The Indonesian Green Technology Journal
DOI: *10.21776/ub.igtj.2021.009.01.03*
Submitted: 29-04-2021
Published: 30-11-2021

E-ISSN. 2338-1787
ISSN. 2355-4010

Sintesis Granul TiO_2-Bentonit/Alginat Untuk Fotodegradasi Metilen Biru

Antika Ratna Sari[1*], Sri Wardhani[2], Siti Mutrofin[3]
[123]Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis fotokatalis TiO_2-bentonit/Alginat granul, mengetahui pengaruh pengemban bentonit dalam fotokatalis, pengaruh konsenterasi TiO_2 dalam bentonit, pengaruh lama penyinaran dan pengaruh pH terhadap degradasi metilen biru dengan menggunakan sinar UV panjang gelombang 365 nm. Sintesis fotokatalis dilakukan dengan impregnasi basah TiO_2 dalam bentonit dengan komposisi konsenterasi TiO_2 dalam bentonit yaitu 0,0075; 0,010; 0,0125; 0,015; 0,02; dan 0,025 mol/g bentonit. TiO_2 dan TiO_2-Bentonit dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD. Variasi lama penyinaran yang digunakan adalah 20, 60, 100, 140, dan 180 menit. Variasi pH yang digunakan adalah pH 3, 5, 7, 9, dan 11. Volume, konsentrasi metilen biru, dan massa fotokatalis yang digunakan berturut-turut adalah 25 mL, 10 mg/L, dan 100 mg. Penentuan absorbansi metilen biru dilakukan secara spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm. Hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan munculnya vibrasi Ti-O-Ti pada bilangan gelombang 623,25 cm^{-1} dan 708,83 cm^{-1}. Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa TiO_2 mempunyai 2 fasa yaitu rutil dan anatase dengan komposisi 64,8% dan 35,2%. Berdasarkan analisis *Match!3*, bentonit merupakan fasa montmorillonit. Hasil fotodegradasi menunjukkan bahwa fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat memiliki persentase degradasi lebih baik dibandingkan TiO_2/Alginat. Persentase degradasi optimum dicapai pada fotokatalis komposisi TiO_2-bentonit 0,015 mol/ g bentonit, lama penyinaran 100 menit, dan pH 7 dengan degradasi sebesar 82,33%.

Kata kunci: *TiO_2, Bentonit, Metilen biru.*

Abstract

The aim of this research is to synthesis TiO_2-Bentonite/Alginate photocatalyst granules, to know the influence of bentonite in photocatalyst, TiO_2 composition at bentonite in photocatalyst, irradiation time and pH for methylene blue dye photodegradation by ultraviolet radiation at a wavelength of 365 nm. The photocatalyst synthesis was carried out by wet impregnation of TiO_2 in bentonite with the composition of TiO_2 concentrations in bentonite of 0.0075; 0,010; 0,0125; 0,015; 0,02; and 0.025 mol/g bentonite. TiO_2 and TiO_2-Bentonite were characterized using FTIR and XRD. The variations of irradiation time were 20, 60, 100, 140, and 180 minutes. The variations of pH were 3, 5, 7, 9, and 11. The volume, concentration of methylene blue, and mass of photocatalyst used in this work were 25 mL, 10 mg/L, and 100 mg, respectively. Methylene blue concentrations were measured by UV-Vis spectrophotometry at 664 nm. The synthesized photocatalyst was characterized using XRD and FTIR instrument. Measurement of degradation percentage was done using spectrophotometer UV-Vis at 664 nm. FTIR analysis indicates the appearance of Ti-O-Ti bands at wave numbers of 623.25 cm^{-1}, 708.83 cm^{-1}. Characterization with XRD indicates that the TiO_2 has 2 phases namely rutil and anatase with compositions of 64.8% and 35.2%. Based on *Match!3*, the bentonite was in a montmorillonit phase.. The photodegradation results showed that TiO_2-Bentonite/Alginate photocatalysts had a better percentage of degradation than that of TiO_2/Alginate only. The optimum degradation percentage was achieved by photocatalyst of TiO_2-Bentonite with a composition of 0.015 mol/ g bentonite, 100 minutes of irradiation, and pH 7, with a methylene blue degradation of 82.33%.

