



**KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI DAN PENDIDIKAN TINGGI
UNIVERSITAS SRIWIJAYA
PROGRAM PASCASARJANA**

Jalan Padang Selasa 524, Bukit Besar Palembang 30139
Telepon (0711) 352132, 354222 Faksimili (0711) 317202, 320310

Homepage: www.pps.unsri.ac.id Email: ppsunsri@mail.pps.unsri.ac.id

**KEPUTUSAN
DIREKTUR PROGRAM PASCASARJANA UNIVERSITAS SRIWIJAYA
NOMOR : 163 /UN9.2/DT/2016**

tentang

**PENGANGKATAN PROMOTOR DAN CO-PROMOTOR MAHASISWA
PENDIDIKAN MAGISTER MENUJU DOKTOR UNTUK SARJANA UNGGUL (PMDSU)
PROGRAM PASCASARJANA UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

DIREKTUR PROGRAM PASCASARJANA UNIVERSITAS SRIWIJAYA

- Menimbang** :
- bahwa Program Pascasarjana Universitas Sriwijaya mendapat kesempatan untuk mengeksplorasi dan mendidik sarjana unggul melalui Pendidikan Magister menuju Doktor untuk Sarjana Unggul (PMDSU);
 - bahwa dalam rangka kegiatan pembelajaran dan penelitian mahasiswa PMDSU, perlu dibimbing dan diarahkan sesuai dengan bidang ilmunya;
 - bahwa sehubungan dengan pembimbingan, maka perlu ditetapkan dan ditugaskan dosen Promotor dan Co-Promotor sebagai pembimbingnya;
 - bahwa sehubungan dengan butir a, b dan c diatas perlu diterbitkan keputusan sebagai pedoman dan landasan hukumnya.
- Mengingat** :
- Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 20 Tahun 2003 tentang Sistem Pendidikan Nasional;
 - Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 12 Tahun 2012 tentang Pendidikan Tinggi;
 - Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 tentang Penyelenggaraan Pendidikan Tinggi dan Pengelolaan Perguruan Tinggi;
 - Peraturan Presiden Republik Indonesia Nomor 8 Tahun 2012 tentang Kerangka Kualifikasi Nasional Indonesia;
 - Keputusan Menteri Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia Nomor 44 Tahun 2015 tentang Standar Nasional Pendidikan Tinggi;
 - Keputusan Menteri Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia Nomor 334/M/KP/XI/2015 tentang Pemberhentian dan Pengangkatan Rektor Universitas Sriwijaya;
 - Surat Dirjen Dikti Nomor 720/D/T/2007 tentang Ijin Penyelenggaraan Program Studi Ilmu Lingkungan (S3) pada Universitas Sriwijaya;
 - Surat Dirjen Dikti nomor 207/E4.4/K/2015 tanggal 23 April 2015 perihal media sosialisasi Program Beasiswa Pendidikan Magister menuju Doktor untuk Sarjana Unggul (PMDSU) Tahun 2015;
 - Keputusan Rektor Unsri Nomor 3083/UN9/KP/2016, tentang Perpanjangan Masa Tugas Direktur Program Pascasarjana Universitas Sriwijaya Masa Tugas 2012—2016.

MEMUTUSKAN

- Menetapkan** : **KEPUTUSAN DIREKTUR PROGRAM PASCASARJANA UNIVERSITAS SRIWIJAYA TENTANG PENGANGKATAN PROMOTOR DAN CO-PROMOTOR MAHASISWA PENDIDIKAN MAGISTER MENUJU DOKTOR UNTUK SARJANA UNGGUL (PMDSU) PROGRAM PASCASARJANA UNIVERSITAS SRIWIJAYA;**
- KESATU** : Menunjuk Promotor dan Co-Promotor mahasiswa Program Pendidikan Magister menuju Doktor untuk Sarjana Unggul (PMDSU) sebagai berikut:

NAMA/NIM	NAMA DOSEN
Adri Huda 20013681621016	Promotor : Prof. Dr. Fakhili Gulo Co-Promotor I : Prof. Dr. H. M. Djoni Bustan, M.Eng. Co-Promotor II : Dr. Bambang Yudono, M.Sc.

