

Degradasi Zat Warna *Methyl Orange* dengan Katalis TiO_2 Menggunakan Metode Fotosonolisis

Yollanda Bunga Osya¹, Hary Sanjaya*², Yohandri³

^{1,2}Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia

³Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia

*hary.s@fmipa.unp.ac.id

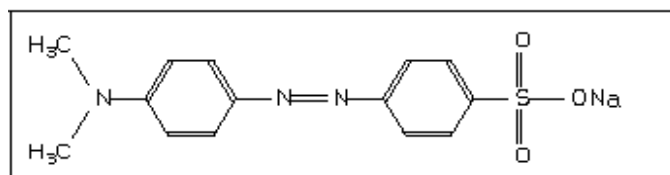
Abstract – Research on the degradation of methyl orange has been carried out using the photolysis method with the help of a TiO_2 catalyst. This study aims to determine how the effect of adding catalyst mass to the degradation of methyl orange and to determine the optimum time to degrade methyl orange. The variation of the mass of the catalyst used to degrade the methyl orange dye is from 0 grams to 0.25 grams, while the time variation is in the range of 30 minutes to 150 minutes with a 30 minute interval. The results of the measurement of the maximum wavelength and the color of methyl orange using a UV-Vis spectrophotometer were 462.8 nm with an absorbance value of 0.772. In the variation of the catalyst mass, the maximum mass obtained at 0.1 grams of TiO_2 catalyst with %D obtained was 23.46% while for the variation of the degradation time the optimum time was obtained at 120 minutes with the %D result of 32.04%. In this study, the presence of hydroxyl radicals produced during the photosynthesis process plays an important role in the process of degrading methyl orange.

Keywords – degradation, photolysis, *methyl orange*, TiO_2

I. PENDAHULUAN

Industri tekstil serta produk tekstil dapat membagikan dampak ganda bagi kehidupan warga, baik itu dari sisi tenaga kerja, pemasukan ataupun output industri tersebut. Pertumbuhan area industri tekstil serta hasil tekstil di Indonesia menandakan pabrik tekstil sebagai suatu industri terpenting serta jadi penunjang untuk peningkatan perekonomian yang ada di Indonesia [1].

Untuk industri tekstil yang memanfaatkan zat warna, kemungkinan besar nantinya akan menghasilkan limbah cair yang merupakan senyawa organik dimana limbah ini memiliki struktur aromatis yang mana akan susah terdegradasi secara alami serta pastinya akan menyebabkan terjadinya pencemaran lingkungan [2].



Gambar 1. Struktur *Methyl Orange*

Salah satu pewarna azo yang kerap dimanfaatkan dalam produk tekstil yaitu *methyl orange*. Dimana senyawa azo ini memiliki sifat karsinogenik serta susah terdegradasi, sehingga

jika dibuang ke sistem perairan maka ekosistem didalam perairan tersebut akan terganggu [3].

Methyl orange dengan rumus molekul $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ dengan massa molekul 327,34 gram/n merupakan suatu zat warna tekstil dari golongan azo (-N=N-) yaitu turunan dari gugus benzen yang sifatnya *non-biodegradable* [4]

Zat warna inisering dimanfaatkan pada industri plastik, industri tekstil dan industri lainnya yang mana ini dapat menyebabkan kerusakan pada lingkungan, karena adanya warna yang nantinya ditimbulkan serta juga sifatnya yang toksik serta mutagenik bagi kehidupan [5] akibatnya limbah yang dihasilkan nantinya akan menyebabkan kerusakan pada ekosistem di lingkungan air serta dapat mengganggu kesehatan makhluk hidup lainnya. [6].

Banyak metode- metode yang sudah digunakan untuk mengolah limbah organik ini, baik secara kimia, fisika maupun biologi guna mendegradasi senyawa organik yang terdapat pada limbah zat warna tersebut [1].