Keywords: *TiO_2, Bentonite, Methylene Blue.*

PENDAHULUAN

Limbah industri tekstil yang tidak dikelola dengan baik dapat menjadi penyebab pencemaran lingkungan. Kandungan limbah industri tekstil salah satunya adalah zat warna. Zat warna metilen biru merupakan salah satu zat warna yang cukup sering digunakan pada industri tekstil. Sebanyak 10-15% zat warna akan terbuang bersama limbah, sedangkan menurut peraturan pemerintah No. 82 tahun 2001 ambang batas zat warna dalam limbah industri sebesar 0,1 mg/L [1][2]

Metode penguraian zat warna antara lain fotodegradasi, dan *Advanced Oxidation Process* (AOP). Metode AOP menggunakan kombinasi ozon dan sinar UV untuk mengoksidasi senyawa organik yang terkandung dalam air. Akan tetapi metode ini kurang efektif dalam menguraikan zat warna yang susah diuraikan secara alami di alam, sesuai dengan penelitian yang dilakukan Cortez, dkk dengan rasio BOD/COD yang dihasilkan rendah yaitu pada rentang 0,21 hingga 0,42 [3][4]. Fotodegradasi merupakan metode yang menggunakan bahan semikonduktor serta bantuan sinar untuk mendegradasi metilen biru. Beberapa bahan semikonduktor yang dapat digunakan sebagai fotokatalis antara lain TiO_2, ZnO, Fe_2O_3, CdS, ZnS, dan ZrO_2. Metode fotodegradasi memiliki beberapa keunggulan antara lain: tidak memerlukan banyak biaya,

mudah diterapkan, serta dapat mendegradasi zat warna menjadi senyawa sederhana ramah lingkungan[5][6]

Kemampuan degradasi dari fotokatalis dapat ditingkatkan dengan mengemban semikonduktor pada mineral alam. Logam semikonduktor yang diembankan pada mineral alam akan menyebabkan fotokatalis memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben dan fotokatalis [7][8]. Mineral alam yang seringkali digunakan sebagai pengemban fotokatalis antara lain zeolit dan bentonit. Bentonit mempunyai pori-pori yang dapat menyerap zat warna. Untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya, bentonit dapat diaktivasi dengan asam, sehingga dapat memperbesar pori-pori bentonit dan memperluas sisi aktif [9].

Penelitian ini memaparkan pengaruh pengemban, pengaruh variasi konsenterasi TiO_2 dalam Bentonit, pengaruh lama penyinaran dan pengaruh pH pada proses degradasi metilen biru. Penelitian ini juga diharapkan mampu membantu pelaku industri tekstil dalam penguraian limbah zat warna, sehingga dapat mendukung teknologi yang ramah lingkungan.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain bentonit, H_2SO_4 97%, aquades, TiO_2 grade farmasi, etanol 96%, natrium alginat, metilen biru, $CaCl_2$ 10%, HCl 37%, NaOH.

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain peralatan gelas, neraca analitik Ohaus, mortar, spektrofotometer UV-Vis 1601 (Shimadzu), oven *Fischer Scientific Isotermp*, tanur 6000 *Barnstead Thermolgne*, pemanas magnet *Ikamag*, pH meter LG 820 *Schoot Gerate*, spektrofotometer FT-IR Merk 8400S *Shimadzu*, X-Rays Diffraction PANalytical, Lampu UV evaco 10 watt 365 nm, dan aluminium foil.

Prosedur Penelitian

Preparasi Bentonit Teraktivasi

Bentonit diayak dengan ayakan 200 mesh sebanyak 50 gram dimasukkan ke dalam gelas kimia 1 L, ditambahkan H_2SO_4 1M dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 120 menit pada kecepatan 9 rpm. Bentonit di dekantasi dan dicuci dengan akuades hingga pH filtrat sama dengan pH aquades. Kemudian dikeringkan dalam oven dengan temperatur 110°C selama 120 menit dan dikalsinasi selama 5 jam pada temperatur 500°C.

Preparasi TiO_2-Bentonit.

TiO_2-Bentonit dibuat dalam berbagai variasi komposisi yaitu 0,0075; 0,01; 0,0125; 0,015; 0,02; dan 0,025 mol/g bentonit dengan berat masing-masing yaitu 3,6; 4,8; 6,0; 7,2; 9,6; dan 12,0 gram TiO_2. Kemudian masing-masing TiO_2 dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 6 gram bentonit yang telah diaktivasi. Etanol sebanyak 12 mL ditambahkan ke dalam campuran dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Campuran kemudian dikeringkan dalam oven pada 120°C selama 5 jam. Setelah kering, campuran dihaluskan dan dipanaskan dalam tanur pada 500°C selama 5 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD.

Sintesis fotokatalis granul

Sebanyak 3 gram TiO_2 dan TiO_2-Bentonit masing-masing dicampur ke dalam gel alginat yang dibuat dengan melarutkan 1 gram natrium alginat dengan 13 mL akuades sambil diaduk dengan pengaduk magnet pada 40°C. Kemudian campuran diinjeksikan ke dalam larutan $CaCl_2$ 10% dengan alat suntik (*syringe*). Fotokatalis yang terbentuk dipisahkan dan dikeringkan pada 70°C selama 180 menit. Kemudian granul didinginkan di desikator.