- KEDUA** : Segala biaya yang timbul akibat dikeluarkannya surat keputusan ini, dibebankan pada anggaran belanja Universitas Sriwijaya.
- KETIGA** : Keputusan ini berlaku sejak tanggal ditetapkan dengan ketentuan segala sesuatu akan diubah dan/atau diperbaiki sebagaimana mestinya apabila ternyata terdapat kekeliruan dalam penetapan ini.

Ditetapkan di : Palembang
Pada tanggal : 26 September 2016

Direktur,


Prof. Dr. Hilda Zulkifi, M.Si., DEA.
NIP 19530414 197903 2 001

Tembusan :

- Rektor (sebagai laporan)
- Wadir I & Wadir II
- Ketua Program Doktor (S3) Ilmu Lingkungan
- Promotor dan Co-Promotor
- Yang bersangkutan

DISERTASI

**PROSES OKSIDASI ZAT WARNA SINTETIK
SEBAGAI MODEL LIMBAH CAIR ORGANIK
MELALUI REAKSI FOTOKATALITIK
MENGUNAKAN TIMAH OKSIDA**

**Disampaikan pada Sidang Terbuka Promosi Doktor Ilmu
Lingkungan, Program Pascasarjana, Universitas Sriwijaya**



**ADRI HUDA
20013681621016**

**PROGRAM STUDI S3 ILMU LINGKUNGAN
PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS SRIWIJAYA
2019**

HALAMAN PENGESAHAN

PROSES OKSIDASI ZAT WARNA SINTETIK SEBAGAI MODEL LIMBAH CAIR ORGANIK MELALUI REAKSI FOTOKATALITIK MENGGUNAKAN TIMAH OKSIDA

DISERTASI

Oleh:

Adri Huda
20013681621016

Palembang, 25 Juli 2019

Promotor



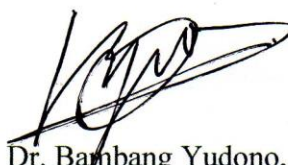
Prof. Dr. Fakhli Gulo
NIP. 196412091991021001

Co Promotor I



Prof. Dr. Ir. H. M. Djoni Bustan, M.Eng.
NIP. 195603071981031010

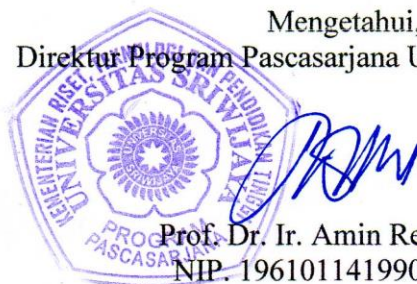
Co Promotor II



Dr. Bambang Yudono, M.Sc.
NIP. 196102071989032004

Mengetahui,

Direktur Program Pascasarjana Universitas Sriwijaya



Prof. Dr. Ir. Amin Rejo, M. P.
NIP. 196101141990011001

HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa disertasi dengan judul “Proses oksidasi zat warna sintetik sebagai model limbah cair organik melalui reaksi fotokatalitik menggunakan timah oksida” telah dipertahankan di hadapan tim penguji karya tulis ilmiah Program Pascasarjana Universitas Sriwijaya pada tanggal 25 Juli 2019.

Palembang, 25 Juli 2019

Tim Penguji Karya Tulis Ilmiah berupa Laporan Akhir Disertasi

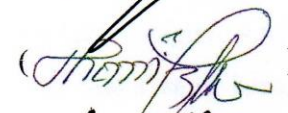
Ketua:

1. Prof. Dr. Fakhili Gulo
NIP. 196412091991021001

()

Anggota

2. Prof. Dr. Ir. H. M. Djoni Bustan, M.Eng.
NIP. 195603071981031010.

()

3. Dr. Bambang Yudono, M.Sc.
NIP. 196102071989032004

()

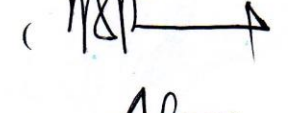
4. Saharman Gea, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 196811101999031001

