					Sampel Endosulfan $10 \mu\text{g/l}$				
t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan				t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH
90	0.9126	0.0101	1.0140	0.0011	90	9.9490	0.1105	1.1054	0.0043
180	0.0874	0.0010	0.0971	0.0028	180	0.0453	0.0005	0.0050	0.0018
270	0.0000	0.0000	0.0000	0.0050	270	0.0015	0.0000	0.0002	0.0046
360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0003	360	0.0020	0.0000	0.0002	-0.0006

Sumber : Hasil Perhitungan

Keterangan Tabel 4.26.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi pada t dengan konsentrasi pada t-90
- Laju penurunan endosulfan ($\mu\text{g/l} / \text{menit}$) = penurunan konsentrasi / 90 menit
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = Selisih persen degradasi t dengan t-90 / 90 menit
- Laju perubahan pH (pH / menit) = perubahan pH / 90 menit ((-) menandakan adanya kenaikan pH)

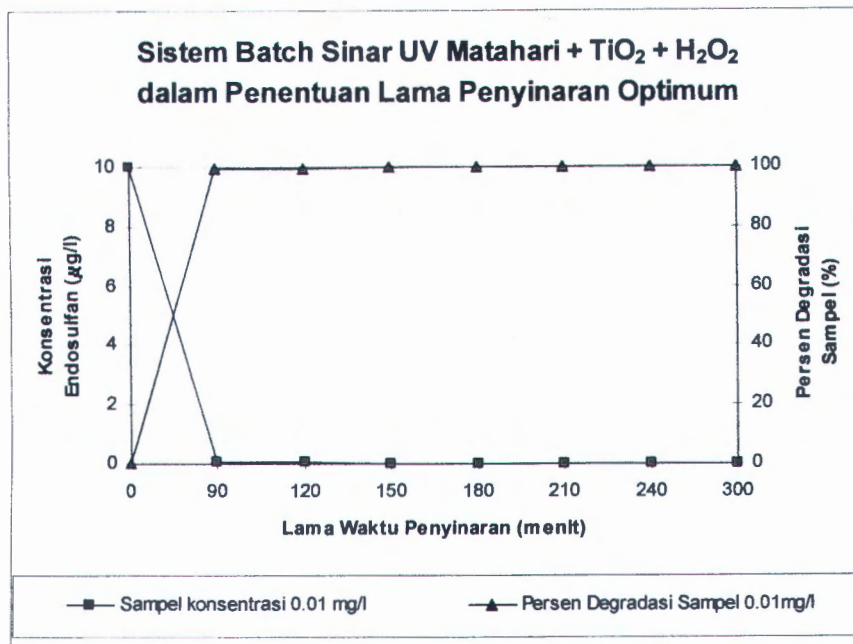
Kemudian untuk mendapatkan lama penyinaran waktu optimum, dilakukan penelitian dengan menggunakan range waktu penyinaran yang lebih pendek yaitu antara menit 120 hingga 300. Pengujian dilakukan hanya pada sampel endosulfan 10 µg/l dengan analog bahwa berdasarkan proses batch sebelumnya, sampel endosulfan 1 µg/l memberikan hasil yang lebih efektif karena beban degradasi lebih rendah. Hasil penelitian disajikan pada **Tabel 4.27.** berikut.

Tabel 4.27. Proses Optimum Pada Sistem Batch Sinar UV Matahari+H₂O₂+TiO₂ untuk Penentuan Lama Penyinaran Optimum

Sampel Endosulfan 10 µg/l						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi	Konsentrasi (µg/l)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
90	0.0322	99.4126	0.0188	99.5846	0.0510	99.4903
120	0.0232	99.5764	0.0151	99.6653	0.0383	99.6165
150	0.0142	99.7403	0.0066	99.8533	0.0209	99.7913
180	0.0057	99.8959	0.0000	100.0000	0.0057	99.9479
210	0.0021	99.9609	0.0000	100.0000	0.0021	99.9786
240	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000
300	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000	0.0000	100.0000

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Hal menarik yang didapatkan dari hasil penelitian ini adalah bahwa pada penyinaran selama 240 menit α endosulfan tidak terdeteksi lagi, sedangkan pada penelitian sebelumnya didapatkan bahwa hingga menit ke-360, α endosulfan masih terdeteksi sebagaimana terlihat pada grafik pada **Gambar 4.14.** berikut ini. Kondisi ini dapat menandakan bahwa terdapat ketidakstabilan proses dalam pemanfaatan sinar matahari sebagai sumber UV dimana proses terpengaruh oleh faktor alam yaitu kondisi cuaca.



Gambar 4.14. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan Sampel 10 µg/l Sistem Batch Sinar UV Matahari + TiO₂ + H₂O₂ Lama Penyinaran Optimum

Tabel 4.28. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Optimum Sinar UV Matahari

Parameter	Menit ke-					
	0	120	150	180	240	300
pH	7.06	8.76	8.7	8.59	8.51	8.41
Suhu	29.9	31.5	31.2	31.8	30.5	29.6

Sumber : Hasil Analisa

Bila dilakukan perbandingan antara **Tabel 4.25.** dan **Tabel 4.28.** tentang perubahan pH proses yang terjadi didapatkan bahwa pada menit ke-240 saat penelitian berlangsung suhu sampel adalah 30.5°C dan pH proses adalah 8.51. Sedangkan pada penelitian sebelumnya, baik pada menit ke 270 maupun 360 suhu sampel dalam proses lebih besar yaitu 33.2 °C dan 32.3°C. pH proses juga jauh lebih rendah yaitu 8.01 dan 8.06. Jadi dengan kondisi yang lebih asam (pH lebih rendah) senyawa α endosulfan lebih sulit didegradasi dan hal tersebut menunjukkan kemungkinan adanya hubungan antara suhu sampel dalam proses yang semakin

tinggi menyebabkan pH semakin menurun. Penjelasan akan hal ini mengacu pada reaksi fotolisis dimana suhu semakin panas berarti bahwa semakin banyaknya sinar matahari yang diterima oleh sampel termasuk sinar UV. Dengan semakin besarnya sinar UV yang masuk, maka semakin banyak pula OH° yang terbentuk begitu pula pelepasan H^+ . Meski demikian, dari reaksi berikut ini pelepasan H^+ lebih banyak terjadi daripada pembentukan OH° sehingga kondisi asam menyebabkan α endosulfan lebih sulit terdegradasi.



(Hung, 2002 dan Doong, 1997).

Dengan demikian, lama penyinaran optimum adalah pada penyinaran selama 180 menit karena β endosulfan sudah tidak terdeteksi lagi dan degradasi α endosulfan dapat berlangsung sesuai dengan kondisi proses selanjutnya dimana masih terdapat proses degradasi senyawa tersebut.

4.5.2. PROSES KONTINYU

Berdasarkan penelitian batch kombinasi proses sinar UV matahari + H_2O_2 + TiO_2 dengan lama penyinaran optimum 180 menit, maka pada penelitian sistem kontinyu digunakan kombinasi proses optimum tersebut dengan debit konstan yaitu berdasarkan volume air yang terolah pada sistem batch sebesar 10 L dibandingkan lama waktu penyinaran optimum. Jadi debit aliran kontinyu :

$$\begin{aligned}
 Q &= \frac{\text{Volume}}{td} = \frac{10L}{180\text{menit}} \\
 &= 0.0556 \text{ L/menit} = 0.926 \times 10^{-3} \text{ L/det}
 \end{aligned}$$

Adapun hasil yang didapatkan dari proses kontinyu dapat dilihat pada **Tabel 4.29.** dan perubahan pH selama proses kontinyu berlangsung seperti terlihat pada **Tabel 4.30.** Secara umum sama seperti pada proses-proses sebelumnya dimana pH semakin turun dan suhu meningkat seiring proses berlangsung karena adanya pelepasan ion H^+ dari proses pembentukan OH^0 dan energi dari sumber lampu UV.

Tabel 4.29. Penurunan Konsentrasi Endosulfan Pada Sampel Air Aquades 10 $\mu g/l$ dan Air Tambak 1-10 $\mu g/l$ Sistem Kontinyu Sinar UV Matahari+ H_2O_2 + TiO_2

Sampel Air Aquades Endosulfan 10 $\mu g/l$						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi ($\mu g/l$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu g/l$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu g/l$)	% Degradasi
0	5.4835	0	4.5165	0	10.0000	0
120	0.8252	84.9515	0.5179	88.5326	1.3431	86.5689
150	0.5788	89.4441	0.2601	94.2418	0.8389	91.6110
180	0.3775	93.1163	0.1436	96.8209	0.5211	94.7895
240	0.2586	95.2843	0.1330	97.0552	0.3916	96.0842
300	0.2073	96.2202	0.1024	97.7330	0.3097	96.9035
Sampel Air Tambak Endosulfan 1-10 $\mu g/l$						
t (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha + Beta Endosulfan	
	Konsentrasi ($\mu g/l$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu g/l$)	% Degradasi	Konsentrasi ($\mu g/l$)	% Degradasi
0	7.4463	0	3.3285	0	10.7748	0
120	4.1799	43.8656	1.6973	49.0063	5.8773	45.4536
150	2.6674	64.1777	0.9193	72.3798	3.5868	66.7114
180	1.5945	78.5871	0.5057	84.8077	2.1001	80.5007
240	0.9919	86.6798	0.2869	91.3795	1.2788	88.1316

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Tabel 4.30. Perubahan pH dan Suhu pada Proses Kontinyu UV Sinar Matahari Sampel Aquades dan Air Tambak