Pengaruh Pengembanan TiO_2 pada Bentonit Terhadap Kemampuan Mendegradasi Metilen Biru

TiO_2-Alginat granul dan TiO_2-Bentonit Alginat granul dengan rasio mol 0,01 mol/g masing-masing ditimbang 100 mg dan ditambahkan ke dalam larutan metilen biru 10 mg/L sebanyak 25 mL pada gelas kaca kuarsa. Proses degradasi dilakukan selama 60 menit dengan penyinaran sinar UV. Kemudian filtrat dipisahkan dengan cara didekantasi dan dipipet 5 mL dan diencerkan hingga 25 mL. Filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm untuk menentukan konsentrasi metilen biru sisa. Perlakuan dilakukan sebanyak 2 kali.

Pengaruh Konsenterasi TiO_2-Bentonit dalam Fotokatalis Terhadap Degradasi Metilen Biru

Sebanyak 25 mL larutan metilen biru 10 mg/L dimasukkan ke 6 gelas kaca berbeda. Kemudian 100 mg fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat yang mengandung TiO_2-Bentonit dengan variasi konsentrasi 0,0075; 0,01; 0,0125; 0,015; 0,02; dan 0,025 mol/g bentonit ditambahkan ke dalam masing-masing larutan. Fotodegradasi dilakukan dengan penyinaran sinar UV selama 60 menit. Kemudian filtrat dipisahkan dengan cara

didekantasi dan dipipet 5 mL dan diencerkan hingga 25 mL. Filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm untuk menentukan konsentrasi metilen biru sisa. Komposisi optimum diperoleh berdasarkan persen degradasi paling besar. Perlakuan dilakukan sebanyak 2 kali.

Pengaruh Lama Penyinaran terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis

Pengaruh lama penyinaran terhadap aktivitas degradasi fotokatalis digunakan konsenterasi optimum TiO_2-Bentonit pada fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat yaitu 0,015 mol/g bentonit

Metilen biru 10 mg/L sebanyak 25 mL ditambahkan 100 mg fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat granul dan disinari dengan sinar Uv selama 20, 60, 100, 140, dan 180 menit. Kemudian filtrat dipisahkan dengan cara didekantasi dan dipipet 5 mL dan diencerkan hingga 25 mL. Filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm untuk menentukan konsentrasi metilen biru sisa. Perlakuan dilakukan sebanyak 2 kali.

Pengaruh pH Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis

Pengaruh pH metilen biru terhadap aktivitas degradasi fotokatalis dilakukan pada konsentrasi optimum TiO_2-Bentonit pada fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat yaitu 0,015 mol/g bentonit.

Metilen biru 10 mg/L dikondisikan pada pH 3, 5, 7, 9, dan 11 dengan HCl 0,01 M dan NaOH 0,01 M. Selanjutnya larutan ditambah 100 mg fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat granul dan disinari dengan sinar UV selama 100 menit. Kemudian filtrat dipisahkan dengan cara didekantasi dan dipipet 5 mL dan diencerkan hingga 25 mL Filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm untuk menentukan konsentrasi metilen biru sisa. Perlakuan dilakukan sebanyak 2 kali.

Perhitungan Persentase Degradasi

Persen degradasi metilen biru dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\%\text{Degradasi} = \frac{C\ awal - C\ akhir}{C\ awal} \times 100\%$$

Keterangan:

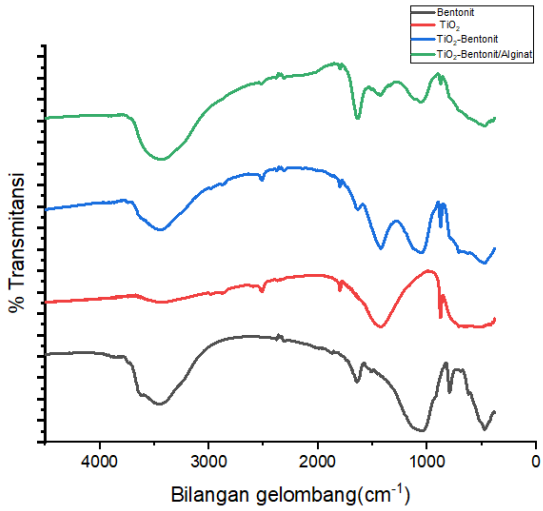
C_{awal}= konsenterasi awal (mg/L)

C_{akhir}= konsenterasi akhir (mg/L)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi menggunakan FTIR

Karakterisasi FTIR dilakukan pada sampel TiO_2-Bentonit dan TiO_2-Bentonit/Alginat untuk mengidentifikasi gugus fungsi senyawa kimia pada sampel.