Sepanjang ini prosedur umum yang kerap digunakan untuk pengolahan air limbah ialah dengan metode pengendapan kimia serta koagulasi. Penanganan limbah dengan metode pengendapan kimia memerlukan biaya yang banyak. Perlakuan lainnya pada limbah cair dengan cara konvensional ialah dengan metode melenyapkan limbah organik memakai adsorben ataupun koagulasi yang ditandai dengan pembentukan *sludge*. Namun adsorben serta *sludge*

yang dihasilkan masih tergolong jenis limbah yang berbahaya sehingga memerlukan pengolahan lanjut [7].

Diantara prosedur tersebut metode yang sangat efisien untuk digunakan sebagai pendegradasi limbah zat warna ialah metode fotolisis alasannya adalah fotolisis ini merupakan suatu metode Advanced Oxidation Processes (AOPs) dengan penggabungan dua metoda yakni fotolisis serta sonolisis [8]. Proses Oksidasi Lanjutan / Advanced Oxidation Processes (AOPs) ialah salah satu metode guna menanggulangi limbah cair tekstil yang efektif, efisien serta ramah lingkungan. Proses Oksidasi Lanjutan ini akan menciptakan radikal hidroksil oksidatif yang kuat serta mempunyai kepekaan terhadap oksidan kimia sehingga bisa merusak struktur polutan organik dari limbah zat warna [9].

Dalam fotolisis molekul – molekul air akan berinteraksi dengan radiasi sinar UV sedangkan saat proses sonolisis akan diperoleh gelombang mekanik yang memengaruhi efek kavitasi pada air. Metoda fotolisis ini memakai fotokatalis semikonduktor dimana berpotensi untuk mengurai / mendegradasi limbah zat warna dengan cepat [8].

Titanium dioksida adalah jenis katalis yang kerap dimanfaatkan baik pada industri tekstil ataupun pada beberapa penelitian yang sedang berkembang dikala ini. Alasannya karena TiO_2 memiliki beberapa kelebihan diantaranya harga yang ekonomis, non toksik serta yang terpenting ialah kestabilan dan keaktifannya jika terkena cahaya. Oleh karena itu bisa disimpulkan bahwa TiO_2 merupakan fotokatalis yang ramah lingkungan [10].

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Peralatan yang akan dipakai pada saat penelitian ini adalah sebuah reaktor berbentuk kubus yang mana didalamnya terdapat lampu UV sebanyak 3 buah dengan panjang gelombang 254 nm dan daya 15 Watt merk Gemicidal yamano dan ultrasonik (45 kHz) merk Ultrasonic cleaner Sunshine Csp 889, Spektrofotometer UV-Vis merk Agilen8543. Peralatan seperti : gelas kimia, labu ukur, enlemeyer, dan peralatan standar lainnya.

Bahan – bahan yang akan dipakai pada proses penelitian yaitu Zat Warna *Methyl Orange* , fotokatalis TiO_2 , serta Aquades.

B. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan Zat Warna *Methyl Orange*

Model limbah zat warna *methyl orange* diperoleh dengan cara melarutkan 0,2 gram serbuk *methyl orange* kedalam 1000mL aquades. Sehingga didapatkan larutan induk *methyl orange* dengan konsentrasi 200 ppm. Selanjutnya 50 mL larutan induk kemudian diencerkan menggunakan aquadest hingga tanda batas 1000 mL sehingga didapatkan larutan *methyl orange* yang berkonsentrasi 10 ppm.

2. Degradasi *Methyl Orange* dengan Metode Fotolisis

Sebelum larutan didegradasi perlu diukur dulu panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) pada sampel zat warna *methyl orange* dengan memanfaatkan spektrofotometer UV – Vis dalam rentang panjang gelombang 400 – 800 nm. Serta dikarakterisasi menggunakan FTIR.

a. Degradasi Larutan *Methyl Orange* dengan Variasi Massa Katalis secara Fotolisis

Memasukkan 80mL larutan sampel konsentrasi 10 ppm dalam gelas piala 250mL, tambahkan 0,1 gram katalis TiO_2 kemudian tempatkan dalam reaktor yang mana didalamnya terdapat lampu UV 45 Watt serta disonifikasi menggunakan peralatan ultrasonik frekuensi 45 kHz daya 50 Watt selama 30menit. Lakukan prosedur yang sama dengan variasi waktu 60, 90, 120, dan 150 menit.