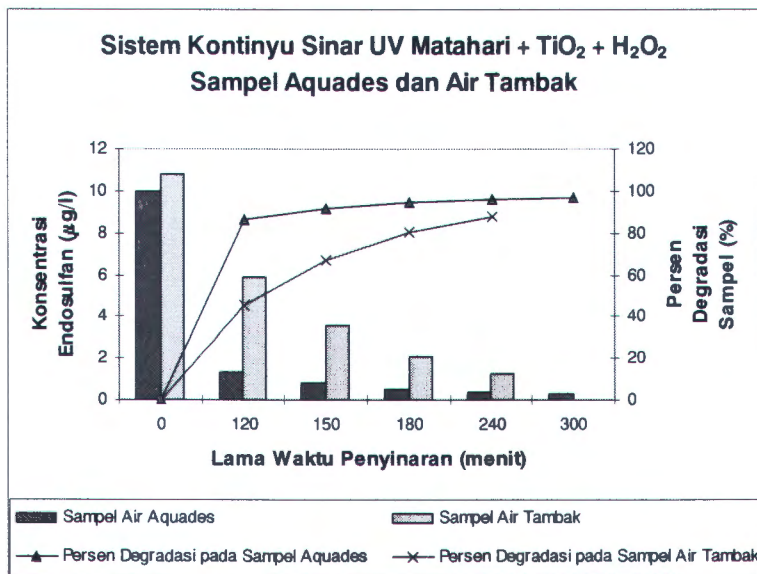
Air Aquades 10 $\mu g/l$						
Parameter	Menit ke-					
	0	120	150	180	240	300
pH	8.06	8.99	7.79	7.64	7.56	7.29
Suhu	32.5	32.7	32.7	32.9	31.3	30.6

Air Tambak 1-10 $\mu\text{g/l}$					
Parameter	Menit ke-				
	0	120	150	180	240
pH	8.03	8.22	8.13	8.17	8.07
Suhu	31.5	33.7	33.5	33.6	32.2

Sumber : Hasil Analisa

Dari **Tabel 4.29.** dapat diketahui bahwa senyawa endosulfan masih dapat terdeteksi baik pada sampel air aquades maupun pada air tambak hingga penyinaran selama 360 menit. Namun kemungkinan besar masih berlangsung proses degradasi apabila proses terus berjalan seperti terlihat pada **Gambar 4.15.** Ada perbedaan hasil degradasi dimana pada sistem batch β -endosulfan sudah hilang pada menit ke-180 sedangkan pada sistem kontinyu senyawa endosulfan masih terdeteksi. Hal ini selain karena faktor penyinaran matahari yang hanya tertuju pada satu titik atau area tertentu sehingga proses pemecahan senyawa endosulfan belum terjadi secara sempurna, juga karena faktor kondisi proses yang berlangsung dalam pH yang cukup rendah yaitu pada level kisaran 7.79 – 8.22.

Grafik pada **Gambar 4.15.** dan **Tabel 4.31.** menunjukkan bahwa laju degradasi sampel aquades pada aliran kontinyu semakin melambat meskipun masih terjadi proses degradasi. Begitu pula pada sampel air tambak juga melambat, namun memiliki pola tertentu yaitu laju degradasi berkurang sekitar setengahnya pada proses penyinaran selanjutnya.



Gambar 4.15. Grafik Persen Degradasi dan Konsentrasi Endosulfan Sampel Aquades 1µg/l dan Air Tambak 1- 10µg/l Sistem Kontinyu Sinar UV Matahari + TiO₂ + H₂O₂

Tabel 4.31. Laju Degradasi Endosulfan dan Perubahan pH pada sampel Air Aquades 1 µg/l dan Air Tambak 1-10 µg/l Sistem Kontinyu Sinar UV Matahari +H₂O₂+TiO₂

Sampel Air Aquades Endosulfan 10 µg/l					Sampel Air Tambak Endosulfan 1-10 µg/l				
t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan				t (menit)	Alpha + Beta Endosulfan			
	Penurunan Konsentrasi (µg/l)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH		Penurunan Konsentrasi (µg/l)	Laju Penurunan konsentrasi	Laju degradasi	Laju perubahan pH
120	8.6569	0.0721	0.7214	-0.0078	120	4.8975	0.0408	0.3788	-0.0016
150	0.5042	0.0168	0.1681	0.0400	150	2.2905	0.0763	0.7086	0.0030
180	0.3178	0.0106	0.1059	0.0050	180	1.4866	0.0496	0.4599	-0.0013
240	0.1295	0.0022	0.0216	0.0013	240	0.8214	0.0137	0.1270	0.0017
300	0.0819	0.0014	0.0137	0.0045					

Sumber : Hasil Perhitungan

Keterangan Tabel 4.31.:

- Penurunan konsentrasi dihitung dari selisih antara konsentrasi pada t dengan konsentrasi pada t-90
- Laju penurunan endosulfan (µg/l / menit) = penurunan konsentrasi / Lama Penyinaran
- Laju degradasi endosulfan (% / menit) = Selisih persen degradasi t dengan t-1 / Lama Penyinaran
- Laju perubahan pH (pH / menit) = perubahan pH / Lama Penyinaran ((-) menandakan adanya kenaikan pH)

4.6. ANALISIS VARIASI KONSENTRASI DAN SUMBER UV

Analisis ini dilakukan untuk menguji adanya pengaruh dari variabel konsentrasi sampel endosulfan dan sumber UV terhadap efektivitas proses oksidasi fotokimia yang dinyatakan dalam persen degradasi. Hipotesis awal (H_0) dinyatakan bahwa semua variasi berpengaruh sama terhadap persen degradasi, sedangkan H_1 dinyatakan bahwa tidak semua variasi berpengaruh sama terhadap persen degradasi. Dasar pengambilan keputusan adalah berdasarkan probabilitas, dimana probabilitas > 0.05 , maka H_0 diterima, dan sebaliknya bila probabilitas < 0.05 maka H_1 diterima.

Dari hasil output uji statistik pada **Lampiran 1** bagian i, didapatkan bahwa nilai F hitung adalah 0.535 dan nilai probabilitas adalah 0.478. Karena nilai probabilitas > 0.05 , maka H_0 diterima atau dengan kata lain terbukti bahwa semua variasi mempunyai pengaruh yang tidak berbeda nyata terhadap persen degradasi.

4.7. PRODUK HASIL PEMECAHAN ENDOSULFAN

Proses oksidasi fotokimia untuk mendegradasi senyawa endosulfan merupakan proses merubah bentuk senyawa endosulfan menjadi senyawa turunannya yang lebih tidak toksik dan aman bagi lingkungan serta memenuhi baku mutunya. Proses yang terjadi adalah proses pemecahan dimana baik pada α maupun β endosulfan terbentuk dua produk utama yaitu endosulfan sulfat dan endosulfan diol. Identifikasi hadirnya senyawa produk tersebut sebagai verifikasi bahwa degradasi senyawa endosulfan adalah hasil proses pemecahan dengan penerapan oksidasi fotokimia. Berikut ini pada **Tabel 4.32**, dapat dilihat konsentrasi senyawa endosulfan

sulfat dan endosulfan diol setelah proses fotokimia berlangsung selama 90 dan 360 menit.

Endosulfan sulfat tidak terdeteksi pada sistem batch lampu UV, namun terdeteksi di sistem kontinyu dan hampir pada semua penyinaran UV matahari. Sedangkan endosulfan diol terbaca hampir pada semua proses fotokimia pada menit menit ke-18. Senyawa tersebut dapat tidak terdeteksi sebagaimana data pada Tabel 4.32. karena kemungkinan besar pada penyinaran 90 menit, senyawa tersebut belum terbentuk, sedangkan pada menit ke-360, senyawa tersebut telah berubah bentuk menjadi senyawa turunan endosulfan lain atau dengan kata lain pembentukan senyawa tersebut terjadi antara menit ke-90 dan 360. Selain itu juga, pada penyinaran dengan lampu UV, senyawa endosulfan sebagian besar akan terpecah menjadi produk endosulfan diol secara langsung tanpa adanya pembentukan endosulfan sulfat terlebih dahulu (Archer, 1972).

Sedangkan pada penyinaran matahari, peluang pembentukan endosulfan sulfat lebih besar daripada pada penyinaran lampu UV sebelum akhirnya endosulfan sulfat tersebut terpecah membentuk endosulfan diol. Hal ini dapat terjadi karena intensitas sinar matahari tidak stabil dengan pengertian bahwa tergantung pada kondisi cuaca atau adanya halangan sinar matahari oleh awan. Sementara itu, intensitas sinar dari lampu UV lebih stabil karena proses berlangsung dalam reaktor tertutup dan seluruh permukaan reaktor menerima sinar UV secara langsung.

Senyawa endosulfan diol terbaca pada menit ke-18 melalui pengukuran dengan GC, sedangkan endosulfan sulfat terbaca pada menit ke-24. Endosulfan diol lebih cepat terbaca pada pengukuran GC daripada endosulfan sulfat karena titik lebur

endosulfan diol lebih rendah yaitu pada suhu 80-100°C, sedangkan endosulfan sulfat pada suhu 181-201°C (German Federal Environment Agency, 2004).