Gambar 1. Spektra FTIR TiO_2-Bentonit/Alginat, TiO_2-Bentonit, TiO_2, dan Bentonit

Tabel 1. Data Serapan FTIR Bentonit Teraktivasi, TiO_2, TiO_2-Bentonit, dan TiO_2-Bentonit/Alginat [10][11][12][13]

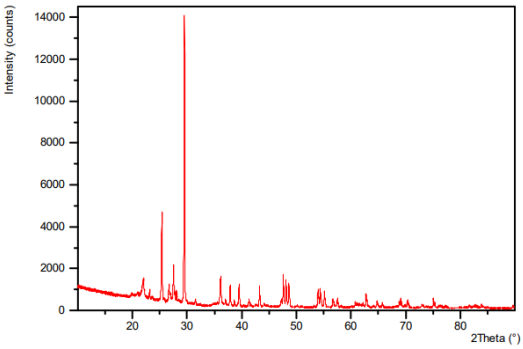
Bentonit teraktivasi (cm^{-1})	TiO_2 (cm^{-1})	TiO_2-Bentonit (cm^{-1})	TiO_2-Bentonit/ Alginat (cm^{-1})	Intrepretasi
3618,30 3464,27	3442,87	3444,30	3437,17	Vibrasi ulur OH
-	2982,21 2873,82	-	-	Vibrasi ulur – CH_2-
-	2515,84	2514,41	2517,26	Serapan Ti-O
1644,42	-	1637,29	1635,86	Vibrasi tekuk O-H
-	1421	1421,93	1434,77	Vibrasi Ti-O-Ti
1049,69	-	1055,40	1055,40	Vibrasi ulur Si-O-Si montmorilonit
-	-	875,69	877,12	Vibrasi ulur O-Al-O
-	707,40 513,44 430,72	708,83 623,25	-	Vibrasi Ti-O-Ti
618,98	-	-	-	Vibrasi Al-O-Si-O
794,40	-	-	-	Vibrasi simetris Si-O-Si
469,22	-	473,50	473,50	Vibrasi tekuk Si-O-Si

Pada gambar 1. dan tabel 1. Menunjukkan bahwa spektrum TiO_2-bentonit terdapat puncak serapan pada bilangan gelombang 3444,30 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur OH, pada 2514,41 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan Ti-O dan pada 1421,93 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi Ti-O-Ti. Vibrasi tekuk OH teramati pada 1637,29 cm^{-1}. Sedangkan vibrasi tekuk dari Ti-O-Ti terjadi 708,83 cm^{-1}, dan 623,25 cm^{-1}. Pada 1055,40 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-Si, sedangkan pada 473,50 menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari Si-O-Si.

Pada spektrum TiO_2-bentonit/alginat menunjukkan adanya peningkatan intensitas serapan pada 343,17 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur OH. Puncak serapan pada 2517,26 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan Ti-O, pada 1635,86 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk O-H, pada 1434,77 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi Ti-O-Ti, dan pada 520,18 cm^{-1} serta 622,77 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk Ti-O-Ti. Pada bilangan gelombang 1055,40 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur Si-O-Si sedangkan pada 473,50 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk dari Si-O-Si.

Karakterisasi menggunakan XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui fasa dominan pada TiO_2 dan pengaruh pengembanan Bentonit yang ditambahkan dalam fotokatalis TiO_2.



Gambar 2. Difraktogram TiO_2-Bentonit.

Pada gambar 2. Menunjukkan hasil analisis sampel TiO_2-Bentonit. Puncak serapan TiO_2 anatase muncul pada nilai 2θ = 25,33°, 37,81°, 48,04°, dan 53,91°. Sedangkan puncak serapan TiO_2 rutil muncul pada nilai 2θ= 27,45°, 41,26°, 54,32°. Puncak montmorillonit pada TiO_2-Bentonit muncul pada nilai 2θ= 19,73°, 23,08, dan 29,93°. Penelitian yang dilakukan Laysandra,dkk juga menunjukkan bahwa puncak montmorillonit pada TiO_2-Bentonit muncul pada nilai 2θ = 19,82°, 27,70°, 34,79°, dan 59,64° [14].

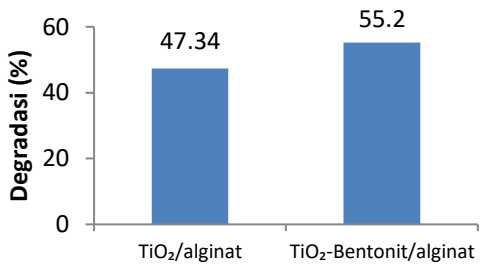
Dari hasil analisis XRD dapat diketahui bahwa fasa dominan dari TiO_2 adalah fasa anatase, yang juga terdapat pada sampel TiO_2-Bentonit. Munculnya puncak serapan TiO_2 anatase dan montmorillonit pada TiO_2-Bentonit menunjukkan bahwa TiO_2 berhasil diembankan ke dalam bentonit.