()

5. Dr. Ir. H. M. Faizal, DEA
NIP. 195805141984031001

()

6. Dr. Ir. Marsi, M.Sc.
NIP. 196007141985031005

()

7. Dr. Salni, M.Si.
NIP. 196608231993031002

()

8. Hermansyah, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 197111191997021001

()

9. Dr. Muhammad Said, M. T.
NIP. 197407212001121001

()

Mengetahui,
Direktur Program Pascasarjana

Prof. Dr. Ir. Amin Rejo, M.P.
NIP. 196101141990011001



Ketua Program Studi
Ilmu Lingkungan

Prof. Dr. Ir. Nurhayati, M.Si.
NIP. 196202021991032001



HALAMAN PERNYATAAN INTEGRITAS

Yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Adri Huda
NIM : 20013681621016
Judul : Proses oksidasi zat warna tekstil sebagai model limbah cair organik melalui reaksi fotokatalitik menggunakan timah oksida

menyatakan bahwa Disertasi saya merupakan hasil karya sendiri didampingi oleh Tim Promotor dan Ko-Promotor serta bukan hasil penjiplakan/plagiat. Apabila ditemukan unsur penjiplakan/plagiat dalam Disertasi ini, maka saya bersedia menerima sanksi akademik dari Universitas Sriwijaya sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini saya buat dalam keadaan sadar tanpa ada paksaan dari siapapun.



Palembang, 25 Juli 2019



Adri Huda

Adri Huda
NIM. 20013681621016

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI

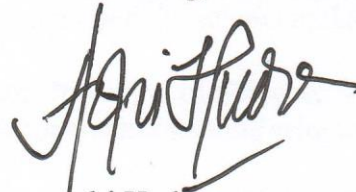
Yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Adri Huda
NIM : 20013681621016
Judul : Proses oksidasi zat warna tekstil sebagai model limbah cair organik melalui reaksi fotokatalitik menggunakan timah oksida

memberikan izin kepada Promotor dan Ko-Promotor serta Universitas Sriwijaya untuk memublikasikan hasil penelitian saya untuk kepentingan akademik. Apabila dalam waktu (satu) tahun tidak memublikasikan karya penelitian saya, dalam kasus ini saya setuju untuk menempatkan Promotor sebagai penulis korespondensi (*corresponding author*).

Demikian pernyataan ini saya buat dalam keadaan sadar tanpa ada paksaan dari siapapun.

Palembang, 25 Juli 2019



Adri Huda
NIM. 20013681621016

PRAKATA

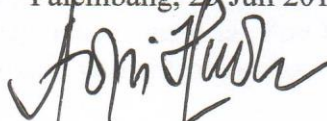
Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya serta shalawat kepada Rasulullah SAW sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan disertasi untuk ujian terbuka dengan judul “Proses oksidasi zat warna sintetik sebagai model limbah cair organik melalui reaksi fotokatalitik menggunakan timah oksida”.

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi (Kemristekdikti) Republik Indonesia sebagai sponsor utama studi dan penelitian penulis
2. Prof. Dr. Ir. Amin Rejo, M. P. sebagai Direktur Program Pascasarjana Universitas Sriwijaya Palembang
3. Prof. Dr. Ir. Nurhayati, M. Si. sebagai Ketua Program Studi S3 Ilmu Lingkungan Universitas Sriwijaya Palembang.
4. Prof. Dr. Fakhili Gulo sebagai Promotor, Prof. Dr. Ir. H. M. Djoni Bustan, M. Eng. dan Dr. Bambang Yudono, M. Sc. sebagai Ko-Promotor
5. Dr. Ir. H. M. Faizal, DEA., Dr. Muhammad Said, M. T., Dr. Salni, M. Si., Dr. Ir. Marsi, M. Sc., dan Hermansyah, S. Si., M. Si., Ph.D. sebagai penguji internal disertasi penulis
6. Dr. Dirk Hollmann dari Rostock University sebagai penguji eksternal disertasi penulis pada ujian tertutup disertasi
7. Saharman Gea, S.Si., M.Si., Ph.D. dari Universitas Sumatera Utara sebagai penguji eksternal disertasi penulis pada ujian terbuka disertasi
8. Ir. Sabaruddin, M.Sc., Ph.D. sebagai wakil direktur pascasarjana bidang akademik yang telah membantu penulis selama menjadi mahasiswa
9. Prof. Dr. Marcelo Ornaghi Orlandi, Prof. Dr. Maria Valnice Boldrin, Prof. Dr. Lilian D. M. Torquato, Dr. Pedro H. Suman sebagai *host* dan partner penelitian penulis yang telah banyak membantu penulis selama melakukan penelitian di Brasil.
10. Dr. Ha Minh Ngoc dan tim riset dari Hanoi University of Science, Vietnam National University yang banyak membantu penulis selama melakukan penelitian di Vietnam.
11. RoHan Rostock-Hanoi DAAD SDG Graduate School, DAAD, dan Federal Ministry for Economic Cooperation and Development, German yang telah menjadi sponsor penelitian penulis di Vietnam
12. Balai riset dan standarisasi industri Kota Palembang sebagai mitra penelitian penulis.