b. Degradasi Larutan *Methyl Orange* dengan Variasi Waktu secara Fotolisis

Memasukkan 80mL larutan sampel konsentrasi 10 ppm dalam gelas piala 250mL, tambahkan 0,05 gram katalis TiO_2 kemudian tempatkan gelas piala yang berisi sampel pada reaktor yang mana didalamnya terdapat lampu UV45 Watt dan di sonifikasi menggunakan peralatan ultrasonik frekuensi 45 kHz daya 50 Watt pada waktu optimum yang telah didapatkan sebelumnya. Lakukan prosedur yang sama dengan variasi massa katalis sebesar 0,1 ; 0,15 ; 0,2 ; dan 0,25 gram.

3. Karakterisasi Sampel dengan FTIR

Struktur gugus fungsi pada sampel dapat diukur dengan menggunakan instrumen FTIR. Larutan senyawa *methyl orange* yang belum didegradasi, dan yang sudah didegradasi menggunakan katalis TiO_2 pada waktu optimum, dapat dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Data dari karakterisasi menggunakan FTIR ini dapat digunakan guna mengetahui informasi gugus fungsi yang terdapat pada sampel sebelum dan sesudah didegradasi [11].

4. Teknik Analisa Data

Data yang dihasilkan pada penelitian ini berupa larutan *methyl orange* yang nantinya akan diukur menggunakan instrumen UV – Vis. Analisa data dapat dilakukan dengan membandingkan sisa larutan uji sebelum dan sesudah didegradasi serta perbandingan pada berbagai variasi waktu dan massa katalis.

Persentase degradasi (%D) dapat dihitung dengan persamaan :

$$\% D = \frac{A_0 - A_t}{A_0} \times 100 \%$$

Dimana A_0 merupakan absorbansi sebelum didegradasi serta A_t merupakan nilai absorbansi setelah didegradasi pada waktu t [12].

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

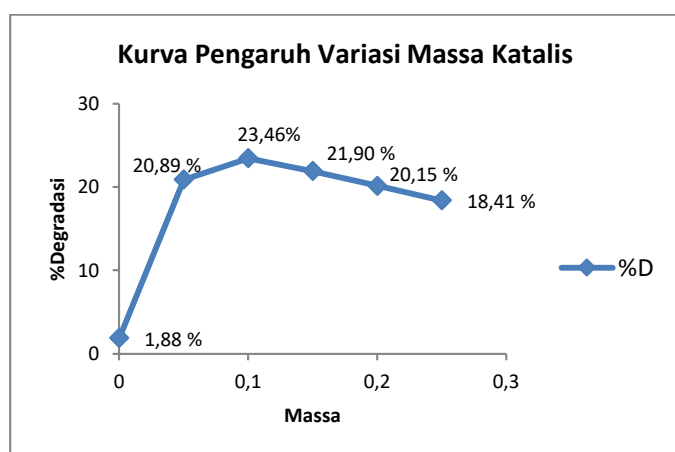
A. Degradasi *Methyl Orange* secara Fotosonolisis

Langkah awal yang harus dilakukan sebelum pengujian % Degradasi *Methyl Orange* adalah menghitung panjang gelombang maksimum sampel pada konsentrasi 10 ppm, hasil panjang gelombang maksimum ini nantinya akan dimanfaatkan untuk menghitung nilai absorbansi pada sampel sebelum dan setelah degradasi.

1. Degradasi *methyl orange* variasi massa katalis TiO₂ menggunakan metode fotosonolisis

Larutan *methyl orange* dengan

Pada penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan massa katalis TiO₂ dengan tujuan agar dapat mengetahui kondisi massa maksimum TiO₂ sebagai katalis serta mengetahui bagaimana pengaruh penambahan katalis TiO₂ terhadap hasil degradasi *methyl orange*.