Tabel 4.32. Verifikasi Senyawa Endosulfan Sulfat dan Endosulfan Diol sebagai Produk Pemecahan Endosulfan Pada Proses Fotokimia

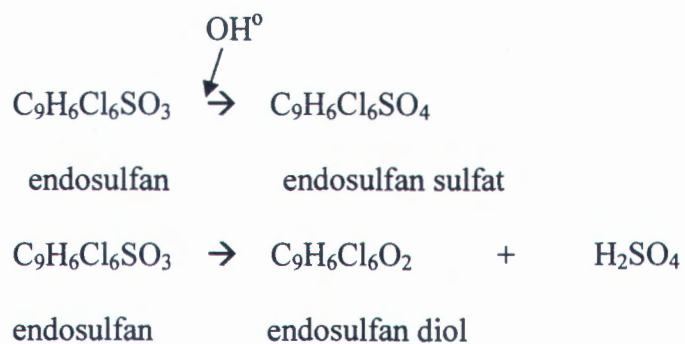
Proses Fotokimia	Pembacaan pada	Konsentrasi Endosulfan Sulfat (mg/l)	Konsentrasi Endosulfan Diol (mg/l)
Sistem Batch UV+H ₂ O ₂ (1 µg/l)	Menit ke -90	tak terdeteksi	0.4676
	Menit ke -360	tak terdeteksi	2.9628
Sistem Batch UV+H ₂ O ₂ (10 µg/l)	Menit ke -90	tak terdeteksi	tak terdeteksi
	Menit ke -360	tak terdeteksi	0.1740
Sistem Batch UV+TiO ₂ (1 µg/l)	Menit ke -90	tak terdeteksi	0.1519
	Menit ke -360	tak terdeteksi	0.2705
Sistem Batch UV+TiO ₂ (10 µg/l)	Menit ke -90	tak terdeteksi	0.5268
	Menit ke -360	tak terdeteksi	4.4586
Sistem Batch UV+ H ₂ O ₂ + TiO ₂ (1 µg/l)	Menit ke -90	tak terdeteksi	0.3603
	Menit ke -360	tak terdeteksi	0.7648
Sistem Batch UV+ H ₂ O ₂ + TiO ₂ (10 µg/l)	Menit ke -90	tak terdeteksi	0.2186
	Menit ke -360	tak terdeteksi	1.1082
Sistem Batch UV Mthr+ H ₂ O ₂ + TiO ₂ (1 µg/l)	Menit ke -90	0.0261	1.3713
	Menit ke -360	tak terdeteksi	6.3819
Sistem Batch UV Mthr+ H ₂ O ₂ + TiO ₂ (10 µg/l)	Menit ke -90	0.0139	1.2313
	Menit ke -360	0.0088	2.7858
Sistem Kontinyu UV+TiO ₂ +H ₂ O ₂ (Aquades)	Menit Awal	0.0353	1.2849
	Menit Akhir	tak terdeteksi	0.7903
Sistem Kontinyu UV+TiO ₂ +H ₂ O ₂ (Air Tambak)	Menit Awal	0.0673	2.6854
	Menit Akhir	0.0259	0.4977
Sistem Kontinyu UV Mthr+TiO ₂ +H ₂ O ₂ (Aquades)	Menit Awal	tak terdeteksi	0.6402
	Menit Akhir	0.0074	0.2834
Sistem Kontinyu UV Mthr+TiO ₂ +H ₂ O ₂ (Air Tambak)	Menit Awal	0.0090	1.1158
	Menit Akhir	0.0107	0.5879

Sumber : Hasil Analisa dan Perhitungan

Keterangan Tabel 4.32.:

Konsentrasi Endosulfan Diol Total (mg/l) = konsentrasi endosulfan bacaan menit ke-17 (mg/l) + konsentrasi endosulfan bacaan menit ke-18 (mg/l)

Senyawa endosulfan sulfat dan endosulfan diol dihasilkan dari proses pemecahan senyawa induk endosulfan sebagaimana mekanisme pemecahan seperti pada **Gambar 2.3**. Secara ringkas, reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. KESIMPULAN

Sebagai kesimpulan, berdasarkan serangkaian penelitian yang telah dilakukan dapat diambil beberapa hal penting antara lain:

1. Dari penelitian pendahuluan dan penelitian sistem batch didapatkan:
 - a. Dosis optimum oksidan H_2O_2 sebesar 50 mg/l dan dosis optimum katalis TiO_2 sebesar 750 mg/l untuk sampel endosulfan konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$. Sedangkan untuk konsentrasi 10 $\mu\text{g/l}$ dibutuhkan dosis H_2O_2 sebesar 60 mg/l dan TiO_2 sebesar 1000 mg/l.
 - b. Kombinasi proses oksidasi fotokimia $\text{UV}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{TiO}_2$ memberikan hasil optimum dengan persen degradasi mencapai 97.9% untuk sampel endosulfan konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 99.2% untuk konsentrasi 10 $\mu\text{g/l}$ pada penyinaran lampu UV selama 90 menit Sistem Batch. Sedangkan pada penyinaran sinar matahari, persen degradasi mencapai 91.2% dan 99.4% untuk masing-masing sampel endosulfan konsentrasi 1 $\mu\text{g/l}$ dan 10 $\mu\text{g/l}$. Semakin besar konsentrasi endosulfan, maka kinerja fotokimia dalam pendegradasian semakin besar pula. Dari hasil uji statistik ($\alpha = 0.05$) didapatkan hasil bahwa variasi konsentrasi sampel endosulfan dan sumber UV berpengaruh terhadap persen degradasi senyawa endosulfan dengan nilai probabilitas lebih besar dari 0.05 yaitu 0.478.
-

-
- c. Lamanya waktu penyinaran optimum adalah 120 menit pada penyinaran dengan lampu UV. Sedangkan lama penyinaran optimum dengan sumber UV sinar matahari adalah selama 180 menit.
2. Hasil aplikasi proses fotokimia pada sistem kontinyu adalah sebagai berikut:
- Debit aliran konstan yaitu 1.389×10^{-3} L/det untuk penyinaran dengan lampu UV dan debit 0.926×10^{-3} L/det untuk penyinaran dengan sinar matahari. Masing-masing hingga menit akhir (180 menit penyinaran lampu dan 300 penyinaran matahari) menghasilkan persen degradasi mencapai 99.7% dan 96.9% pada air aquades.
 - Aplikasi sistem kontinyu pada air tambak menghasilkan persen degradasi sebesar 99.5% (penyinaran lampu UV dengan konsentrasi awal endosulfan dalam air tambak sebesar $8.87 \mu\text{g/l}$) dan sebesar 88.1% (penyinaran sinar matahari dengan konsentrasi awal endosulfan dalam air tambak sebesar $10.77 \mu\text{g/l}$). Hasil masing-masing kedua proses tersebut masih diatas baku mutu yaitu $0.02 \mu\text{g/l}$ dan $1.27 \mu\text{g/l}$.
3. Sebagai hasil produk pemecahan, senyawa endosulfan sulfat tidak terdeteksi pada sistem batch lampu UV, namun terdeteksi di sistem kontinyu dan hampir pada semua penyinaran UV matahari. Sedangkan senyawa endosulfan diol terdeteksi hampir pada semua proses fotokimia.

5.2. SARAN

Beberapa hal yang dapat diberikan sebagai masukan untuk penelitian sejenis selanjutnya antara lain:

-
1. Perlu dilakukan perhitungan variasi intensitas baik pada sumber UV berupa lampu merkuri ataupun sinar matahari dan variasi konsentrasi endosulfan yang lebih besar untuk mendapatkan data mengenai kestabilan performansi proses oksidasi fotokimia tersebut.
 2. Dalam penelitian selanjutnya perlu dicoba kombinasi antara proses oksidasi fotokimia secara fisik-kimia ini dengan proses oksidasi secara biologi dalam degradasi senyawa endosulfan.
 3. Perlu dilakukan kajian tentang oksidan lain yang tidak mempengaruhi perubahan pH proses menjadi kondisi asam yang menyebabkan senyawa endosulfan menjadi lebih sulit terurai.
 4. Untuk menjaga kestabilan proses oksidasi fotokimia, perlu dikaji tentang variasi penambahan H_2O_2 ataupun TiO_2 secara bertahap hingga mencapai dosis optimumnya.
 5. Agar didapatkan kemampuan fotokatalis TiO_2 yang stabil, perlu dilakukan studi mengenai berapa kali TiO_2 dapat digunakan kembali dengan kemampuan katalis yang stabil dan penentuan waktu regenerasinya.

DAFTAR PUSTAKA

- Alfano O. M., *et al.* (2000) Photocatalysis in Water Environments Using Artificial and Solar Lights. *Catalysis Today*, **58**, 199 – 230.
- Amalia, R. (2002) Studi Literatur Pencemaran oleh Pestisida Organofosfat terhadap Lingkungan, Tugas Akhir Teknik Lingkungan, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Anonim (2004) *Lampiran III : Baku Mutu Air Laut Untuk Biota Laut*, Keputusan Menteri Lingkungan Hidup No. 51/2004.
- Anonim (2004) *Endosulfan Part I : Preliminary Risk Profile of Endosulfan*, Umweltbundesamt, German Federal Environment Agency, Berlin.
- Anonim (2001) *EFED Risk Assesment for The Reregistration Eligibility Decision on Endosulfan (Thiodan®)*, U.S. Environmental Protection Agency Washington D.C.
- Anonim (1983) *The Pesticide Manual : A World Compendium*, 7th ed. C.R. Worthing, ed. The British Crop Protection Council, Croydon, England. 695 pp.
- Archer, T.E. *et al* (1972) Photodecomposition of Endosulfan and Related Products in Thin Films by Ultraviolet Light Irradiation, *Journal Agric. Food Chemistry*, **20**, no.5. 954.
- Barakat M. A., Tsens J. M., Huang C. P. (2005) Hydrogen Peroxide – Assisted Photocatalytic Oxydation of Phenolic Compound. *Applied Catalysis B. Environmental*, **59**, 99 – 104.
- Bolton, R., *et al* (1995) Figures of Merit for The Technical Development and application of Advanced Oxidation Process (AOP), *Jurnal Of Advanced Oxidation Processes*.
- Centeno, C. R., Abella, L. C., Gallardo, S. M. (2003) Application of Advanced Oxidation Processes on Hazardous Wastewater Treatment. *HWTM Newsletter*, Vol. 5. Asian Institutc of Technology.
- Chu, W., Wong, C. C. (2004). The Photocatalytic Degradation of Dicamba in TiO₂ Suspensions With The Help Of Hydrogen Peroxide By Different Near UV Irradiations. *Water Research*, **38**, p. 1037-1043
- Connel, D. W dan Miller, G. J. (1995) *Chemistry and Ecotoxicology of Pollution*. terjemahan oleh Yanti Koestoer. Jakarta: UI-Press.