Penulis menyadari bahwa laporan disertasi untuk ujian terbuka ini masih memiliki banyak kekurangan sehingga kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan untuk perbaikan penulis sehingga laporan disertasi untuk ujian terbuka ini dapat berguna untuk pengembangan ilmu pengetahuan.

Palembang, 25 Juli 2019



Adri Huda, S.Si.

RINGKASAN

Proses oksidasi zat warna tekstil sebagai model limbah cair organik melalui reaksi fotokatalitik menggunakan timah oksida

Photocatalytic oxidation of textile dye as a model of organic wastewater using visible-light-activated tin oxide photocatalyst

Adri Huda; dibimbing oleh Fakhili Gulo, M. Djoni Bustan, Bambang Yudono

xxii + 155 Halaman, 12 Tabel, 53 Gambar, 22 Lampiran

Reaksi oksidasi berbasis reaksi fotokatalis merupakan teknologi yang memanfaatkan material fotokatalis seperti semikonduktor yang teraktifkan oleh sinar (foto). Reaksi oksidasi berbasis reaksi fotokatalis memiliki keunggulan jika dibandingkan dengan reaksi oksidasi lain yaitu kemampuan oksidasi yang lebih tinggi, memiliki efektivitas dan efisiensi aktivitas oksidasi yang tinggi, dan dapat digunakan dalam waktu yang lama tanpa memerlukan proses reaktivasi. Namun, reaksi oksidasi berbasis reaksi fotokatalis memiliki keterbatasan proses penyerapan sinar dimana sebagian besar material fotokatalis hanya dapat diaktivasi menggunakan sinar ultraviolet (energi tinggi). Keterbatasan penyerapan sinar disebabkan oleh karakteristik optik material semikonduktor yang relatif memiliki energi *band gap* lebar. Energi *band gap* lebar menyebabkan proses aktivasi material melalui eksitasi elektron membutuhkan energi yang tinggi. Desain material dengan energi *band gap* yang sempit dapat menjadi solusi untuk meningkatkan kapasitas penyerapan sinar sehingga material semikonduktor dapat teraktifkan dengan penyinaran dengan sinar dengan energi rendah (tampak).