Gambar 1. Kurva pengaruh variasi massa katalis TiO₂ terhadap degradasi *methyl orange* menggunakan metode fotosonolisis

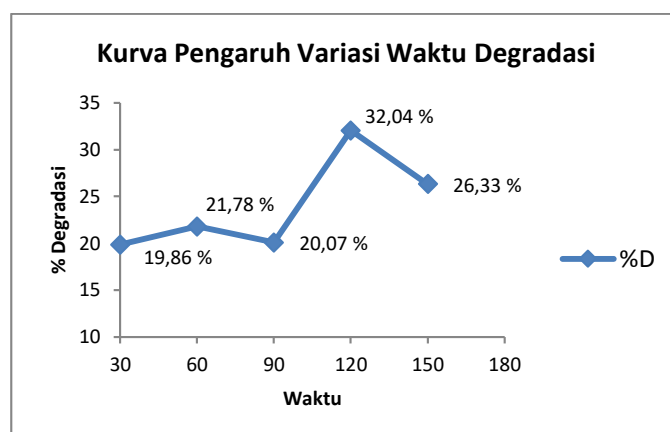
Pada Gambar 2 terlihat % Degradasi *methyl orange* mengalami peningkatan yaitu pada variasi massa katalis TiO₂ sebanyak 0 gram, 0,05 gram serta 0,1 gram dengan nilai %D yang diperoleh yaitu sebesar 1,88 %, 20,89 % dan 23,46 %. Peningkatan persen degradasi ini dapat dipengaruhi oleh penambahan jumlah fotokatalis TiO₂ dalam larutan *methyl orange*, sehingga luas permukaannya akan semakin besar, akibatnya energi foton yang terserap juga akan semakin bertambah sehingga proses pembentukan radikal •OH juga akan mengalami peningkatan pada saat degradasi sampel [3].

Proses degradasi dapat menyebabkan berkurangnya intensitas dari zat warna (Sibarani, 2016), yang mana dapat dilihat perubahan warna dari larutan *methyl orange* (Lampiran 9). Pada variasi katalis ini, diperoleh persen degradasi tertinggi yaitu sebesar 23,46 % pada penggunaan 0,1 gram katalis TiO₂ dengan waktu penyinaran selama 30 menit. Massa tersebut merupakan massa yang paling efektif untuk digunakan sebagai pendegradasian *methyl orange*. Massa ini nantinya digunakan untuk mencari waktu optimum degradasi zat warna *methyl orange*.

Dari Gambar 2 diperoleh massa katalis maksimum berada pada 0,1 gram katalis TiO₂, dan menurun seiring bertambahnya massa katalis yang digunakan, dimana pada penggunaan massa katalis TiO₂ sebesar 0,15 gram, 0,2 gram serta 0,25 gram diperoleh % degradasi sebesar 21,90 %, 20,15 % serta 18,41 %, berdasarkan penelitian [13] mengatakan bahwa peningkatan jumlah katalis memiliki titik jenuhnya, yang mana nilai absorbansi yang dihasilkan tak lagi menurun tetapi akan semakin meningkat jika terlalu banyak menggunakan katalis karena akan mempengaruhi tingkat kekeruhan larutan sampel, sehingga bisa mengurangi penyerapan energi foton di permukaan katalis sehingga pembentukan radikal •OH akan mengalami pengurangan selama proses degradasi *methyl orange* [14].

2. Degradasi *methyl orange* variasi waktu radiasi menggunakan metode fotosonolisis dengan bantuan katalis TiO₂

Salah satu faktor yang mempengaruhi proses degradasi *methyl orange* adalah waktu. Proses penentuan waktu degradasi *methyl orange* ini dilakukan dengan memvariasikan lama waktu penyinaran yaitu 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 150 menit dengan waktu berkala 30 menit. Sebanyak 80 mL larutan *methyl orange* konsentrasi 10 ppm ditambahkan 0,1 gram fotokatalis TiO₂ kemudian disinari dengan lampu UV daya 45 Watt selama variasi waktu yang sudah ditentukan sebelumnya serta disonifikasi dengan ultrasonik frekuensi 45 kHz daya 50 Watt.