Pengaruh Pengemban Terhadap Kemampuan Mendegradasi Metilen Biru

Uji pengaruh pengemban bertujuan untuk mengetahui pengaruh pengemban bentonit dalam fotokatalis dalam mendegradasi metilen biru. Uji pengaruh dilakukan dengan menggunakan dua jenis fotokatalis yaitu TiO_2-bentonit/alginat granul dan TiO_2/alginat granul.

Pada gambar 3 menunjukkan bahwa fotokatalis yang diembankan pada bentonit memiliki persentase degradasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis yang tidak diembankan pada bentonit, yaitu 55,20% untuk TiO_2-Bentonit/Alginat dan 47,34% untuk TiO_2/Alginat. Hal ini dikarenakan fotokatalis yang diembankan pada bentonit memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben dan fotokatalis. Selain itu bentonit yang diembankan pada TiO_2, dapat memperluas permukaan fotokatalis, sehingga fotokatalis dapat memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik dibandingkan dengan yang tidak diembankan pada bentonit [8][15][16]. Reaksi degradasi metilen biru menjadi senyawa yang lebih sederhana sebagai berikut [17]skripsi jurnal:

$$C_{16}H_{18}N_3SCl + 51/2\ O_2 \rightarrow 16CO_2 + 6H_2O + H_2SO_4 + 3HNO_3 + HCl$$



Gambar 3. Grafik pengaruh pengemban terhadap degradasi metilen biru menggunakan sinar UV.

Pengaruh Konsenterasi TiO_2-Bentonit dalam Fotokatalis Terhadap Degradasi Metilen Biru

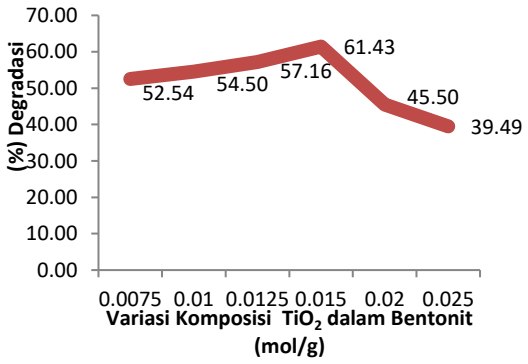
Uji pengaruh konsenterasi TiO_2-Bentonit dalam fotokatalis dilakukan untuk mengetahui komposisi optimum fotokatalis dalam

mendegradasi metilen biru. **Gambar 4.** menunjukkan bahwa konsentrasi optimum TiO_2-Bentonit dalam fotokatalis adalah 0,015 mol/g bentonit. Hal ini disebabkan karena komposisi TiO_2 yang diembankan pada bentonit mempunyai aktivitas adsorbsi dan fotokatalitik yang seimbang, sehingga sisi aktif fotokatalis menjadi lebih aktif. Fotokatalis yang mengalami peningkatan sisi aktif akan menghasilkan radikal hidroksil yang lebih banyak sehingga proses degradasi metilen biru juga berjalan lebih baik [15][18].

Akan tetapi pada variasi 0,02 dan 0,025 mol/g bentonit terjadi penurunan persentase degradasi. Penurunan persentase degradasi ini disebabkan karena adanya penurunan sisi aktif fotokatalis akibat proses *sintering* [15][19].

Berdasarkan uji ANOVA, nilai F hitung yang diperoleh sebesar 1311,35 serta nilai F tabel 2% yang diperoleh sebesar 6,58. Dari data tersebut, diketahui bahwa nilai F hitung > F kritis (tabel). Hal tersebut menunjukkan adanya perbedaan yang sangat nyata pada perlakuan variasi konsenterasi TiO_2 dalam bentonit untuk mendegradasi metilen biru, sehingga perlu dilakuakan uji BNT untuk mengetahui seberapa jauh atau seberapa dekat perbedaan pada setiap perlakuan. Dari uji BNT 2% menunjukkan bahwa nilai rata-rata pada setiap variasi konsenterasi TiO_2 menunjukkan perbedaan yang signifikan.

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa semakin banyak TiO_2 yang diimpregnasi ke dalam bentonit tidak selalu berbanding linier dengan persentase degradasi metilen biru. Terdapat komposisi tertentu sehingga akan dihasilkan fotokatalis dengan aktivitas degradasi yang optimum.



Gambar 4. Kurva hubungan pengaruh variasi komposisi TiO_2 dalam Bentonit terhadap degradasi metilen biru

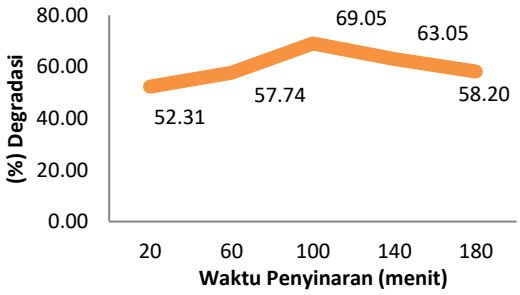
Pengaruh Lama Penyinaran terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis

Uji lama penyinaran dilakukan untuk mengetahui waktu optimum degradasi metilen biru dengan menggunakan fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat granul. Lama penyinaran pada mekanisme fotodegradasi menunjukkan waktu kontak antara fotokatalis dengan sinar untuk menghasilkan radikal hidroksil serta interaksi antara radikal hidroksil dengan zat warna dalam proses degradasi.