Pada penelitian ini, material fotokatalis berbasis timah oksida dipreparasi dan dikarakterisasi menggunakan metode reduksi karbotermal (CR) dan metode *microwave assisted hydrothermal* (MAH). Material hasil preparasi dikarakterisasi menggunakan *X-ray diffraktometer* (XRD), *Field Emission Gun – Scanning Electron Microscope* (FEG-SEM) terintegrasi dengan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS), *High Resolution – Transmission Electron Microscope* (HR-TEM), *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS), dan Uji Brunauer-Emmett-Teller (BET) untuk mempelajari karakteristik dari material. Material dengan karakteristik lebih unggul selanjutnya diuji aktivitas material melalui uji kapasitas adsorpsi, uji reaksi fotokatalitik dan uji reaksi fotoelektrokatalitik. Selain uji aktivitas material, beberapa parameter digunakan untuk mengoptimisasi aktivitas fotokatalitik material Sn₃O₄ seperti studi pengaruh pH larutan, eksternal bias potensial, dan konsentrasi zat warna terhadap aktivitas fotokatalitik. Uji stabilitas melalui *reusability test* juga digunakan sebagai uji tingkat lanjut untuk mengetahui kemampuan material Sn₃O₄ pada penggunaan secara berulang-ulang. Pada akhir studi, uji LC-MS/MS dan UV-Vis spektrofotometer digunakan untuk mengetahui bagaimana material Sn₃O₄ dapat mengoksidasi molekul organik dari zat warna melalui pemanfaatan sinar tampak dari sumber sinar.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa material Sn_3O_4 dapat dipreparasi dengan metode reduksi karbotermal dan *microwave-assisted hydrothermal* dengan karakteristik yang spesifik terhadap masing-masing metode preparasi material. Secara lebih spesifik, kedua material Sn_3O_4 memiliki sifat fotorespon di daerah sinar tampak sehingga berpotensi untuk memiliki aktivitas fotokatalitik. Namun, hasil karakterisasi tingkat lanjut menunjukkan bahwa material Sn_3O_4 -MAH memiliki karakteristik yang lebih unggul jika dibandingkan dengan Sn_3O_4 -CR dari sisi kemurnian, luas permukaan, dan kemudahan dalam proses teknis preparasi.

Hasil uji aktivitas material Sn_3O_4 menunjukkan bahwa material Sn_3O_4 memiliki kapasitas adsorpsi yang rendah dimana hanya 0,918 % zat warna *acid yellow* 17 (AY17) dan 1,349% zat warna *direct blue* 71 (DB71) yang dapat diserap oleh 50 mg Sn_3O_4 . Hasil uji kapasitas adsorpsi memiliki hubungan dengan aktivitas fotokatalitik dimana adsorpsi yang rendah terhadap zat warna AY17 menghasilkan persentase oksidasi yang lebih rendah (62,418%) jika dibandingkan dengan persentase oksidasi zat warna DB71 (89,209%). Namun, persentase oksidasi yang rendah terhadap AY17 dapat ditingkatkan dengan mengatur pH dari sistem larutan dimana pengaturan pH ke daerah asam (pH 2 dan 4) dan pengaplikasian beda potensial 0,5 V dapat meningkatkan persentase oksidasi zat warna AY17 dari 62,418% menjadi 99,814%. Hasil uji tingkat lanjut juga menunjukkan bahwa kondisi optimum reaksi (pH 4 dan E_{app} 0,5 V) dapat mengoksidasi secara sempurna 20 ppm zat warna AY17 dan memineralisasi 83% dari zat warna AY17. Hasil uji stabilitas juga menunjukkan bahwa material Sn_3O_4 memiliki stabilitas yang tinggi dimana material Sn_3O_4 dapat digunakan secara berulang-ulang pada reaksi fotokatalisis dan fotoelektrokatalisis tanpa memerlukan perlakuan tingkat dua (reaktivasi). Beberapa fenomena penurunan kemampuan oksidasi disebabkan oleh ketidakstabilan film Sn_3O_4 pada substrat titanium dan bukan ketidakstabilan dari material Sn_3O_4 . Hasil studi mekanisme oksidasi material melalui instrumentasi LC-MS/MS dan UV-Vis Spektrofotometer juga mengkonfirmasi bahwa persentase oksidasi yang dihasilkan dari reaksi fotokatalitik merupakan hasil dari proses mineralisasi zat warna menjadi molekul yang lebih sederhana.

Keseluruhan hasil penelitian menunjukkan bahwa material Sn_3O_4 memiliki potensi untuk dikembangkan sebagai teknologi masa depan yang ramah lingkungan dalam proses remediasi limbah cair organik melalui pemanfaatan sinar matahari. Hasil penelitian juga menunjukkan bahwa material Sn_3O_4 merupakan teknologi yang ramah lingkungan karena melibatkan reaksi oksidasi yang sempurna dalam mengoksidasi polutan tanpa membentuk produk samping yang menjadi polutan tingkat dua.