-
- Crittenden, J.C., et al (1999) A Kinetic Model for H₂O₂/UV Processes in a Completely Mixed Batch Reactor. *Journal of The International Association on Water Quality Water Research (IAWPRC) Pergamon*, 33, no. 10, p. 2315.
- Dermawan, D. (2002) Uji Penurunan Konsentrasi Surfaktan dengan menggunakan Fotokatalis Titanium Oksida, Tugas Akhir Teknik Lingkungan, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Devipriya, S. and Yesodharan (2004) Photocatalytic Degradation Of Pesticide Contaminants In Water. *Journal Solar Energy Materials & Solar Cells*, 86, p.309-348.
- Diebold, U. (2003). The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Reports*, 48, 53 – 229.
- Djojosumarto, P. (2000) *Teknik Aplikasi Pestisida Pertanian*. Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Doong, R. and Chang, W. (1997) Photoassisted TiO₂ Mediated Degradation of Organophosphorus Pesticides by Hydrogen Peroxide, *Journal of Photochemistry and Photobiology A:Chemistry*, 107, p.239–244.
- Gottschalk, C., Libra, J.A., dan Saupc, A. (2000) *Ozonation of Water and Wastewater*, Wiley-Vch, Weinheim, Germany.
- Hengpraprom S, Lee, CM, Coates JT, Elzerman AW. (1998) *The Hydrolysis of Endosulfan*, Environmental Engineering and Science, Clemson University.
- Hung, D. Q. (2002) Monitoring of Organochlorine Pesticides in Surface Water in Hanoi and Detoxification of Organochlorine and Organophosphorus Pesticides in Water by Applying Novel Methods using Ultraviolet Irradiation Air Ionization and Solar Photocatalyst. *Dissertation for Acquirement of the Degree of Dr. rer. Nat.* Faculty of Biology / Chemistry University of Bremen, Germany.
- Kamble, S. P., Sawant, S. B., Pangarkar, V. G. (2003). Batch and Continuous Photocatalytic Degradation of Benzenesulfonic Acid Using Concentrated Solar Radiation. *India Engineering ChemicalRes*, 42, p. 6705–6713.
- Kerzhentsev, M. et al (1992) TiO₂-Photosensitized Degradation of The Insecticide Tetrachlorvinphos, Edited by Ollis, D.F. and Al-Ekabi, H., *Proc. 1st International Conference on TiO₂ Photocatalytic Purification and Treatment of Water and Air*, Elsevier Science Pub., November 8-13, p. 601-606.
- Kito, M., Hi Nguyen, dan Tran, J. (1998) *Hydrogen Peroxide and Ultraviolet Treatment*, California.

-
- Kullman and Matsumura (1996) Metabolic Pathways Utilized by *Phanerochaete chrysosporium* for Degradation of Cyclodiene Pesticide Endosulfan, *Applied and Environmental Microbiology*, **62**, no.2. 593-600.
- Lasut, M.T. (2000) Komparasi Tingkat Toksisitas Beberapa Pestisida (Endosulfan, Fentoat, BPMC, Glifosat, Sulfosat, 2,4 D) dengan Menggunakan Ikan Bandeng (*CHANOS CHANOS* forsk.), *Konferensi Nasional XV Pusat Studi Lingkungan ITB*. 6-7 Nopember 2000.
- Masrullita. (2005) Kajian Penggunaan Pestisida Endosulfan pada Tambak Udang di Kelurahan Keputih Surabaya, Tesis Magister Teknik Lingkungan, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Matthews, R. W. (1992) Photocatalytic Oxydation of Organic Contaminants in Water : an Aid to Environmental Preservation. *Pure & Appl. Chem*, **64**, no. 9. 1285 - 1290.
- Mediawati, T. Y. (2005) Studi Penurunan Konsentrasi Ion tembaga pada Sampel Limbah Buatan dengan Fotokatalis TiO₂, Tugas Akhir Teknik Lingkungan, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Novizan (2002) *Kiat Mengatasi Permasalahan Praktis: Petunjuk Pemakaian Pestisida*. Pencerbit PT. Agromedia Pustaka, Jakarta.
- Pine S.H., et al. (1988) *Kimia Organik 2*. ITB Bandung.
- Ryer, A. (1998) *Light Measurement Handbook*, International Light Inc.
- Usha S. and Harikrishnan V. R. (2005) Endosulfan - Fact sheet and Answers to Common Questions, IPEN Pesticide Working Group Project , Kerala, India.
- Wahyudi, T. (2002) Studi Penghilangan Pewarna Tekstil Reaktif dan COD pada Limbah Industri Pencelupan dengan Proses Oksidasi UV/H₂O₂, Tugas Akhir Teknik Lingkungan, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Wan, M.T. (2005) Toxicity of α -endosulfan, β -endosulfan, (α + β -endosulfan) and their formulated and degradation products to *Daphnia magna*, *Hyalela azteca*, *Oncorhynchus mykiss*, *Oncorhynchus kisutch*, and Biological Implications in Streams, *Environmental Toxicology and Chemistry*, **24**, no.5. 1146-1154.

Lampiran 1.

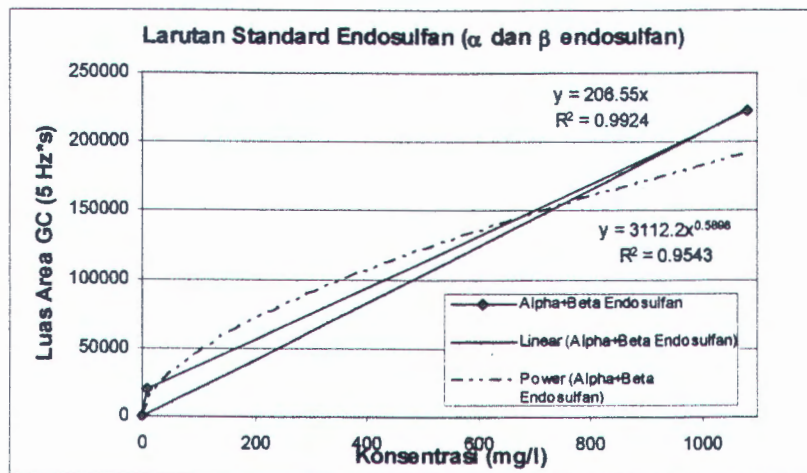
Perhitungan Konsentrasi Endosulfan dan Analisa Statistik Data

a. Larutan Standar Endosulfan

Senyawa endosulfan terbaca sebagai 2 isomernya yaitu pada menit ke 20 untuk α endosulfan dan menit ke-23 untuk β endosulfan. Berikut ini hasil pembacaan larutan standar endosulfan.

Konsentrasi (mg/l)	Alpha Endosulfan			Beta Endosulfan			Alpha+Beta Endosulfan
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (mg/l)	Komposisi Alpha (%)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (mg/l)	Komposisi Beta (%)	Area (5 Hz*s)
1081	172986.0000	838.0977	77.53	50135.8000	242.9023	22.47	223121.8000
10	14707.0000	7.5233	75.23	4841.7000	2.4767	24.77	19548.7000
0.1	445.9562	0.0727	72.73	167.2253	0.0273	27.27	613.1814
0.01	41.8910	0.0071	70.90	17.1925	0.0029	29.10	59.0835
0.001	32.1616	0.0007	72.22	12.3683	0.0003	27.78	44.5300
0.0001	27.6046	0.0001	70.63	11.4814	0.0000	29.37	39.0860

Hasil plot pada grafik hubungan luas area dengan konsentrasi seperti pada gambar berikut ini:



Hasil output running data dengan SPSS:

Dependent variable.. AREA

Method.. LINEAR

Listwise Deletion of Missing Data

Multiple R .99702
 R Square .99405
 Adjusted R Square .99257
 Standard Error 7734.49738

Analysis of Variance:

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	40008120374.6	40008120374.6
Residuals	4	239289799.1	59822449.8

F = 668.78104 Signif F = .0000

----- Variables in the Equation -----

Variable	B	SE B	Beta	T	Sig T
KONSENTR	203.064679	7.852219	.997023	25.861	.0000
(Constant)	3614.929163	3465.461382		1.043	.3558

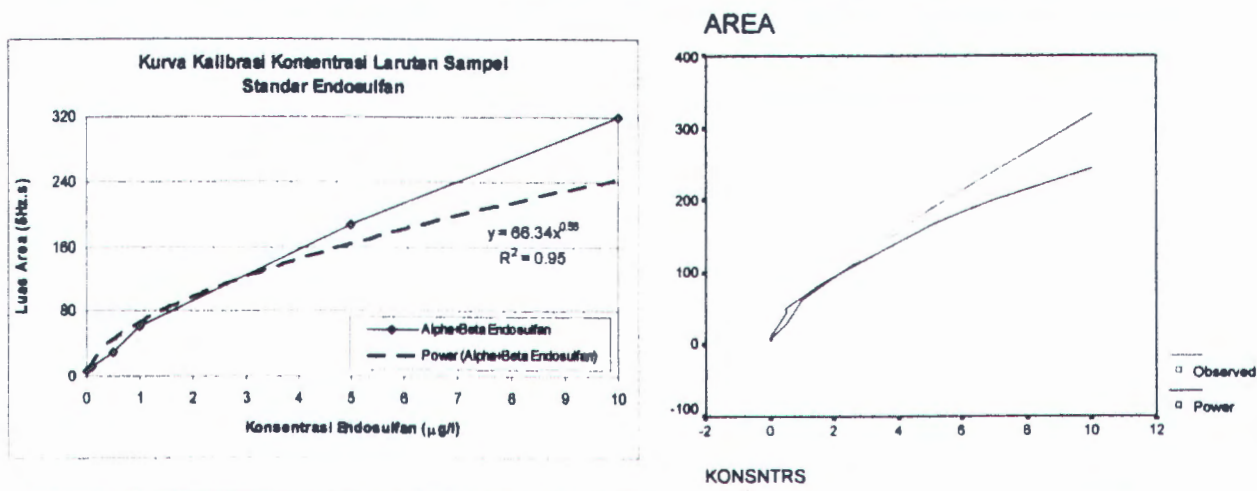
Berdasarkan analisa varians diatas, nilai R square sebesar 0.994 yang berarti bahwa hubungan antara konsentrasi dan luas area peak yang terbaca sangat kuat, sehingga menjadi dasar bahwa endosulfan teridentifikasi pada menit ke 20 dan 23.

b. Kondisi Awal Sampel Endosulfan

Berikut ini adalah tabel hasil pengukuran GC untuk larutan sampel standar endosulfan sebagai basis data konsentrasi awal sampel:

Konsentrasi (µg/l)	Alpha Endosulfan			Beta Endosulfan			Alpha+Beta Endosulfan
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Komposisi Alpha (%)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Komposisi Beta (%)	Area (5 Hz*s)
10.00	175.3512	5.4835	54.84	144.4265	4.5165	45.16	319.7777
5.00	114.8247	3.0624	61.25	72.6488	1.9376	38.75	187.4736
1.00	40.8886	0.6616	66.16	20.9164	0.3384	33.84	61.8050
0.50	17.7005	0.2990	59.81	11.8949	0.2010	40.19	29.5954
0.10	7.9065	0.0607	60.72	5.1158	0.0393	39.28	13.0223
0.01	4.8217	0.0065	64.59	2.6436	0.0035	35.41	7.4653

Dari tabel diatas diplotkan ke dalam grafik hubungan antara konsentrasi larutan standar endosulfan (µg/l) terhadap luas area total (5Hz*s) yang terbaca pada GC.