Gambar 2. Kurva pengaruh variasi waktu radiasi terhadap degradasi *methyl orange* menggunakan katalis maksimum secara fotosonolisis

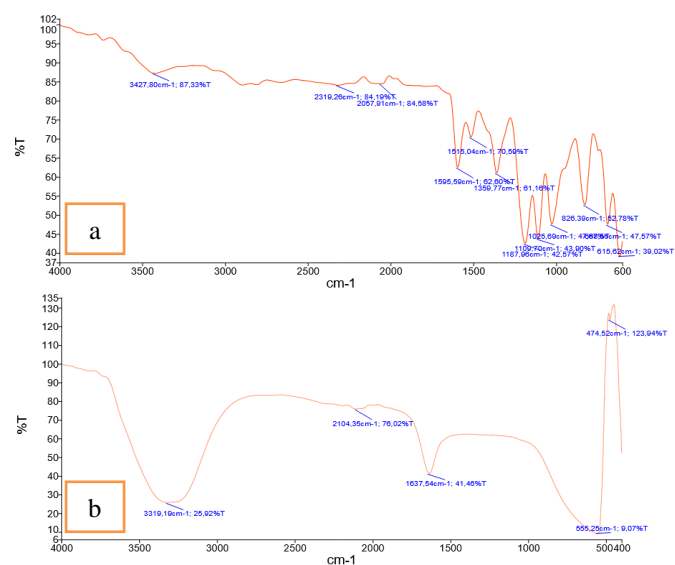
Gambar 3 menunjukkan data hasil degradasi dari variasi waktu penyinaran, nilai % Degradasi *methyl orange* mengalami peningkatan dengan perubahan yang tidak terlalu signifikan pada menit ke- 30, 60, dan 90 menit dengan nilai persen degradasinya sebesar 19,86 %, 21,78 %, dan 20,07 %. Namun hasil % degradasi *methyl orange* selanjutnya mengalami peningkatan yang cukup signifikan pada menit ke 120 sebesar 32,04 %, kenaikan nilai % Degradasi ini ditandai dengan menurunnya nilai absorbansi yang dihasilkan pada saat proses degradasi. Penurunan nilai absorbansi ini sesuai dengan penelitian [15] yang mana dengan pertambahan waktu radiasi maka intensitas absorbansi larutan akan semakin

menurun, fotokatalis akan semakin banyak menyerap energi foton seiring dengan bertambahnya waktu penyinaran. Menurunnya nilai absorbansi menandakan banyaknya senyawa organik yang terdegradasi.

Pada menit ke 150, persen degradasi *methyl orange* mengalami penurunan sebesar 26,33 %. Hal ini dapat disebabkan karena kelebihan H_2O_2 yang diperoleh saat proses sonikasi sehingga senyawa ini bereaksi dengan katalis TiO_2 yang nantinya membentuk radikal hidroperoksi ($\bullet OOH$) [16], yang mana radikal HO_2 ini kurang reaktif dibandingkan radikal $\bullet OH$ dan sebagian akan menghasilkan H_2O_2 kembali. Radikal $\bullet OOH$ ini merupakan suatu molekul gas yang tak larut, namun hanya menempel dipermukaan fotokatalis saja, akibatnya akan menghambat transfer energi foton.

B. Karakterisasi *Methyl Orange* Sebelum Dan Setelah Degradasi menggunakan Spektroskopi FTIR

Proses karakterisasi dengan FTIR ini bertujuan guna menganalisis gugus fungsi yang terdapat di zat warna *methyl orange* pada saat kondisi sebelum dan sesudah didegradasi. Gambar 4 Merupakan hasil dari karakterisasi *methyl orange* menggunakan FTIR sebelum dan sesudah degradasi.