Pada **Gambar 4**. menunjukkan bahwa waktu penyinaran optimum ada pada menit ke-100 dengan persentase degradasi sebesar 69,05%. Hal ini diperkirakan karena pada menit ke-100 dihasilkan energi foton optimum, sehingga radikal hidroksil yang dihasilkan untuk degradasi metilen biru juga optimum. Diketahui bahwa, semakin lama penyinaran maka waktu kontak antara fotokatalis dengan sinar juga semakin lama, sehingga energi foton yang diserap semakin banyak [20][21].

Penurunan persentase degradasi terjadi pada menit ke-140 dan 180. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu penyinaran, akan meningkatkan energi panas sehingga dapat menguapkan pelarut akuades pada zat warna. Pelarut akuades yang menguap dapat meningkatkan konsenterasi metilen biru dalam larutan, sehingga menyebabkan molekul zat warna terkumpul di permukaan fotokatalis dan akan menghambat radiasi sinar UV yang mengenai fotokatalis [22].

Berdasarkan uji ANOVA, nilai F hitung yang diperoleh sebesar 595,24 serta nilai F tabel 2% yang diperoleh sebesar 8,23. Dari data tersebut, diketahui bahwa nilai F hitung > F kritis (tabel). Hal tersebut menunjukkan adanya perbedaan yang siginifikan pada perlakuan variasi lama penyinaran, sehingga perlu dilakukan uji BNT untuk mengetahui seberapa jauh atau seberapa dekat pada setiap variasi lama penyinaran. Dari hasil uji BNT menunjukkan bahwa setiap variasi lama penyinaran menunjukkan perbedaan yang nyata kecuali pada variasi lama penyinaran 60 menit dan 180 menit.



Gambar 5. Kurva hubungan waktu penyinaran dan degradasi metilen biru

Pengaruh pH Metilen Biru terhadap Aktivitas Degradasi Fotokatalis

Nilai pH merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi degradasi metilen biru. pH larutan metilen biru mempengaruhi peristiwa adsorpsi dan degradasi pada permukaan fotokatalis TiO_2 [23]. Uji pengaruh pH metilen biru dilakukan untuk mengetahui pH optimum degradasi metilen biru dengan menggunkan fotokatalis TiO_2-Bentonit-Alginat granul.

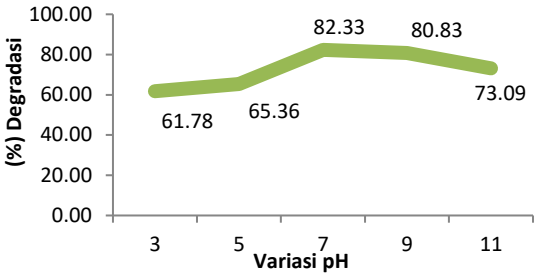
Pada **Gambar 6**. menunjukkan bahwa pH optimum degradasi metilen biru yaitu pH 7 sebesar 82,33%. Persentase degradasi pada pH asam menghasilkan persentase degradasi lebih rendah dibandingkan pada pH netral dan basa. Pada pH asam pembentukan lubang elektron untuk menghasilkan radikal hidroksil cenderung lambat, maka persentase degradasi metilen biru juga lebih rendah. Selain itu pada pH asam atau pH dibawah pH_{pzc} TiO_2 (pH_{pzc}=6), TiO_2 akan bermuatan positif dan bermuatan negatif pada pH diatas pH_{pzc}, sesuai pada reaksi (1-2). Sehingga pada pada pH diatas pH_{pzc} fotokatalis akan memproduksi lebih banyak radikal hidroksil. [24].

pH<pzc: $Ti\text{-}OH + H^+ \rightarrow TiOH_2^+$ pKa= 4.5 (1)

pH>pzc: $Ti\text{-}OH + OH^- \rightarrow TiO^- + H_2O$ pKa= 8 (2)

Penurunan persentase degradasi terjadi pada pH 9 dan pH 11 yang disebabkan karena adanya penurunan kemampuan fotokatalis dalam menyerap energi foton [25].Alkaim,dkk juga melaporkan bahwa pada pH 9 dan pH 11 terjadi penurunan persentase degradasi metilen biru yang disebabkan karena adanya *radical scavenging* yang cepat pada pH metilen biru yang tinggi, sehingga radikal hidroksil tidak optimal dalam mendegradasi metilen biru [26].