Hasil output running data dengan SPSS:

Dependent variable.. AREA Method.. POWER

Listwise Deletion of Missing Data

Multiple R .97449
 R Square .94964
 Adjusted R Square .93705
 Standard Error .37067

Analysis of Variance:

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	10.362590	10.362590
Residuals	4	.549576	.137394

F = 75.42243 Signif F = .0010

----- Variables in the Equation -----

Variable	B	SE B	Beta	T	Sig T
KONSNTRS	.563678	.064905	.974493	8.685	.0010
(Constant)	66.344180	10.382681		6.390	.0031

Hasil perhitungan dengan menggunakan SPSS v.11.5, metode regresi yang sesuai untuk model kurva tersebut diatas adalah metode power (nilai R square sebesar 0.95) dan persamaan regresinya adalah:

$$Y = 66.34418 X^{0.563678}$$

Y = Luas Area Total sampel ($\alpha + \beta$ endosulfan) yang terbaca pada GC (5 Hz*s)

X = Konsentrasi sampel endosulfan ($\mu\text{g/l}$)

Sehingga berdasarkan persamaan tersebut, luas area GC yang terkoreksi dan dipakai sebagai basis data untuk perhitungan konsentrasi sampel berikutnya ditampilkan pada tabel berikut:

Konsentrasi ($\mu\text{g/l}$)	Alpha Endosulfan			Beta Endosulfan			Alpha+Beta Endosulfan
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha ($\mu\text{g/l}$)	Komposisi Alpha (%)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta ($\mu\text{g/l}$)	Komposisi Beta (%)	Area (5 Hz*s)
10.00	133.2178	5.4835	54.84	109.7237	4.5165	45.16	242.941
5.00	100.6715	3.0624	61.25	63.6942	1.9376	38.75	164.366
1.00	43.8915	0.6616	66.16	22.4525	0.3384	33.84	66.344
0.50	26.8455	0.2990	59.81	18.0405	0.2010	40.19	44.886
0.10	11.0002	0.0607	60.72	7.1175	0.0393	39.28	18.118
0.01	3.1956	0.0065	64.59	1.7521	0.0035	35.41	4.948

c. Sampel Penelitian Pendahuluan

Berdasarkan persamaan model diatas, maka dapat dihitung konsentrasi endosulfan dari hasil pengukuran GC untuk sampel penelitian pendahuluan sebagai berikut:

$$Y = 66.34418 X^{0.563678}$$

Y = Luas Area Sampel Endosulfan yang terbaca pada GC (5Hz*s)

X = Konsentrasi sampel endosulfan ($\mu\text{g/l}$)

Contoh perhitungan:

Pada penambahan H_2O_2 10 mg/l didapatkan luas area α endosulfan hasil pengukuran GC adalah 39.7148 (5Hz*s) dan β endosulfan 14.2879, sehingga luas area total sampel adalah 54.0027. Nilai tersebut sebagai variabel Y, sehingga didapatkan nilai

$$\text{konsentrasi X } (\mu\text{g/l}) = \left(\frac{54.0027}{66.34418} \right)^{\frac{1}{0.563678}} = 0.6941 \mu\text{g/l}$$

$$\text{Konsentrasi } \alpha \text{ endosulfan} = \left(\frac{39.7148}{54.0027} \right) \times 0.6941 \mu\text{g/l} = 0.5105 \mu\text{g/l}$$

$$\text{Konsentrasi } \beta \text{ endosulfan} = \left(\frac{14.2879}{54.0027} \right) \times 0.6941 \mu\text{g/l} = 0.1836 \mu\text{g/l}$$

Dengan cara yang sama, perhitungan selengkapnya disajikan pada tabel berikut ini:

Sampel Endosulfan 1 $\mu\text{g/l}$ + H_2O_2 (Penyinaran UV)						
Konsentrasi H_2O_2 (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha ($\mu\text{g/l}$)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta ($\mu\text{g/l}$)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total ($\mu\text{g/l}$)
0	40.8886	0.6616	20.9164	0.3384	61.8050	1.0000
10	39.7148	0.5105	14.2879	0.1836	54.0027	0.6941
20	34.4848	0.3973	12.4044	0.1429	46.8892	0.5403
40	31.6485	0.3474	12.3964	0.1361	44.0448	0.4835
50	20.7380	0.1715	9.8188	0.0812	30.5568	0.2528
70	15.0452	0.0903	5.1571	0.0310	20.2023	0.1213
Sampel Endosulfan 10 $\mu\text{g/l}$ + H_2O_2 (Penyinaran UV)						
Konsentrasi H_2O_2 (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha ($\mu\text{g/l}$)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta ($\mu\text{g/l}$)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total ($\mu\text{g/l}$)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
20	59.7534	1.1066	26.8156	0.4966	86.5689	1.6032
40	46.9660	0.7336	22.5017	0.3515	69.4677	1.0850
60	29.1105	0.3062	12.5721	0.1322	41.6826	0.4385
80	20.3792	0.1679	10.0179	0.0825	30.3971	0.2504

Sampel Endosulfan 1 µg/l + TiO ₂ (Penyinaran UV)						
Konsentrasi TiO ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	40.8886	0.6616	20.9164	0.3384	61.8050	1.0000
500	39.4893	0.5369	18.5785	0.2526	58.0678	0.7895
750	20.6163	0.1577	7.0070	0.0536	27.6233	0.2113
1000	15.2466	0.0988	7.0323	0.0456	22.2789	0.1443
1250	12.3782	0.0628	3.8739	0.0197	16.2520	0.0825

Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ (Penyinaran UV)						
Konsentrasi TiO ₂ (mg/l)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
250	25.0680	0.2275	9.3770	0.0851	34.4450	0.3126
500	22.0281	0.1834	8.7922	0.0732	30.8203	0.2566
750	19.3749	0.1476	8.1036	0.0617	27.4785	0.2094
1000	14.8870	0.0905	5.6470	0.0343	20.5340	0.1249
1250	15.0861	0.0800	2.1236	0.0113	17.2097	0.0913

Perhitungan pada penelitian penentuan kondisi optimum penyinaran dengan cara sama, didapatkan hasil seperti tabel berikut:

Proses Fotokimia	Sampel	Pengukuran sampel pada saat	alpha endosulfan		beta endosulfan		alpha + beta endosulfan	
			luas area (5Hz*s)	konsentrasi (µg/l)	luas area (5Hz*s)	konsentrasi (µg/l)	luas area (5Hz*s)	konsentrasi (µg/l)
Penyinaran UV tanpa penambahan H ₂ O ₂ dan TiO ₂	1 mg/l	kondisi awal	43.8915	0.8616	22.4525	0.3384	66.3440	1.0000
		Setelah 90 menit	29.3562	0.3162	13.6309	0.1488	42.9871	0.4631
	10 mg/l	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	108.3988	3.1486	46.4406	1.3489	154.8394	4.4975
Penambahan H ₂ O ₂ optimum tanpa penyinaran UV	1 mg/l	kondisi awal	43.8915	0.6616	22.4525	0.3384	66.3440	1.0000
		Setelah 90 menit	33.0350	0.3932	15.8595	0.1888	48.8944	0.5819
	10 mg/l	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	97.5588	2.7084	48.4987	1.3484	146.0555	4.0548
Penambahan TiO ₂ optimum tanpa penyinaran UV	1 mg/l	kondisi awal	43.8915	0.6616	22.4525	0.3384	66.3440	1.0000
		Setelah 90 menit	34.7735	0.4347	17.3281	0.2166	52.1016	0.6514
	10 mg/l	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	27.1526	0.2822	13.8956	0.1444	41.0482	0.4287
Penyinaran UV dan Penambahan H ₂ O ₂ optimum pada sampel 10 mg/l	tinggi air 8 cm	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	29.1105	0.3062	12.5721	0.1322	41.6826	0.4385
	tinggi air 12 cm	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	27.0792	0.2824	14.1495	0.1478	41.2288	0.4300
	tinggi air 16 cm	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5185	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	28.2342	0.2955	13.1702	0.1378	41.4043	0.4333
Penyinaran UV dan Penambahan TiO ₂ optimum pada sampel 10 mg/l	tinggi air 8 cm	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	14.8870	0.0905	5.6470	0.0343	20.5340	0.1249
	tinggi air 12 cm	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	28.2601	0.2762	9.8528	0.0944	37.9129	0.3706
	tinggi air 16 cm	kondisi awal	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.9415	10.0000
		Setelah 90 menit	48.0383	0.7359	19.7139	0.3020	67.7502	1.0379

d. Sampel Penelitian Sistem Batch Lampu UV

Sama halnya dengan pada penelitian pendahuluan, perhitungan konsentrasi endosulfan juga berdasarkan persamaan model tersebut diatas. Hasil perhitungan adalah seperti pada tabel berikut ini:

Sampel Endosulfan 1 µg/l + H ₂ O ₂ 50 mg/l (Penyinaran lampu UV)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	40.8886	0.6616	20.9164	0.3384	61.8050	1.0000
90	38.9033	0.5319	19.5862	0.2678	58.4895	0.7997
180	4.9585	0.0149	3.3015	0.0099	8.2600	0.0248
270	2.4086	0.0028	0.0000	0.0000	2.4086	0.0028
360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Sampel Endosulfan 10 µg/l + H ₂ O ₂ 50 mg/l (Penyinaran lampu UV)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
90	57.8172	1.0353	25.0606	0.4487	82.8778	1.4840
180	20.4197	0.1679	9.9125	0.0815	30.3322	0.2495
270	19.8049	0.1550	8.6456	0.0677	28.4505	0.2227
360	16.3163	0.1172	9.1496	0.0657	25.4658	0.1829
Sampel Endosulfan 1 µg/l + TiO ₂ 750 mg/l (Penyinaran lampu UV)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	40.8886	0.6616	20.9164	0.3384	61.8050	1.0000
90	18.0480	0.1329	8.2403	0.0607	26.2882	0.1935
180	15.1585	0.0941	5.9361	0.0369	21.0946	0.1310
270	12.9925	0.0726	5.4081	0.0302	18.4007	0.1028
360	12.8907	0.0715	5.3449	0.0296	18.2356	0.1012
Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l (Penyinaran lampu UV)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
90	39.9708	0.5514	19.2019	0.2649	59.1727	0.8163
180	36.1760	0.4386	13.9012	0.1885	50.0772	0.6071
270	23.6508	0.2218	12.2950	0.1153	35.9457	0.3372
360	22.2486	0.1872	8.9891	0.0756	31.2376	0.2628

Sampel Endosulfan 1 µg/l + TiO ₂ 750 mg/l + H ₂ O ₂ 50 mg/l (Penyinaran lampu UV)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	40.8886	0.6616	20.9164	0.3384	61.8050	1.0000
90	3.9446	0.0109	3.4252	0.0094	7.3697	0.0203
180	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
270	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Penyinaran lampu UV)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
90	10.2628	0.0510	5.5720	0.0277	15.8348	0.0787
180	3.9065	0.0066	0.0000	0.0000	3.9065	0.0066
270	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Penyinaran lampu UV) Lama penyinaran Optimum						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
30	29.1337	0.3583	21.8710	0.2690	51.0047	0.5277
60	10.8583	0.0577	6.3866	0.0339	17.2449	0.0916
90	10.2628	0.0510	5.5720	0.0277	15.8348	0.0787
120	5.3276	0.0114	0.0000	0.0000	5.3276	0.0114
150	5.0799	0.0105	0.0000	0.0000	5.0799	0.0105
180	3.9065	0.0066	0.0000	0.0000	3.9065	0.0066
270	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000



e. Sampel Penelitian Sistem Batch Sinar Matahari

Hasil perhitungan konsentrasi endosulfan pada sampel penelitian sistem batch sinar matahari adalah sebagaimana tertulis pada tabel berikut ini.

Sampel Endosulfan 1 µg/l + TiO ₂ 750 mg/l + H ₂ O ₂ 50 mg/l (Penyinaran Sinar Matahari)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	40.8886	0.6616	20.9164	0.3384	61.8050	1.0000
90	7.3697	0.0410	8.9254	0.0465	16.7945	0.0874
180	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
270	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
360	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Penyinaran Sinar Matahari)						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
90	7.8305	0.0322	4.5614	0.0188	12.3919	0.0510
180	3.6062	0.0057	0.0000	0.0000	3.6062	0.0057
270	3.0548	0.0043	0.0000	0.0000	3.0548	0.0043
360	2.1106	0.0022	0.0000	0.0000	2.1106	0.0022

Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Penyinaran Sinar Matahari) Lama penyinaran Optimum						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
90	7.8305	0.0322	4.5614	0.0188	12.3919	0.0510
120	6.3943	0.0232	4.1603	0.0151	10.5546	0.0383
150	5.1121	0.0142	2.3787	0.0066	7.4908	0.0209
180	3.6062	0.0057	0.0000	0.0000	3.6062	0.0057
210	2.0769	0.0021	0.0000	0.0000	2.0769	0.0021
240	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
300	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

f. Sampel Penelitian Sistem Kontinyu Lampu UV

Hasil perhitungan konsentrasi endosulfan pada sampel penelitian sistem kontinyu lampu UV adalah sebagaimana tertulis pada tabel berikut ini.

Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Air Aquades) – Penyinaran Lampu UV						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
60	78.1615	1.9009	44.9337	1.0928	123.0951	2.9937
90	53.5073	0.9177	24.8889	0.4269	78.3962	1.3446
120	30.7775	0.3122	8.9942	0.0912	39.7717	0.4034
150	27.2941	0.2396	5.6984	0.0500	32.9925	0.2896
180	8.9762	0.0288	0.0000	0.0000	8.9762	0.0288

Sampel Endosulfan 1-10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Air Tambak) – Penyinaran Lampu UV						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	154.9048	6.0541	72.2992	2.8256	227.2040	8.8797
60	55.2059	1.1264	42.9028	0.8754	98.1086	2.0017
90	17.1760	0.1440	13.9288	0.1168	31.1048	0.2609
120	16.1164	0.1120	8.2982	0.0577	24.4126	0.1697
150	15.5720	0.0966	5.5107	0.0342	21.0827	0.1308
180	9.0618	0.0389	4.0370	0.0173	13.0988	0.0562
210	7.8737	0.0292	2.9884	0.0111	10.8621	0.0403

g. Sampel Penelitian Sistem Kontinyu Sinar Matahari

Hasil perhitungan konsentrasi endosulfan pada sampel penelitian sistem kontinyu sinar matahari adalah sebagaimana tertulis pada tabel berikut ini.

Sampel Endosulfan 10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Air Aquades) – Penyinaran Sinar Matahari						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	133.2178	5.4835	109.7237	4.5165	242.941	10.0000
120	48.1350	0.8252	30.2115	0.5179	78.3465	1.3431
150	41.4614	0.5788	18.6282	0.2601	60.0896	0.8389
180	33.2822	0.3775	12.6597	0.1436	45.9420	0.5211
240	25.8260	0.2586	13.2832	0.1330	39.1092	0.3916
300	22.9329	0.2073	11.3289	0.1024	34.2619	0.3097

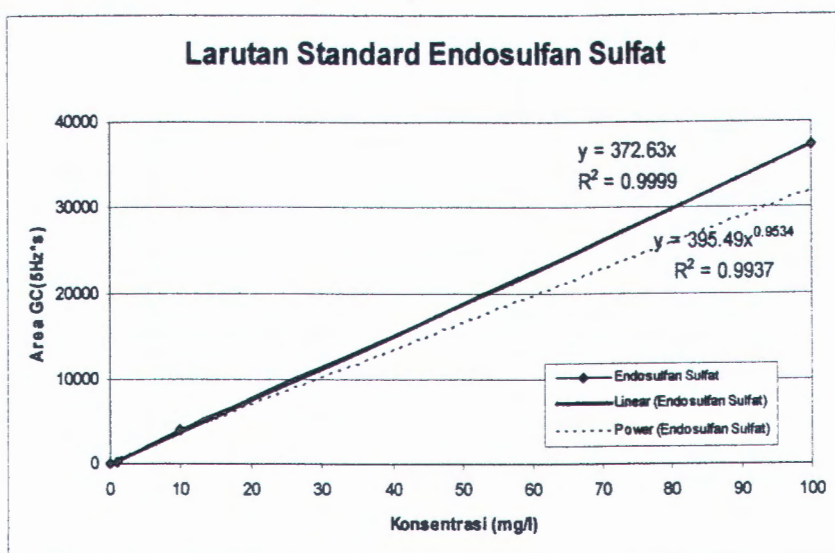
Sampel Endosulfan 1-10 µg/l + TiO ₂ 1000 mg/l + H ₂ O ₂ 60 mg/l (Air Tambak) – Penyinaran Sinar Matahari						
Lama Penyinaran (menit)	Alpha Endosulfan		Beta Endosulfan		Alpha+Beta Endosulfan	
	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Alpha (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Beta (µg/l)	Area (5 Hz*s)	Konsentrasi Total (µg/l)
0	175.1069	7.4463	78.2731	3.3285	253.3799	10.7748
120	128.0506	4.1799	51.9970	1.6973	180.0475	5.8773
150	101.3631	2.6674	34.9351	0.9193	136.2982	3.5868
180	76.5282	1.5945	24.2705	0.5057	100.7987	2.1001
240	59.1094	0.9919	17.0996	0.2869	76.2090	1.2788

h. Produk Degradasi dari Sampel Sistem Batch dan Sistem Kontinyu

Senyawa endosulfan sulfat dan endosulfan diol diidentifikasi sebagai produk degradasi senyawa endosulfan. Larutan standar senyawa endosulfan sulfat terbaca pada menit ke 25, sedangkan endosulfan diol terbaca pada menit ke-17 dan 18. Berikut ini hasil pembacaan larutan standar endosulfan sulfat dan endosulfan diol.