Gambar 4. Spektrum IR (a) *methyl orange* sebelum degradasi dan (b) *methyl orange* setelah degradasi

Berdasarkan data spektrum di atas, hasil dari karakterisasi dengan FTIR ini dapat digunakan untuk mengetahui informasi gugus fungsi yang terdapat pada sampel sebelum dan sesudah didegradasi [11] dari gambar di atas hasil IR *methyl orange* sebelum dan sesudah degradasi mengalami perubahan bentuk spektrum, dimana puncak yang diperoleh setelah proses degradasi mengalami pengurangan. Gambar (a) merupakan hasil IR *methyl orange* sebelum di degradasi, dapat dilihat pada spektrum ini memiliki banyak puncak, sedangkan pada gambar (b) ini merupakan hasil spektrum IR *methyl orange* yang sudah di degradasi dan mengalami perubahan bentuk spektrum.

Pada spektrum (a) terdapat beberapa puncak, yang pertama pada bilangan gelombang 3427,80 cm^{-1} terdapat ikatan amina (N-H), kemudian pada bilangan gelombang 2319,26 cm^{-1} merupakan ikatan $C\equiv N$. berikutnya terdapat ikatan $C=C$ alkena pada bilangan gelombang 1595,53 cm^{-1} dan 1515,04 cm^{-1} , ikatan ini diprediksi menandakan adanya senyawa aromatis [17], kemudian juga terdapat ikatan nitril (C-N) pada bilangan gelombang 1359,77 cm^{-1} dan 1187,96 cm^{-1} ikatan ini merupakan salah satu gugus fungsional utama pada senyawa organik [18]. Pada bilangan gelombang 1105,70 cm^{-1} terdapat ikatan keton (C-O).

Dilihat pada gambar (b), ini merupakan spectrum *methyl orange* sesudah didegradasi yang mana mengalami pengurangan jumlah puncak. Dapat dilihat pada spektrum (b) dimana terdapat beberapa puncak diantaranya pada bilangan gelombang 3319,19 cm^{-1} terdapat ikatan O-H yang mana ini diprediksi menandakan adanya gugus OH pada air. Kemudian juga terdapat ikatan alkuna ($C\equiv C$) pada bilangan gelombang 2104,35 cm^{-1} , serta pada bilangan gelombang 1637,54 cm^{-1} terdapat ikatan (C=O) kemungkinan besar ini menandakan adanya senyawa anhidrida asam [19].

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian massa katalis TiO_2 yang paling efektif dimanfaatkan untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* menggunakan metode fotolisis yaitu sebesar 0,1 gram dengan persentase degradasi yang diperoleh yaitu 23,46 %. Sedangkan untuk waktu optimum yang diperoleh guna mendegradasi *methyl orange* menggunakan metode fotolisis adalah selama 120 menit dengan persentase degradasinya sebesar 32,04 %.

REFERENSI

- [1] I. Komala, "Komposit Karbon Aktif dari Eceng Gondok dengan TiO_2 untuk Degradasi Fotokatalitik Zat Warna Tekstil Congo Red," *Briliant J. Ris. dan Konseptual*, vol. 4, no. 1, pp. 5–15, 2019.
- [2] I. G. A. A. Saraswati, N. P. Diantariani, and P. Suarya, "Fotodegradasi zat warna tekstil congo red dengan fotokatalis ZnO -arang aktif dan sinar ultraviolet (UV)," *J. Kim. (Journal Chem., 2015*.
- [3] R. Fraditasari, S. Wardhani, and M. M. Khunur, "Degradasi Methyl Orange menggunakan fotokatalis TiO_2 -N: Kajian Pengaruh Sinar dan Konsentrasi TiO_2 -N," *J. Ilmu Kim. Univ. Brawijaya*, vol. 1, no. 1, p. pp-606, 2015.
- [4] S. Wardhani, T. Rachmat Triandi, P. T. Deka, and A. R. Jannah, "Sintesis Fotokatalis Fe_2O_3 -Zeolit untuk Uji Fotodegradasi Zat Warna Jingga Metil," *SEMIRATA 2015*, 2015.
- [5] A. E. Fitriani, "Penurunan konsentrasi methyl orange dengan variasi dosis koagulan ekstrak $NaCl$ -biji Asam Jawa serta pH larutan dan konsentrasi methyl orange." Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, 2016.
- [6] R. Dhir, "Photocatalytic degradation of methyl orange dye under UV irradiation in the presence of synthesized PVP capped pure and gadolinium doped ZnO nanoparticles," *Chem. Phys. Lett.*, vol. 746, p. 137302, 2020.
- [7] S. Safni, F. Sari, M. Maizatrisna, and Z. Zulfarman, "DEGRADASI ZAT WARNA METHANIL YELLOW SECARA SONOLISIS DAN FOTOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO_2 ANATASE," *J. Sains Mater. Indones.*, vol. 11, no. 1, pp. 47–51, 2009.
- [8] H. Sanjaya, "Degradasi Metil Violet Menggunakan Katalis ZnO - TiO_2 Secara Fotolisis," *Eksakta Berk. Ilm. Bid. MIPA (E-ISSN*