Kata kunci: Sn_3O_4 , Oksidasi, Fotokatalisis, Fotoelektrokatalisis, *Green Technology*
Kepustakaan : 92 (1954-2019)

SUMMARY

Photocatalytic oxidation of textile dye as a model of organic wastewater using visible-light-activated tin oxide photocatalyst

Proses oksidasi zat warna tekstil sebagai model limbah cair organik melalui reaksi fotokatalitik menggunakan timah oksida

Adri Huda; supervised by Fakhili Gulo, M. Djoni Bustan, Bambang Yudono

xxii + 155 pages, 12 table, 53 figure, 22 supplementary material

Photocatalytic-based oxidation process is a technology utilizing photocatalytic materials such as semiconductor activated by light illumination to conduct the oxidation reaction. This oxidation process has advantages compared to other conventional oxidation process which has high oxidation performance, high effectivity and efficiency, as well as excellent stability. However, this process has limitation in the characteristics of absorbing visible light as most of photocatalytic materials has wide band gap which can be activated only in the ultraviolet range (high energy).

The present research has been conducted on exploring and characterizing tin oxide photocatalytic materials using carbothermal reduction (CR) and microwave assisted hydrothermal (MAH) methods. The as-prepared tin oxides have been characterized using XRD, FEG-SEM and EDS, HR-TEM, UV-Vis DRS, and BET. The material which has better characteristics is furtherly tested for activity test including adsorption capacity, photocatalytic, and photoelectrocatalytic tests. Several parameters have been used to optimize the photocatalytic performance of Sn_3O_4 such as adjusting solution acidity (pH), external bias potential, and dye solution concentration. Furthermore, the cycling test have been used to study the material stability for long period usage. The present research also investigated the oxidation mechanism using LC-MS/MS and UV-Vis spectrophotometer.

The results show that Sn_3O_4 can be successfully prepared by carbothermal reduction and microwave-assisted hydrothermal methods with different specific characterisation for each preparation method. As photocatalytic material, both the as-prepared Sn_3O_4 have a photoresponse in visible-light wavelength with 2.7 eV of calculated-band gap energy. However, the further characterization have proved that the Sn_3O_4 prepared by MAH has better purity, surface area, as well as it is easier to be produced.

The activity test shows that Sn_3O_4 has a low adsorption capacity in which only 0,918% AY17 dye and 1,349% DB71 dye can be adsorbed by 50 mg Sn_3O_4 . Furthermore, the adsorption behavior plays the role in determining the photocatalytic performance of Sn_3O_4 in which the lower adsorption capacity on AY17 dye generates lower photocatalytic performance (62,418%). On the other hand, the higher adsorption capacity on DB71 results higher photocatalytic activity in which 50 mg Sn_3O_4 can degrade 89,209% 10 ppm DB71 dye. However, the lower photocatalytic performance on AY17 can be improved by adjusting the dye solution acidity to 2 and 4 and applying 0,5V external bias potential. The optimum condition

(pH 4 and 0,5 V) can enhance the percentages of oxidation from 62,418% to 99,814% and completely oxidize 20 ppm of AY17 dye and mineralize 83% of AY17 dye. The stability test also showed that Sn₃O₄ has a higher stability for long period usage in photocatalytic and photoelectrocatalytic reactions without any reactivation process. Some phenomenon of decreased oxidation capacity is caused by the instability of Sn₃O₄ film on titanium substrate rather than the instability of Sn₃O₄ itself. The study of oxidation mechanism also proved that Sn₃O₄ successfully oxidize AY17.

In conclusion, the present research shows that Sn₃O₄ has future potential to be developed as environmentally friendly technology for oxidizing organic molecule in the future by utilizing sunlight. Furthermore, the results support that Sn₃O₄ is environmentally friendly technology as it involves complete oxidation process in degrading pollutant without producing any byproducts (secondary pollutants).

Keywords: Sn₃O₄, Oxidation, Photocatalyst, Photoelectrocatalyst, *Green Technology*

Literatures: 92 (1954-2019)