Konsentrasi (mg/l)	Endosulfan Sulfat	Endosulfan Diol
	Area (5 Hz*s)	Area (5 Hz*s)
1000	Tidak diidentifikasi	17651.2964
100	37241.5000	1563.7920
10	3952.4627	204.2021
1	273.8110	16.3273
0.1	35.9715	Tidak terdeteksi
0.01	6.6742	Tidak terdeteksi

Hasil plot data hubungan luas area dengan konsentrasi seperti pada gambar berikut:



Hasil output running data dengan SPSS:

Dependent variable.. SULFAREA Method.. LINEAR

Listwise Deletion of Missing Data

Multiple R .99997
R Square .99994
Adjusted R Square .99993
Standard Error 139.44690

Analysis of Variance:

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	1057946274.5	1057946274.5
Residuals	3	58336.3	19445.4

F = 54405.88839 Signif F = .0000

----- Variables in the Equation -----

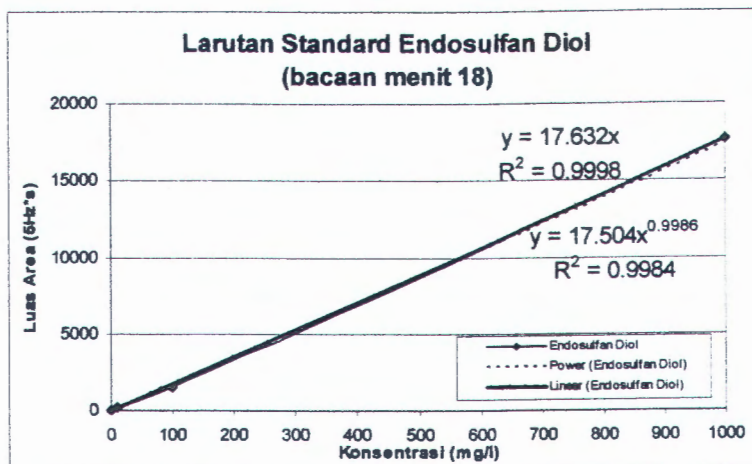
Variable	B	SE B	Beta	T	Sig T
KONSSUL	372.318655	1.596217	.999972	233.251	.0000
(Constant)	28.418722	71.744604		.396	.7185

Berdasarkan analisa varians diatas, nilai R square sebesar 0.99994 yang berarti bahwa hubungan antara konsentrasi dan luas area peak yang terbaca sangat kuat, sehingga menjadi dasar bahwa produk endosulfan sulfat teridentifikasi pada menit ke 25. Persamaan yang digunakan untuk memprediksi konsentrasi dari luas area yang terbaca adalah :

$$Y = 372.63 X$$

- Y = Luas area endosulfan sulfat yang terbaca pada GC (5Hz*s)
 X = Konsentrasi produk degradasi endosulfan sulfat pada sampel (mg/l)

Hasil plot data hubungan luas area dengan konsentrasi seperti pada gambar berikut:



Hasil output running data dengan SPSS:

Dependent variable.. ADIOL18 Method.. LINEAR

Listwise Deletion of Missing Data

Multiple R .99993
 R Square .99985
 Adjusted R Square .99978
 Standard Error 127.42446

Analysis of Variance:

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	219587391.3	219587391.3
Residuals	2	32474.0	16237.0

F = 13523.89594 Signif F = .0001

----- Variables in the Equation -----

Variable	B	SE B	Beta	T	Sig T
CDIOL18	17.692265	.152136	.999926	116.292	.0001
(Constant)	-55.122190	76.451310		-.721	.5458

Berdasarkan analisa varians diatas, nilai R square sebesar 0.9998 yang berarti bahwa hubungan antara konsentrasi dan luas area peak yang terbaca sangat kuat, sehingga menjadi dasar bahwa produk endosulfan diol teridentifikasi pada menit ke 18.

Persamaan yang digunakan untuk memprediksi konsentrasi dari luas area yang terbaca pada menit ke-18 adalah :

$$Y = 17.632 X$$

Y = Luas area endosulfan sulfat yang terbaca pada GC (5Hz*s)

X = Konsentrasi produk degradasi endosulfan sulfat pada sampel (mg/l)

Contoh perhitungan:

Proses fotokimia sistem batch penyinaran sinar matahari selama 90 menit pada sampel endosulfan 1 µg/l, didapatkan hasil pembacaan area endosulfan sulfat sebesar 9.7084 (5Hz*s), endosulfan diol di menit ke-18 sebesar 24.1791. Sehingga dari persamaan tersebut diatas diperoleh hasil sebagai berikut:

$$\text{Konsentrasi endosulfan (mg/l)} = \frac{9.7084}{372.63} = 0.0261 \text{ mg/l}$$

$$\text{Konsentrasi endosulfan diol (menit ke 18)} = \left(\frac{24.1791}{17.632} \right) = 1.3713 \text{ mg/l}$$

Dengan cara yang sama, didapatkan hasil seperti pada tabel berikut:

Proses Fotokimia	Pembacaan Luas Area (5Hz*s) / Perhitungan konsentrasi (mg/l)	Sistem Batch			
		Lama penyinaran 90 menit		Lama penyinaran 360 menit	
		endosulfan sulfat	endosulfan diol (menit 18)	endosulfan sulfat	endosulfan diol (menit 18)
Lampu UV + H ₂ O ₂ (sampel endosulfan 1 µg/l)	Luas Area	tak terdeteksi	8.2450	tak terdeteksi	52.2396
	Konsentrasi	tak terdeteksi	0.4676	tak terdeteksi	2.9628
Lampu UV + H ₂ O ₂ (sampel endosulfan 10 µg/l)	Luas Area	tak terdeteksi	tak terdeteksi	tak terdeteksi	3.0683
	Konsentrasi	tak terdeteksi	tak terdeteksi	tak terdeteksi	0.1740
Lampu UV + TiO ₂ (sampel endosulfan 1 µg/l)	Luas Area	tak terdeteksi	2.6780	tak terdeteksi	4.7695
	Konsentrasi	tak terdeteksi	0.1519	tak terdeteksi	0.2705
Lampu UV + TiO ₂ (sampel endosulfan 10 µg/l)	Luas Area	tak terdeteksi	9.2878	tak terdeteksi	78.7904
	Konsentrasi	tak terdeteksi	0.5268	tak terdeteksi	4.4686
Lampu UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂ (sampel endosulfan 1 µg/l)	Luas Area	tak terdeteksi	6.3525	tak terdeteksi	13.4855
	Konsentrasi	tak terdeteksi	0.3603	tak terdeteksi	0.7648
Lampu UV + H ₂ O ₂ + TiO ₂ (sampel endosulfan 10 µg/l)	Luas Area	tak terdeteksi	3.8539	tak terdeteksi	19.5403
	Konsentrasi	tak terdeteksi	0.2186	tak terdeteksi	1.1082
Sinar matahari + H ₂ O ₂ + TiO ₂ (sampel endosulfan 1 µg/l)	Luas Area	9.7084	24.1791	tak terdeteksi	112.5257
	Konsentrasi	0.0261	1.3713	tak terdeteksi	6.3819
Sinar matahari + H ₂ O ₂ + TiO ₂ (sampel endosulfan 10 µg/l)	Luas Area	5.1630	21.7101	3.2920	49.1187
	Konsentrasi	0.0139	1.2313	0.0088	2.7858

Proses Fotokimia	Pembacaan Luas Area (5Hz*s) / Perhitungan konsentrasi (mg/l)	Sistem Kontinyu			
		Penyinaran pada menit awal		Penyinaran pada menit akhir	
		endosulfan sulfat	endosulfan diol (menit 18)	endosulfan sulfat	endosulfan diol (menit 18)
Lampu UV + H ₂ O ₂ - TiO ₂ (sampel air aquades endosulfan 10 µg/l)	Luas Area	13.1469	22.6546	tak terdeteksi	13.9346
	Konsentrasi	0.0353	1.2849	tak terdeteksi	0.7903
Lampu UV + H ₂ O ₂ - TiO ₂ (sampel air tambak endosulfan 1-10 µg/l)	Luas Area	25.0765	47.3494	9.6481	8.7746
	Konsentrasi	0.0673	2.6854	0.0259	0.4977
Sinar matahari + H ₂ O ₂ - TiO ₂ (sampel air aquades endosulfan 10 µg/l)	Luas Area	tak terdeteksi	11.2875	2.7705	4.9974
	Konsentrasi	tak terdeteksi	0.6402	0.0074	0.2834
Sinar matahari + H ₂ O ₂ - TiO ₂ (sampel air tambak endosulfan 1-10 µg/l)	Luas Area	3.3461	19.6744	3.9841	10.3655
	Konsentrasi	0.0090	1.1158	0.0107	0.5879

i. Uji variabel konsentrasi endosulfan dan sumber UV

Hasil output SPSS:

Univariate Analysis of Variance

Between-Subjects Factors

	Value Label	N
Konsntrs	1 konsentrasi 1 mikrogram/l iter	8
	2 konsentrasi 10 mikrogram/l iter	8
SbrUV	1 Lampu UV	8
	2 Sinar UV Matahari	8

Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable: %degradasi

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	8.021 ^a	2	4.011	.815	.464
Intercept	157558.684	1	157558.684	32001.975	.000
KONSNTRS	5.387	1	5.387	1.094	.315
SUMBERUV	2.634	1	2.634	.535	.478
Error	64.004	13	4.923		
Total	157630.710	16			
Corrected Total	72.025	15			

a. R Squared = .111 (Adjusted R Squared = -.025)

Lampiran 2.