- 2549-7464), vol. 19, no. 1, pp. 91–99, 2018.
- [9] I. A. Fajri, H. Sanjaya, U. K. Nizar, and A. Putra, “DEGRADASI SENYAWA MINYAK DAN LEMAK PEMODELAN LIMBAH PABRIK KELAPA SAWIT MENGGUNAKAN METODE FOTOSONOLISIS DENGAN BANTUAN KATALIS ZNO,” *Ekasakti Educ. J.*, vol. 1, no. 1, pp. 53–59, 2021.
- [10] I. P. Agusty, “Penggunaan zeolit terimpregnasi tio2 untuk mendegradasi zat warna congo red.” UNIVERSITAS AIRLANGGA, 2012.
- [11] G. K. Parshetti, A. A. Telke, D. C. Kalyani, and S. P. Govindwar, “Decolorization and detoxification of sulfonated azo dye methyl orange by *Kocuria rosea* MTCC 1532,” vol. 176, pp. 503–509, 2010, doi: 10.1016/j.jhazmat.2009.11.058.
- [12] G. K. Parshetti, S. G. Parshetti, A. A. Telke, D. C. Kalyani, R. A. Doong, and S. P. Govindwar, “Biodegradation of Crystal Violet by *Agrobacterium radiobacter*,” *J. Environ. Sci.*, vol. 23, no. 8, pp. 1384–1393, 2011, doi: 10.1016/S1001-0742(10)60547-5.
- [13] G. K. Wibisono, S. Wardhani, and D. Purwonugroho, “Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Persulfat Terhadap Degradasi Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis Tio2–bentonit.” Brawijaya University.
- [14] O. S. Permatasari, S. Wardhani, and D. Darjito, “Studi Pengaruh Penambahan H2O2 terhadap Degradasi Methyl Orange menggunakan Fotokatalis TiO2-N,” *J. Ilmu Kim. Univ. Brawijaya*, vol. 1, no. 1, p. pp-661, 2015.
- [15] C. Xu, L. Cao, G. Su, W. Liu, X. Qu, and Y. Yu, “Preparation, characterization and photocatalytic activity of Co-doped ZnO powders,” *J. Alloys Compd.*, vol. 497, no. 1–2, pp. 373–376, 2010.
- [16] F. Amelia, O. Liansari, H. Suyani, and Y. Yusuf, “PENGUNAAN KATALIS ZnO-H2O2 UNTUK DEGRADASI ZAT WARNA RHODAMIN B DAN ALIZARIN-S,” *J. Ris. Kim.*, vol. 3, no. 1, p. 75, 2015.
- [17] M. Sitorus, “Spektroskopi elusidasi struktur molekul organik,” *Graha Ilmu, Yogyakarta*, pp. 29–39, 2009.
- [18] D. L. Pavia, G. M. Lampman, and G. S. Kriz, “dan Vyvyan, JR 2009,” *Introd. to Spectrosc. Saunders Coll. Philadelphia*.
- [19] A. Santoni, “Elusidasi Struktur Senyawa Metabolit Sekunder Kulit Batang Surian (*Toona sinensis*) Meliaceae dan Uji Aktivitas Insektisida,” *Disertasi. Progr. Pascasarj. Univ. Andalas. Padang*, 2009.