Berdasarkan uji ANOVA, nilai F hitung yang diperoleh sebesar 2076,43 serta nilai F tabel 2% diperoleh sebesar 8,23. Dari data tersebut, diketahui bahwa nilai F hitung > F kritis (tabel). Hal tersebut menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan pada setiap perlakuan variai pH, sehingga perlu dilakukan uji BNT untuk mengetahui seberapa jauh atau seberapa dekat perbedaan pada setiap perlakuan. Dari hasil uji BNT 2% diketahui pada setiap perlakuan variasi pH menunjukkan perbedaan yang nyata.



Gambar 6. Kurva hubungan variasi pH dengan % degradasi metilen biru.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil karakterisasi XRD, TiO_2-Bentonit terdapat kandungan dominan TiO_2, yaitu fase anatase dan rutil dengan komposisi 64,8% dan 35,2%, serta terdapat montmorilonit dari bentonit. Hasil uji gugus fungsi menggunakan FTIR pada fotokatalis TiO_2-Bentonit/Alginat menunjukkan adnya gugus fungsi Ti-O-Ti, Si-O-Si, dan O-Al-O.
2. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa TiO_2 dengan pengemban bentonit menghasilkan persentase degradasi metilen biru lebih baik dibandingkan tanpa pengemban bentonit.
3. Semakin banyak TiO_2 yang diimpregnasi ke dalam bentonit tidak selalu berbanding linier dengan persentase degradasi metilen biru. Terdapat komposisi tertentu sehingga akan dihasilkan fotokatalis dengan aktivitas degradasi yang optimum. Persentase degradasi optimum dicapai pada komposisi 0,015 mol/g bentonit.
4. Dari hasil penelitian lama waktu penyinaran optimum terjadi pada penyinaran selama 100 menit. Sedangkan pada lama penyinaran 140 dan 180 menit terjadi penurunan persentase degradasi metilen biru.
5. Dari hasil penelitian pengaruh pH larutan metilen biru, menunjukkan bahwa degradasi metilen biru optimum terjadi pada pH 7. Pada pH basa degradasi metilen biru berlangsung lebih baik dibandingkan pada pH asam.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya serta staff instrument dan laboran di laboratorium kimia anorganik.

DAFTAR PUSTAKA

[1] E. A. S. Almaamary., S. R. S. Abdullah., H. A. Hasan., R. A. A. Rahim., and M. Idris. 2017. Rawatan metilena biru dalam air sisa menggunakan Scirpus grossus. *Malaysian J. Anal. Sci.*, 21(1), 182–187, doi: 10.17576/mjas-2017-2101-21.

[2] D. W. Dwiasi, T. Setyaningtyas, and K. Riyani. 2018. Penurunan Kadar Metilen Biru Dalam Limbah Batik Sokaraja Decrease Level of Methylene Blue In Sokaraja Liquid Waste Using Fe_2O_3-H_2O_2-UV System. *J. Rekayasa Kim. dan Lingkung.*, 13(1), 78–86,

[3] N. W. Yuningrat. 2015. Fotodegradasi Senyawa Organik Dalam Lindi Dengan Menggunakan Katalis TiO_2 Terimobilisasi Pada Plat Kaca. *JST (Jurnal Sains dan Teknol.* 4(2), 647–660, , doi: 10.23887/jst-undiksha.v4i2.6056.

[4] S. S. Hutagulung, A. T. Sugiarto, and V. Luvita. 2009. Metode Advanced Oxidation Processes (Aop) Untuk Mengolah Limbah Resin Cair. *Pus. Teknol. Limbah Radioaktif-BATAN Pus. Penelit. Ilmu Pengetah. dan Teknol.* 57–64

[5] R. J. Tayade, T. S. Natarajan, and H. C. Bajaj. 2009. Photocatalytic degradation of methylene blue dye using ultraviolet light emitting diodes. *Ind. Eng. Chem. Res.* 48(23), 10262–10267.

[6] D. E. Chandra, N. Hindryawati, and S. Koesnarpadi. 2019. Degradasi Metilen Biru Dengan Metode Fotokatalitik Berdasarkan Variasi Berat Katalis Zeolit-Wo3. *Pros. Semin. Kim.* 127–130.

[7] C. Kusumawardani. 2009. Titanium Dioksida Terdoping Nitrogen : Kajian Tentang Sintesis , Karakteristik dan Aplikasinya. *Pros. Semin. Nas. Penelitian, Pendidik. dan Penerapan MIPA, Fak. MIPA, Univ. Negeri Yogyakarta*. 124–133.

[8] A. Kautsar, K. Ramadhana, S. Wardhani, and D. Purwonugroho. 2013. Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Tio2-Zeolit Dengan Penambahan Ion Persulfat. *Kimia Student Journal.* 1(2), 168–174.