**BAKU MUTU AIR LAUT
UNTUK BIOTA LAUT**

Lampiran III.
Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup
Nomor: 51 Tahun 2004

No.	Parameter	Satuan	Baku mutu
FISIKA			
1.	Kecerahan ^a	T	coral: >5 mangrove: - lamun: >3
2.	Kebauan	-	alami ¹
3.	Kekeruhant ^a	NTU	<5
4.	Pasatan tersuspensi: total ^b	mg/l	coral: 20 mangrove: 80 lamun: 20
5.	Sampah	-	nhli ^{11a}
6.	Sunuf	PC	alami ^{21a} coral: 26-32 ^{1a} mangrove: 23-32 ^{1a} lamun: 28-30 ^{1a}
7.	Lapisan minyak ^c	-	nhli ^{11a}
KIMIA			
1.	pH ^d	-	7 - 8,5 ^{1a}
2.	Salinitas ^e	‰	alami ^{21a} coral: 33-34 ^{1a} mangrove: 34-34 ^{1a} lamun: 33-34 ^{1a}
3.	Oksigen terlarut (DO)	mg/l	>5
4.	BOD5	mg/l	20
5.	Ammonia total (NH ₃ -N)	mg/l	0,3
6.	Fosfat (PO ₄ -P)	mg/l	0,015
7.	Nitrat (NO ₃ -N)	mg/l	0,038
8.	Sianida (CN ⁻)	mg/l	0,5
9.	Sulfida (H ₂ S)	mg/l	3,01
10.	PAH (Poliaromatik hidrokarbon)	mg/l	0,033
11.	Senyawa Fenol total	mg/l	0,032
12.	PCB total (poliklor bifenil)	ug/l	3,01
13.	Surfaktan (deterjen)	mg/l MBAS	1
14.	Minyak & lemak	mg/l	1
15.	Pestisida ^f	ug/l	3,01
16.	TBT (tributil tin) ^g	ug/l	3,01
Logam terlarut:			
17.	Raksa (Hg)	mg/l	0,031
18.	Kromium heksavalen (Cr(VI))	mg/l	0,035
19.	Arsen (As)	mg/l	0,012

No.	Parameter	Satuan	Baku mutu
20.	Kadmium (Cd)	mg/l	0,01
21.	Tembaga (Cu)	mg/l	0,03
22.	Timbal (Pb)	mg/l	0,03
23.	Seng (Zn)	mg/l	0,05
24.	Nikel (Ni)	mg/l	0,05
BIOLOGI			
1	Coliform (total)	MPN/100 ml	100 ¹
2	Falogen	sel/100 ml	10 ¹
3	Plankton	sel/100 ml	tidak bloom ²
RADIO NUKLIDA			
1	Komposisi yang telah diketahui	Bq/l	4

Carian:

1. Nilai adalah tidak terdeteksi dengan batas deteksi air yang digunakan (sesuai dengan metode yang digunakan)
2. Metode analisa mengacu pada metode analisa untuk air laut yang telah ada, baik internasional maupun nasional.
3. Alam adalah kondisi normal suatu lingkungan, bervariasi setiap saat (siang, malam dan musim).
4. Pengamatan oleh manusia (visual).
5. Pengamatan oleh manusia (visual). Lapangan minyak yang jelas ada di lapisan atas (thin layer) dengan ketebalan 0,01 mm
6. Tidak bloom adalah tidak terjadi pertumbuhan yang berlebihan yang dapat menyebabkan eutrofikasi. Pertumbuhan plankton yang berlebihan dipengaruhi oleh nutrisi, cahaya, suhu, kecepatan arus, dan kestabilan plankton itu sendiri.
7. TSS adalah zat anorganik yang biasanya tercapat pada cat kapal
 - a. Diperbolehkan terjadi perubahan samud dengan <10% pada aman euphotic
 - b. Diperbolehkan terjadi perubahan samud dengan <10% konsentrasi rata-rata musiman
 - c. Diperbolehkan terjadi perubahan samud dengan <2°C dari suhu alami
 - d. Diperbolehkan terjadi perubahan samud dengan <0,2 satuan pH
 - e. Diperbolehkan terjadi perubahan samud dengan <5% salinitas rata-rata musiman
8. Berbagai jenis pestisida seperti: DDT, Endrin, Endosulfan dan Heptachlor
9. Diperbolehkan terjadi perubahan samud dengan <10% konsentrasi rata-rata musiman

Menteri Negara
Lingkungan Hidup,

td

Nabiel Makarim, MPA, M&M

Salinan sesuai dengan aslinya
Depusi NISHLI Bidang Kebijakan dan
Kebudayaan Lingkungan Hidup,

Hoetomo, MPA

Lampiran 3.

Foto Dokumentasi Pelaksanaan Penelitian (*Sumber: Dokumentasi Pribadi*)



Foto 1. Seperangkat Unit *Gas Chromatography* (GC)



Foto 2. Reaktor Fotokimia Sumber Lampu UV Sistem Batch



Foto 3. Reaktor Fotokimia Sumber Lampu UV Sistem Kontinyu



Foto 4. Reaktor Fotokimia Penyinaran Matahari Sistem Batch



Foto 5. Reaktor Fotokimia Penyinaran Matahari Sistem Kontinyu



Foto 6. Sampel dan Hasil Ekstraksinya



Foto 7. Bahan Penelitian



Foto 8. Alat-alat Penelitian (glassware, dll)



Foto 9. Sumber Air Aquades

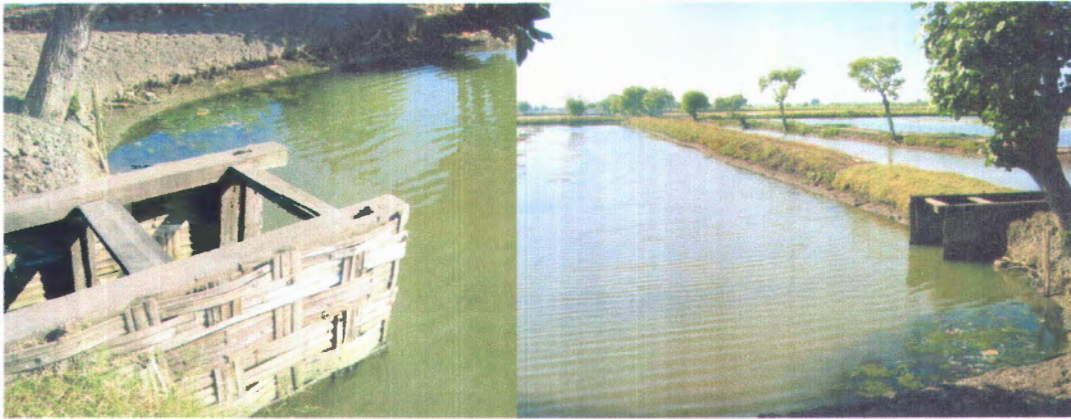


Foto 10. Lokasi Pengambilan Sampel Air Tambak

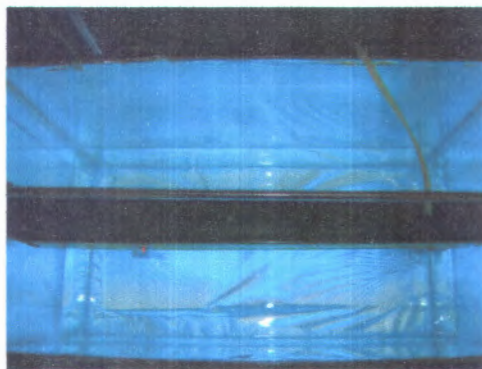


Foto 11. Proses Penyinaran Lampu UV

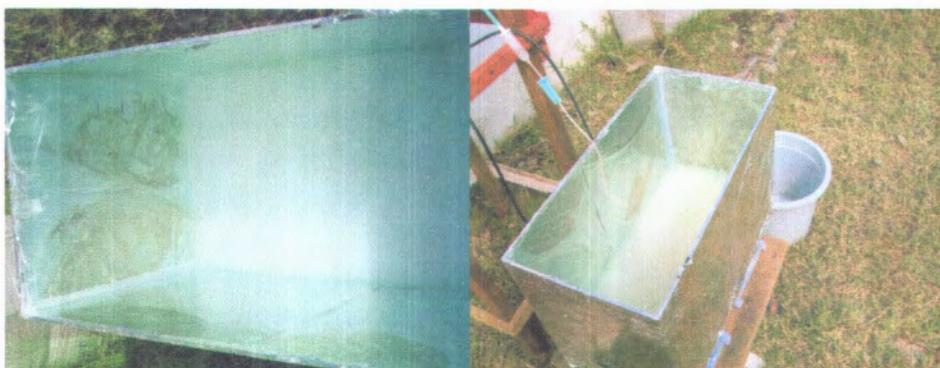


Foto 12. Proses Penyinaran Sinar UV Matahari

**DEPARTEMEN PENDIDIKAN NASIONAL
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA
FAKULTAS TEKNIK SIPIL DAN PERENCANAAN
JURUSAN TEKNIK LINGKUNGAN**

**BERITA ACARA
UJIAN THESIS**

Pada

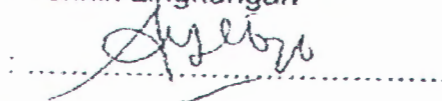
Hari, tanggal : Senin, 24 Juli 2006
Jam : 13.00 - 14.30
Tempat : Ruang S2 TL

telah dilaksanakan Ujian Thesis :

Judul : **Kajian Kinerja Oksidasi Lanjut Fotokimia Untuk Pemecahan Residu Endosulfan Dalam Air Tambak**

Nama Mahasiswa : Arseto Yekti Bagastyo
Nrp. : 3304 201 014
Program Studi : S-2 Teknik Lingkungan ITS
Bidang Keahlian : Teknik Lingkungan

Tanda tangan



Dari hasil pengujian dinyatakan :

1. LULUS DENGAN PERBAIKAN MINOR*)
2. TIDAK LULUS

Saran-saran perbaikan :

1. Sistematika ttg. beda awal dg menggunakan aquades + air tambak. Apa saja pengaruhnya? yg ada / atau adalah yg mungkin yg mempengaruhi reaksi. Mengapa % degradasi aquades + air tambak pd air tambak (hal 88)...

2. Judul diantarkan masalah & tujuan

- Mekanisme degradasi mikroorganisme tanah
- Uraian Bab 2.2 & 2.3 ditambah mekanisme oxidasi
- Contoh aliran superkritik dan karatan elektromagnetik (hal 16)
- Reaksi kimia Bab 2.9 + penjelasan reaksi pada 1 hal 28
- Gambar 2.16 diperjelas / diberi penjelasan di bawahnya
- Saran apabila TiO₂ perlu diregenerasi
- Referensi gambar diperbaiki

Tim Penguji :

Nama

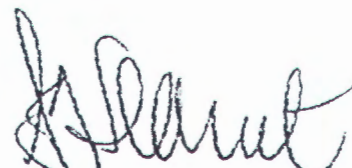
(tanda tangan)

Pembimbing.

1. Ir. M. Rafif, M.M. 

2. Dr. Ir. Sri Rahumini, D. 

3. Adli Y. H. MT 



Ir. Agus Slamet, MSc