[9] A. K. Nisaa, S. Wardhani, D. Purwonugroho, and Darjito. 2018. Tempe Waste Water Degradation Using TiO2-N/Bentonite alginate Granule Photocatalyst with Ultraviolet Light Irradiation. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, 299(1), 1–8.

[10] C. Huang, H. Bai, Y. Huang, S. Liu, S. Yen, and Y. Tseng. 2012. Synthesis of Neutral SiO_2/TiO_2 Hydrosol and Its Application As Antireflective Self-cleaning Thin Film. *Int. J. Photoenergy*. 1-8.

[11] K. Atkovska, B. Bliznakovska, G. Ruseska, S. Bogoevski, B. Boskovski, and A. Grozdanov. 2016. Adsorption of Fe(II) and Zn(II) ions from landfill leachate by natural bentonite. *J. Chem. Technol. Metall.* 51(2), 215–222..

[12] A. B. Tahta, S. Wardhani, and R. T. Triandi 2015. Sintesis TiO_2-N/Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru. *Kimia Student Journal.* 1(1), 599–605

[13] G. Jnido, G. Ohms, and W. Viöl. 2019. Deposition Of TiO_2 Thin Films On Wood Substrate By An Air Atmospheric Pressure Plasma Jet. *Coatings*, 9(7), 1-13

[14] L. Laysandra *et al.*, 2017. Adsorption and photocatalytic performance of bentonite-titanium dioxide composites for methylene blue and rhodamine B decoloration. *Heliyon*. 3(12), 1-22

[15] A. F. Rayendra, S. Wardhani, and R. T. Tjahjanto. 2014. Pengaruh Komposisi TiO2-Bentonit Terhhadap Degradasi Metilen Biru. *Kimia Student Journal*. 2(2), 555–561.

[16] M. Lin, M. Song, and X. Shen. 2012. Photocatalyst TiO_2 Supported On Bentonite For Water Organic Pollutants Purification: A Literature Review. *Adv. Mater. Res.* 967–974.

[17] A. G. Acedo-Mendoza, et al., 2020. Photodegradation of methylene blue and methyl orange with CuO supported on ZnO photocatalysts: The effect of copper loading and reaction temperature. *Mater. Sci. Semicond. Process.* 119, 1-12,

[18] Fraditasari,R., Wardhani, Sri*., Khusnur, MM. 2015. Degradasi Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis TiO_2-N : Kajian Pengaruh Sinar Dan Konsentrasi TiO_2-N. *Kim. J.* 1(1), 606–612

[19] S. Wardhani, et al. 2016. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using TiO_2-Natural Zeolite as A Photocatalyst. *J. Pure Appl. Chem. Res. 5(1),* 19–27

[20] T. N. Sucahya, N. Permatasari, A. Bayu, and D. Nandiyanto 2016. Review: Fotokatalisis untuk Pengolahan Limbah Cair. *J. Integr. Proses*, 6(1), 1–15.

[21] Y. C. Tang, X. H. Huang, H. Q. Yu, and L. H.

Tang. Nitrogen-Doped TiO_2 Photocatalyst Prepared By Mechanochemical Method: Doping Mechanisms And Visible Photoactivity Of Pollutant Degradation. *Int. J. Photoenergy*. 1-10

[22] S. Wardhani, R. T. Triandi, P. D. Deka, and A. R. Jannah. 2015. Sintesis Fotokatalis Fe_2 O_3-Zeolit Untuk Uji Fotodegradasi Zat Warna Jingga Metil. *Prosiding SEMIRATA 2015 bidang MIPA BKS-PTN Barat*. 171–179.

[23] N. Diantariani, I. Widihati, and I. Ratih Megasari. 2014. Fotodegradasi Metilen Biru Dengan Sinar Ultraviolet Dan Katalis ZnO. *J. Kim.*, 8(1), 31-42

[24] J. Wen, X. Li, W. Liu, Y. Fang, J. Xie, and Y. Xu. 2015. Photocatalysis fundamentals and surface modification of TiO2 nanomaterials. *Cuihua Xuebao/Chinese J. Catal.*, 36(12), 2049–2070

[25] S. Wardhani, D. Purwonugroho, C. W. Fitri, and Y. P. Prananto. 2018. Effect Of Ph And Irradiation Time on TiO_2-Chitosan Activity For Phenol Photo-Degradation. *AIP Conf. Proc.* 1–7

[26] A. F. Alkaim, A. M. Aljeboree, N. A. Alrazaq, S. J. Baqir, F. H. Hussein, and A. J. Lilo. 2014. Effect Of Ph on Adsorption And Photocatalytic Degradation Efficiency Of Different Catalysts on Removal Of Methylene Blue. *Asian J. Chem.* 26(24), 8445–8448